



ESPAÑA

19 ES	21	450158	20 AI
22 FECHA DE PRESENTACION			
26-7-76			

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO 603.540			32 FECHA 11-8-75			33 PAIS Estados Unidos		
37 FECHA DE PUBLICIDAD			31 CLASIFICACION INTERNACIONAL C22B			32 PATENTE DE ... QUE ES DIVISIONARIA		
34 TITULO DE LA INVENCION UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR COMPUESTOS METALICOS.								
71 SOLICITANTE (S) LYNN WALLACE COOPER								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 1609 Stoner Avenue, Los Angeles, California 90025 U.S.A.								
72 INVENTOR (ES)								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU								

CANCELADA
29 SET. 1977

EXTRACTO DE LA DESCRIPCION

Se aporta aquí un método para recuperar compuestos metálicos y metales a partir de minerales metálicos o gangas, concentrados, aleaciones y otros materiales contentivos de metales. El material que contiene dichos metales se somete a lixiviación en una solución acuosa de ácido nítrico a la presión atmosférica y a temperaturas que pueden variar entre la temperatura ambiente y el punto atmosférico de ebullición. Se mezcla o se forma una sal inorgánica en la solución para elevar el punto atmosférico de ebullición de dicha solución. Se calienta la solución para evaporar el agua y para elevar la concentración de la sal. El punto atmosférico de ebullición de la solución se eleva con un aumento en la concentración de sal y ocasiona el desarrollo de un gas contentivo de ácido nítrico o nitrógeno, y la precipitación sucesiva de compuestos metálicos según se eleva el punto de ebullición de la solución. Se filtra la solución después de cada precipitación sucesiva para recuperar el compuesto metálico o la mezcla de compuestos metálicos que hayan precipitado según queda indicado. A continuación, se pueden separar los compuestos metálicos y tratarse por medios ordinarios para producir un metal o una aleación relativamente puros.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Muchas de las reservas mundiales de metales se encuentran en depósitos minerales de baja graduación, que contienen porcentajes relativamente bajos de metales. Por lo general no es factible, económicamente, recuperar los metales de los minerales de baja graduación, puesto que el costo del proceso sobre estos materiales mediante métodos ordinarios suele exceder del valor del metal recuperado.

Otro inconveniente de los métodos ordinarios es el de que se limitan en general a la recuperación de un solo metal a expensas de sacrificar o despreciar los demás metales recuperables.

5 Los métodos ordinarios son también insatisfactorios por requerir el uso de autoclaves de alta temperatura y sometidos a presión, que introducen problemas en cuanto a mantener cierres herméticos de presión y una agitación adecuada. Tales autoclaves son también costosos de adquirir y de mantener.

10

RESUMEN DE LA INVENCION

Se aporta aquí un procedimiento para recuperar metales de las gangas, concentrados, aleaciones y otros materiales que contengan metales, el cual resuelve los problemas precedentes relativos a la recuperación del metal, y que es particularmente útil y ventajoso en cuanto a recuperar selectivamente compuestos metálicos y metales de minerales metálicos que contengan concentraciones de metales relativamente bajas. El procedimiento de esta invención está basado en el descubrimiento de que los compuestos metálicos pueden precipitar selectivamente y de modo sucesivo de soluciones de ácido nítrico mediante mezcla de una sal inorgánica en dicha solución para elevar el punto de ebullición de dicha solución a la presión atmosférica, para causar un desarrollo de gases contentivos de ácido nítrico y de nitrógeno. Cuando tal cosa ocurre, cada metal presente en la solución precipitará selectiva y sucesivamente dentro de límites específicos de temperatura como un compuesto metálico que se cree es un óxido metálico.

15

20

25

30

La ganga, el concentrado, la aleación u otro mate-

rial que contenga los metales que se trata de recuperar, se
somete a lixiviación en una solución acuosa de ácido nítrico
a la presión atmosférica, para disolver los metales. Se mez-
cla una sal inorgánica en la solución o se evapora el agua
5 de las sales ya presentes en la fuente de origen del metal
para elevar su punto de fusión. Se calienta la solución con
sal inorgánica y se evapora el agua para hacer subir el pun-
to de ebullición a fin de que se desarrolle ácido nítrico
u otro gas contentivo de nitrógeno, lo que hará que uno o
10 más compuestos metálicos precipiten en la solución a ese
punto de ebullición particular. Se separa el precipitado de
la solución y a continuación, se repite el mismo proceso, es
decir, se calienta la solución hasta su nuevo punto de ebu-
llición para desarrollar ácido nítrico o un gas contentivo
15 de nitrógeno y causar una precipitación de otro compuesto
metálico. Se repite este proceso sucesivo y selectivo hasta
que han precipitado todos los metales deseados presentes en
la solución o hasta que se ha evaporado todo el disolvente
para dejar un compuesto final de nitrato metálico que se
20 puede descomponer por calor a una temperatura más alta para
recuperar el ácido nítrico o los gases contentivos de nitró-
geno, para reciclar.

La cantidad o concentración de la sal en la solu-
ción, en cada fase del proceso se determina por el punto de-
seado de ebullición, el cual es determinado a su vez por la
25 temperatura a la cual precipita cada metal en la solución.
Los límites de temperatura a la cual se ha observado que pre-
cipitan ciertos compuestos metálicos en las soluciones de sa-
les de nitrato son los siguientes:

30

Aluminio

153°C - 212°C

	Cobalto	162°C - 216°C
	Cobre	158°C - 205°C
	Hierro	120°C - 155°C
	Níquel	210°C - 220°C
5	Manganeso	190°C - 210°C
	Zinc	220°C - 230°C
	Plata	190°C - 268°C+
	Magnesio	350°C - 400°C+

10 Se pueden también recuperar por el método de la presente invención, después de haber medido sus temperaturas de precipitación, otros metales, como el plomo, el vanadio, el uranio, el torio y el oro.

15 Muchos compuestos metálicos precipitarán de las soluciones de nitrato dentro de límites de temperatura que se superponen y, por ello, tales precipitados contienen con gran frecuencia una mezcla de compuestos metálicos que se pueden separar entre sí por medios ordinarios para recuperar los compuestos o metales individuales o se pueden tratar para producir una aleación de estos metales.

20 DESCRIPCION DE UNA FORMA DE REALIZACION DEL INVENTO

Describiremos una forma de ejecución de la presente invención en términos de un método para recuperar níquel y otros metales comunmente asociados con el níquel, tales como manganeso, cobalto, cobre y hierro, a partir de gangas que
25 contengan níquel, tales como depósitos de sulfuro de níquel, depósitos de óxido o laterita y módulos de manganeso procedentes del fondo del océano.

Para recuperar cualquiera de estos metales, es decir, níquel, manganeso, cobalto, cobre, hierro, o sus mezclas, a
30 partir de minerales metálicos contentivos de cualquiera de

dichos metales o sus mezclas, conforme al método de esta invención, se lixivia el mineral en una solución acuosa muy caliente de ácido nítrico a la presión atmosférica, con o sin otras sales de nitrato presentes para disolver dicho metal o dichos metales. Se mezcla una sal inorgánica, tal como nitrato de magnesio, en dicha solución para elevar el punto de ebullición a aproximadamente 155° C, lo que se produce a una concentración de nitrato de magnesio de aproximadamente 235 gramos por litro de solución. Se calienta después la solución a una temperatura de aproximadamente 140° C a aproximadamente 155° C para desarrollar ácido nítrico o un gas contentivo de nitrógeno y hacer precipitar todo el hierro que se encuentre presente en el mineral, de la solución en un compuesto que parece ser óxido de hierro. Se separa el compuesto de hierro juntamente con el residuo de mineral insoluble mediante filtración, pudiendo tratarse por medios ordinarios para recuperar un compuesto de hierro relativamente puro.

Después de haber sido separados el compuesto de hierro y la ganga de la solución, se aumenta nuevamente la concentración de sal inorgánica por evaporación de agua y se calienta la solución para elevar su temperatura de ebullición hasta 250 a 260° C aproximadamente, para desarrollar vapor de ácido nítrico o un gas contentivo de nitrógeno y hacer precipitar el níquel, el manganeso, el cobalto, el cobre, o sus mezclas, de la solución como compuestos que parecen ser óxido de níquel, óxido de manganeso, óxido de cobalto, óxido de cobre o mezclas de tales óxidos. Comoquiera que todos estos metales precipitan dentro de límites de temperatura relativamente fijos, es preferible precipitar los metales

como mezcla en lugar de hacerlo individualmente, debido a la superposición de los límites de temperatura de precipitación y porque estos metales particulares se pueden separar sin mucha dificultad para recuperar por medios ordinarios el metal relativamente puro o sus aleaciones.

Los gases contentivos de nitrógeno se pueden convertir en ácido nítrico y reciclarse para una nueva utilización en el proceso, por medios ordinarios.

El nitrato de magnesio es el nitrato inorgánico preferido para uso en la presente invención debido a que el amplio margen de temperaturas dentro del cual las soluciones acuosas de nitrato de magnesio están líquidas coincide con la temperatura de precipitación de todos los indicados metales. Se pueden utilizar otras sales, tales como los nitratos de calcio, bario y potasio, igualmente, y presentarán también un amplio margen de temperatura útil muy similar al del nitrato de magnesio. También son utilizables con la presente invención que no queda limitada al uso del nitrato de magnesio o de otras sales de nitrato específicas, otras sales inorgánicas, compatibles con el sistema aquí descrito.

Los depósitos minerales pueden contener sulfuros o sulfatos, y en tal caso, la presencia de sulfatos puede reducir el grado de precipitación de los compuestos metálicos por el método de esta invención, ya que tales sulfatos son generalmente solubles y no se volatilizan a los citados límites de temperatura de precipitación, tendiendo así a mantener por lo menos una porción de los metales en solución. La adición de nitrato de bario o de nitrato de calcio a la solución eliminará toda interferencia con tales sulfuros mediante la formación de sulfato de bario o sulfato de calcio

insolubles, respectivamente, que precipitarán en la solución. La eliminación de tales sulfuros tiene también la ventaja de eliminar la posibilidad de que se forme a partir de los sulfuros del mineral un contaminante del
5 aire constituido por dióxido de azufre, si la temperatura del sistema sobrepasa las temperaturas de precipitación actualmente previstas. La presencia de cloruros solubles en los depósitos de mineral presenta el mismo problema que con los sulfatos solubles y debe ser eliminada.

10 Cuando se utilice el método de esta invención para recuperar metales de los minerales metálicos o de otras fuentes de origen de metales, distintos de los metales específicamente citados aquí, pueden no ser necesariamente de aplicación las condiciones específicas de actuación
15 arriba expuestas, y puede ser necesario realizar ciertas pruebas de rutina para determinar la sal inorgánica particular y demás condiciones de actuación que resulten más apropiadas para ser utilizadas con la fuente de origen particular del metal a tratar y con el metal o mezcla de metales que se tratede recuperar. La elección de sal inorgánica
20 y demás condiciones de actuación, sin embargo, pueden ser fácilmente determinadas por un experto en esta técnica, bajo el beneficio del concepto inventivo aquí expuesto.

EJEMPLO 1

25 Se tomaron 100 gramos de una fracción de serpentina oreada, constituida por mineral de laterita, que presentó en análisis un contenido de 0,71 % en peso de níquel, 0,03 % en peso de cobalto, y que se observó era rica en silicato de magnesio, se trituró hasta un tamaño de aproximadamente 200 (paso de malla Tyler) y se mezcló con 50 ml
30

de ácido nítrico al 70 %, con una gravedad específica de 1,42, y 10 ml de agua. Se calentó la mezcla resultante, dejándose hervir durante aproximadamente 15 minutos. Terminado este periodo, se observó que la mezcla se había espesado, produciéndose algunas salpicaduras. Se añadieron a la mezcla aproximadamente 200 ml de agua a 25º C, lo que hizo que se enfriara a aproximadamente 70º C y cristalizara en forma de masa sólida. Se calentó la masa sólida a 109º C, disolviéndose entonces los cristales. Quedaron presentes algunos sólidos no disueltos, en suspensión, filtrándose a 80 a 90º C para dar 193 ml de un filtrado verde. Se lavó y secó el residuo no disuelto y pesó 78,2 g, dando en el ensayo 0,16% de níquel. El filtrado ensayado produjo 0,743 g de níquel. Sobre la base del residuo, el filtrado y el análisis del material inicial, aproximadamente un 90 % en peso del níquel originalmente presente en el mineral, se encontraba presente en el filtrado.

Se separó el hierro del filtrado por precipitación con amoníaco. Se calentó el filtrado y se extrajo del mineral el nitrato de magnesio. Se evaporó el filtrado hasta que la temperatura de ebullición subió a 200º C, en cuyo punto la solución empezó a producir espuma y cambió de una suspensión verde claro a una suspensión parda oscura. Se continuó calentando hasta que el punto de ebullición subió a 210º C. Se enfrió la mezcla y se diluyó con agua muy caliente para impedir la cristalización. Se formó un precipitado con producción de HNO_3 durante el calentamiento a aproximadamente 200º C y se filtró separándolo del filtrado. Se secó el precipitado y pesó 2,1 gramos. El precipitado secó presentó un color negro y el ensayo practicado dio

aproximadamente un 30 % de níquel además de una cantidad considerable de óxido de manganeso.

EJEMPLO 2

5 Se tomó una cantidad de 200 ml de una suspensión que contenía aproximadamente 65 gramos de mineral de laterita niquelífera previamente reducida, con alto contenido de hierro, y 35 ml de ácido nítrico al 70 %, mezclándose para dar una solución que presentó después de ser calentada un pH de 1,0. Se calentó la mezcla a aproximadamente 101°C

10 durante 15 a 20 minutos para lixiviar el mineral. Se filtró y separó la ganga y se lavó tres veces con agua. El filtrado y el producto del lavado presentaban un volumen total de 350 ml y se sometieron a ensayo, dando un contenido de 0,90 gramos de níquel. Se secó la ganga y dio un peso de 58,5

15 gramos y un contenido, en el ensayo efectuado, de 0,090 por ciento en peso de níquel, o un total de 0,053 g de níquel. Sobre la base del volumen de la solución, el peso del residuo y los ensayos, se extrajo mediante ácido nítrico, 94,4% del níquel. La solución recuperada a 101°C no presentaba un color verde claro, sino rojo-pardo, lo que indicaba un considerable contenido de hierro. Cuando se añadió amoníaco a una parte de la solución para elevar el pH a 4,0, se produjo un precipitado de hidróxido férrico y se comprobó mediante análisis que contenía algo de níquel, que se hubiera perdido por el método ordinario de recuperación a menos

20 de reciclarse. Se evaporó una porción de 95 ml de los 350 ml de filtrado hasta que la temperatura alcanzó los 120°C por concentración de nitratos metálicos en un pequeño volumen. Se formó un precipitado de óxido de hierro finamente dividido y se separó por filtración. Pesaba 2 g

25

30

5 y en el ensayo dió 0,26 % Ni. El filtrado se evaporó hasta secarse y se calentó a aproximadamente 200° C, temperatura a la cual se fundió. El filtrado pesó 0,8 g y dió en el ensayo 26,23 % Ni. La concentración de nitratos lixiviados por ácido nítrico subió el punto de ebullición de la solución a 120° C, temperatura a la cual se descompuso el nitrato férrico en óxido férrico, pudiendo separarse por filtración. Una posterior evaporación produjo una pequeña cantidad de residuo que contenía la mayor parte del níquel.

10

EJEMPLO 3

Se tomaron 1.500 gramos de una peridotita oreada de un depósito de laterita de la zona occidental de los Estados Unidos, dando en ensayo 0,51 % en peso de Ni, y se pulverizaron hasta conseguirse un gránulo de aproximadamente 200 de grado de malla, mezclándose con 500 ml de agua y 250 ml de ácido nítrico al 70 % (gravedad específica 1,42). Subió la temperatura (sin calor externo) de aproximadamente 25 a 70° C. Se agitó después la mezcla y se calentó con producción de humos oscuros durante algunos momentos. El pH de la solución se elevó continuamente según reaccionaba el ácido nítrico para disolver el silicato de magnesio contenido en el mineral. Se añadió ácido nítrico en la medida necesaria para mantener el pH en aproximadamente 1,0, y se añadió un total de 1.000 ml de ácido nítrico al mineral durante el curso de este ejemplo. Durante un período de 1 1/2 horas, se elevó la temperatura de ebullición de la mezcla a 147° C como resultado del aumento de la concentración de $Mg(NO_3)_2$ de la reacción con silicato de magnesio y la evaporación de agua. Se enfrió la mezcla a 110° C, se diluyó con aproximadamente 300 ml de agua

15

20

25

30

hirviente y se filtró. El filtrado de color verde claro tenía un volumen de 850 ml. Durante la filtración, continuó reaccionando el ácido nítrico, de modo que el pH del último filtrado fué de aproximadamente 3,0. Se lavó el residuo con ácido nítrico diluído a temperatura ambiente para dar 300 ml de una solución de lavado de color verde con un pH de 1,0, y después con ácido nítrico diluído a 90° C para dar 450 ml de un lavado verde amarillento de un pH de 1,5, el residuo seco pesó 1.190 gramos, indicando que 310 gramos de casi un 21 % del mineral se había disuelto. Se combinaron el filtrado y los lavados para dar un total de 2.185 ml de solución verde clara con una tonalidad amarilla. El primer filtrado había contenido 1,86 g de Ni por litro. La solución combinada contenía 2,55 g de Ni por litro o un total de 5,57 g de níquel procedentes de 1.500 g de mineral, ascendiendo a aproximadamente el 73 % del contenido en la peridotita oreada original a 0,51 % de Ni. El residuo contenía 0,16 % de Ni o un total de 1,93 g de níquel, ascendiendo a aproximadamente el 20 % del contenido en la muestra original.

Se calentó la solución combinada hasta la ebullición y se concentró por evaporación. Se produjo un precipitado pardo rojizo, dentro de los límites de temperatura de entre 110 y 120° C y se filtró, se lavó y se secó. Pesó 3,93 g y demostró ser un óxido de hierro acuoso, indicando que el lavado del residuo del mineral con ácido nítrico diluído había vuelto a disolver algo del hierro anteriormente precipitado. Se evaporó la solución verde clara, que quedó después de separar el hierro, hasta que la temperatura de ebullición subió a 150°C, momento en el que empezó

a oscurecer. Se continuó la evaporación hasta un punto de ebullición de 220° C y la mezcla quedó compuesta por un sólido negro-pardo suspendido en líquido. Se enfrió esta suspensión y se diluyó hasta que entró en ebullición a los 130° C. Se filtraron aproximadamente 500 ml de esta suspensión mientras se encontraba la misma muy caliente, utilizando una lámpara de calor para evitar que la solución se solidificara. El resto de la suspensión se enfrió, se diluyó en agua y se filtró a la temperatura ambiental. La solución procedente de la suspensión en caliente cristalizó en una masa sólida. Fué disuelta y diluída en agua hasta dar un volumen de 745 ml. 500 ml de la solución diluída dieron un peso de 663 g, con una densidad de 1,326 g por ml. Esto significa aproximadamente la más alta densidad de nitrato de magnesio que no cristaliza al enfriar a la temperatura ambiente. Suponiendo que el volumen original de 500 ml que estaba líquido a los 130° C representa $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, de modo que los 245 ml adicionales o aproximadamente un tercio del volumen de agua es libre a la temperatura ambiente, la densidad de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ se puede calcular como de aproximadamente 1,5 g por ml. Esto concuerda con el valor teórico de 1,464 para $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$. Sobre esta base, los 500 ml de filtrado (aproximadamente la mitad del total de 1500 g de mineral) pueden haber contenido aproximadamente 118 g de MgO, de modo que algo más del 16 % del mineral fué recuperado como MgO, a parte de un posible 38 a 40 % de MgO teóricamente contenido en la serpentina no creada. La mezcla de óxido metálico, precipitada por descomposición de nitratos metálicos a partir de la solución de nitrato de magnesio, contenía 24 % de Ni. La solución restante después de la

filtración en caliente contenía 0,66 gramos de Ni por litro, mientras que la enfriada y diluida para filtrado a temperatura ambiental contenía 0,375 g de Ni por litro. Por lo menos parte de la diferencia fue causada por dilución de la solución, por lo que no pueden sacarse conclusiones respecto a los méritos relativos del filtrado en caliente frente al filtrado a temperatura ambiente, si no es la de la conservación abvia de energía al filtrar en caliente en lugar de enfriar y recalentar.

5

10

EJEMPLO 4

Se tomó un compuesto hecho con cinco muestras de peridotita o saprolita alterada y pulverizada a un tamaño de partícula de 20 (paso de malla Tyler) que tenía un contenido calculado de níquel de 0,37%. Se trituraron 4733 gramos de la mezcla en un triturador de bolas hasta dar aproximadamente un 65% de sólidos.

15

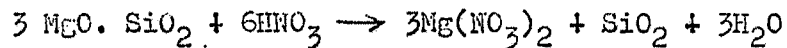
Se tamizaron en húmedo 1000 ml de la mezcla pastosa en un tamiz de un paso de malla de 100, para recuperar 230 g de + 100 de material tamizado. Se mezcló el mismo con 100 ml de agua y se calentó hasta la ebullición, añadiendo 70% de ácido nítrico suficiente para mantener el pH en aproximadamente 1,0. Al ascender el punto de ebullición, se añadió más HNO_3 . Cuando el punto de ebullición hubo llegado a los 135° C, se habían añadido a la solución 230 ml de HNO_3 al 70%. La mezcla total tenía un volumen de aproximadamente 325 ml después de ser enfriada a 100° C. Se añadieron 200 ml de agua hirviente, al tiempo que se agitaba y se filtró la mezcla. El filtrado tenía un volumen de 600 ml y el residuo pesaba 173 g. El ensayo hecho con el residuo presentó 0,057% de Ni y el filtrado contenía

20

25

30

0, 507 g de Ni. Sobre la base del ensayo calculado de la muestra utilizada de compuesto, los 230 g del material de un paso de malla de 100 deberían haber contenido 0,85 g de Ni, por lo que la extracción basada en la solución fue de aproximadamente 60%, mientras que la basada en el análisis del residuo fue de aproximadamente del 88%. La pérdida de peso de un 24% indica que puede haber sido disuelto por la reacción hasta 50 g de MgO:



Esto hubiera requerido 121 g de HNO₃ al 100 % o 121 ml de HNO₃ al 100 %. Como quiera que se requieren realmente 230 ml de HNO₃ al 70 %, y que el volumen de solución disminuyó en aproximadamente 100 ml durante la ebullición, estas cifras demuestran ser consistentes.

EJEMPLO 5

Se tomaron tres mil setecientos veintidós gramos (3722 g) de material mezclado, de la zona de silicato de laterita niquelferrosa (con un contenido calculado de níquel de 0,37 %) y se trituró y molió en un triturador de bolas hasta un 22 % + 100 paso de malla Tyler, después de añadir agua para dar una densidad de pulpa de aproximadamente un 75 % de sólidos. Se pasó la mezcla pastosa a un recipiente de acero inoxidable, dejando un cien % de volumen no ocupado. Se añadió una cantidad de 1500 ml de ácido nítrico al 70 % mientras se agitaba la mezcla con una varilla de acero inoxidable. La temperatura subió a 106°C con desarrollo de un gas contentivo de nitrógeno. La mezcla hirviente espumó casi hasta el extremo superior del recipiente. Después de ceder la vigorosa reacción, se añadió más ácido nítrico hasta llegar a un total de 2.500 ml de ácido nítrico. Se calentó después

la mezcla a 130°C y se mantuvo a esta temperatura durante aproximadamente media hora. Se enfrió a 110°C y se añadió agua hirviente con agitación para mantener los nitratos en solución. Se filtró la mezcla dejando el óxido de hierro con el residuo para producir 6.135 ml de solución verde clara (el análisis mostró un contenido de 8,99 g de níquel). Después de lavar y secar, el residuo pesaba 3.075 g y contenía 2,77 g de Ni. El níquel total comprobado fue de 11,76 g, del cual estaba en solución algo más del 76 %. El residuo contenía 0,09 % de níquel.

Se calentaron cinco litros del filtrado en una caldera de acero inoxidable hasta la ebullición. Empezó a hervir a aproximadamente 100°C y se calentó para evaporar el agua y subir el punto de ebullición de la solución. Quedó un color verde claro hasta llegar a una temperatura de 160°C. En este punto, empezó a oscurecer ligeramente y a los 185°C se había transformado en una mezcla pastosa, tipo jarabe, de color pardo oscuro. Se observó una rápida producción de pequeñas burbujas a los 190°C y continuó la misma a un grado menor, hasta llegar a los 257°C. Se enfrió lentamente la solución caliente hasta 200°C y se añadió cuidadosamente agua al tiempo que se agitaba para facilitar la mezcla. Después de diluir, se filtró la mezcla a aproximadamente 80 a 90°C y se lavó perfectamente el residuo con agua. El precipitado negro recuperado se comprobó pesaba 26 g después de lavar y secar. Este precipitado se analizó como mezcla de óxidos metálicos, dando 25,0 % de níquel, 0,6 % de cobalto y 5,65 % de manganeso. Se trataron cinco gramos del óxido negro mezclado, con ácido nítrico, para disolver el níquel y el cobalto, de-

jando 0,620 g (12,4 % de precipitado negro) de MnO_2 .

5 Se electrolizó la solución de níquel nitrato-cobalto para producir una aleación de níquel-cobalto en el cátodo. Se halló que el filtrado contenía 0,53 g por litro de níquel. Se hizo el filtrado ligeramente amoniacal mediante adición de amoniaco y se trató con sulfuro de hidrógeno gaseoso para recuperar un precipitado negro de sulfuros de cobalto y de níquel mezclados, dejando solamente 0,001 g de níquel por litro de solución.

10 Se evaporó la solución para dejar un jarabe espeso en un punto de ebullición de aproximadamente $300^{\circ}C$. Se calentó el mismo hasta aproximadamente $750^{\circ}C$ para decomponer el nitrato de magnesio en óxido de magnesio y óxido de nitrógeno, que pudieron convertirse en ácido nítrico para reciclar.

15

EJEMPLO 6

Se tomaron 20 g de material de nódulo de manganeso (recogido del fondo del océano) contentivo de manganeso, níquel, cobalto, cobre, hierro y trazas de cromo, y se trituraron a menos de un grado de paso de malla Tyler 100 para su tratamiento. En lugar de procederse a la reducción gaseosa normal, se mezcló el material con agua y se redujo mediante adición de 3,5 ml de solución de hidrazina al 64 %. Se calentó la mezcla espontáneamente con efervescencia durante la reducción.

20

25 Cuando pareció que la reacción era completa, se añadió cuidadosamente el equivalente de 20 ml de HNO_3 (20 g de HNO_3 al 100 %) para dar un pH de aproximadamente 1,0. El volumen total de la suspensión fue de aproximadamente

30 50 ml. Se calentó y se hizo hervir a aproximadamente $110^{\circ}C$

50 ml de $Mg(NO_3)_2$ en solución con una gravedad específica de 1,292 se añadieron a dicha suspensión y se calentó la mezcla hasta que hirvió, lo que empezó a los 108°C. Se ajustó el pH a 1,0 mediante la adición de 7 ml concentrados de HNO_3 con considerable efervescencia. Se continuó la evaporación hasta que la temperatura de ebullición atmosférica alcanzó los 120°C, momento en el cual se inició en la mezcla la formación de espuma, indicando descomposición, lo cual continuó hasta alcanzarse una temperatura de 130°C. Se enfrió la mezcla, se diluyó, y se filtró para dar un residuo de 11,6 g después de secarse. El residuo dio en análisis aproximadamente 17 % Mn, 0,116 % Ni, 0,056 % Co, 0,068 % Cu, 12,2 % Fe, y 0,038% Cr. El color del filtrado era verda y se calentó a 160°C - 210°C, tiempo durante el cual se formó un precipitado. Se enfrió la mezcla, se diluyó con agua, se filtró y se lavó. El precipitado seco dio un peso de 5,8 g y el análisis fue de aproximadamente 2,25 % Ni, 0,140 % Co, 49 % Mn, 2,17 % Cu, y 0,004 % Fe, y 0,002 % Cr. Se calentó el filtrado para evaporar el agua y para elevar el punto de ebullición. A los 220°C, se produjeron humos contentivos de nitrógeno en fumaradas a partir de una suspensión viscosa negra. Se continuó la evaporación hasta que el punto de ebullición alcanzó los 250°C. Se enfrió la mezcla, se diluyó con agua hirviente, se filtró y se secó. El precipitado negro seco pesó 2,65 g y el análisis dio 5,0 % Ni, 0,86 % Co, 50 % Mn, 1,36 % Cu, y 0,01 % Fe. El Ni, el Co, el Cu y el Mn pudieron separarse del dióxido de manganeso por disolución en HNO_3 para dejar un MnO_2 con los elementos solubles separables químicamente o mediante

cambio de iones de disolvente, y se recuperaron los metales individuales en un estado relativamente puro por electrólisis.

EJEMPLO 7

5 Se tomaron 100 g de mineral oreado de sulfuro de níquel que contenía aproximadamente 1,75 % de Ni como óxido y sulfuro mezclados, y se molieron a menos de un grado de paso de malla Tyler 100, mezclándose con 100 ml de agua. Se añadió lentamente al mineral 70 % HNO_3 y se observó la
10 producción de humos oscuros que contenían nitrógeno. Se mantuvo el valor pH de la mezcla en aproximadamente 1,0 mediante la adición de más HNO_3 . Se hirvió la mezcla durante aproximadamente una hora a 102°C . Se requirió un total de 25 ml de HNO_3 70% para mantener el pH por debajo de 1,0. Se diluyó
15 la mezcla hasta un volumen de 200 ml mediante adición de agua y se calentó de nuevo a 101°C . Se filtró la mezcla y el residuo seco pesó 91,7 g. El filtrado era verde azulado oscuro y aparecía claro. Se lavó el residuo con agua muy caliente y se combinó con el filtrado y los productos de
20 lavado. Se ensayó una porción del filtrado en cuanto al sulfato mediante adición de nitrato de calcio y se calentó hasta la ebullición. La precipitación de cristales blancos en forma de aguja, de yeso, confirmó la presencia de sulfato. Se calentó el filtrado hasta la ebullición y se añadió el
25 equivalente de 5,0 g de CaO como nitrato cálcico para precipitar el sulfato cálcico al hervir. Los cristales blancos en forma de aguja, secos, pesaban 1,249 g, indicando que se había utilizado un exceso de nitrato cálcico. El filtrado verde tenía un volumen de 300 ml e hirvió a 103°C . Se añadieron
30 100 ml de una solución saturada de nitrato de mag-

nesio, con una gravedad específica de 1,376 a los 80°C y que presentaba cierta cristalización de $Mg(NO_3)_2 \cdot 8H_2O$ a la temperatura ambiente. La mezcla empezó a hervir a los 103°C. Cuando se hubieron evaporado los 400 ml originales hasta un volumen de aproximadamente 105 ml, hirvió a los 127°C. En este punto, la solución se hizo más oscura y empezó a producir pequeñas burbujas de HNO_3 para dar una espuma que continuó produciéndose hasta alcanzarse una temperatura de 160°C. Se había formado una suspensión de apariencia caqui. A los 170°C, se detuvo la formación de espuma y continuó la ebullición normal. El volumen fue de aproximadamente 70 ml. Se enfrió la mezcla a 140°C y se diluyó cuidadosamente vertiendo agua hirviendo por los lados del vaso de análisis, mientras se removía. Al diluir hasta 150 ml, la mezcla quedó en una suspensión de un precipitado de color anteaado en una solución verde. Se filtró a aproximadamente 80°C y se lavó el precipitado con agua. El precipitado seco pesó 5,3 g. Se disolvió una muestra en HNO_3 para dar un pequeño residuo incoloro y una solución amarilla clara, presentando en análisis el material soluble: 0,04 % Ni, 16,25 % Fe y 23,3 % Cr. El filtrado tenía un volumen de 333 ml, su color era verde claro y contenía aproximadamente 4 g de níquel, 4,5 g de manganeso por litro y nada de hierro, según mostró la absorción atómica. Se evaporó el filtrado hasta que el punto atmosférico de ebullición llegó a los 130°C, momento en el cual empezó el líquido verde oscuro a formar espuma y continuó haciéndolo, ensombreciéndose sólo ligeramente el color verde hasta que el volumen hubo descendido hasta aproximadamente 50 ml y el punto de ebullición en la atmósfera fue de 190°C. En este

punto, la solución se hizo oscura, apareciendo inicialmente un precipitado verde y aumentando el mismo según subía la temperatura. Se continuó el calentamiento hasta que el punto atmosférico de ebullición alcanzó los 255°C. Se enfrió, se diluyó con agua hirviente y se filtró para recuperarse un precipitado verde azulado a partir de un filtrado verde claro. El precipitado contenía 11,50 % Ni, 0,005 % Mn y 0,02 % Fe. Se evaporó el filtrado hasta una temperatura de ebullición de 274°C, momento en el cual se formó un precipitado gris oscuro. Se halló que el mismo contenía 24,8 % Ni, 0,30 % Mn y 0,04 % Fe. Sobre la base del contenido de 1,75 % de Ni contenido en el mineral y de 0,36 % Ni en 91,7 g del material de residuo, la extracción del níquel fue completa en un 81 %, sin reducción.

15

EJEMPLO 8

Se tomaron 100 g de nonahidrato de nitrato de aluminio, de grado reactivo $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ y se disolvieron en 100 ml de una solución de nitrato de magnesio de una gravedad específica de 1,292 (aproximadamente 50 % en peso de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Se calentó la solución clara y empezó a hervir a los 120°C. Se continuó el calentamiento con evaporación de agua. La solución quedó clara e incolora, hirviendo normalmente hasta llegar a una temperatura de 150°C. A los 153°C se produjo algo de espuma y un efecto de piel o costra sobre la superficie. Aumentó la formación de espuma y se formaron cristales incoloros sobre la superficie a los 157°C. A los 163°C, se formaron en la solución cristales blancos. A los 168°C, los cristales ocupaban la mayor parte del volumen con el hexahidrato de nitrato de magnesio como líquido intersticial. Aparecieron

30

algunos humos de NO_2 , mientras la temperatura era baja, desprendiéndose humos de ácido nítrico. Se dejó subir la temperatura a 240°C . Se enfrió la masa blanca hasta 140°C y se mezcló con 100 ml de agua hirviente, dejándose enfriar.

5 Se filtró y se lavó para dar un residuo cristalino blanco y se secó a 105°C . El producto varió de cristales relativamente gruesos a casi un residuo amorfo de un compuesto de aluminio. El peso en seco fue de 17,5 g. 100 g de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ descompuesto en Al_2O_3 pesaría 13,59 g, por lo que el producto contenía una pequeña cantidad de $\text{MgNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, algunos compuestos de aluminio no descompuestos, o estaba ligeramente hidratado.

10

EJEMPLO 9

Se tomaron 100 gramos de caolín (arcilla) que se suspendieron en 300 ml de una solución de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ de una gravedad específica de 2,292 y se añadieron 50 ml de HNO_3 concentrado. Se calentó la mezcla hasta la ebullición a los 110°C y se continuó evaporando la solución hasta que el punto de ebullición alcanzó los 150°C . Se enfrió a aproximadamente 130°C y se añadieron 100 ml de agua hirviente.

15

20 Se inició la filtración a los 100°C para obtenerse un filtrado claro de color amarillo pálido. El residuo seco pesó 96 g. Se evaporó el filtrado hasta que el punto de ebullición llegó a los 220°C . Se enfrió a 140°C , se añadieron 100 ml de agua hirviente y se filtró a aproximadamente 100°C para producir un residuo blanco ligeramente anteaado, que pesaba 3,0 g.

25

Se tomaron 50 g del residuo seco del mencionado caolín y se mezclaron con 2 g de espato flúor en polvo, 205 ml de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ en solución y 45 ml de ácido nítrico

30

concentrado. Se calentó la mezcla durante 2 1/2 horas a 115°C en un recipiente de acero inoxidable, pasándose después a un recipiente de vidrio y calentándose fuertemente hasta la temperatura de ebullición de 145°C. Tuvo
5 lugar una reacción considerable con producción de espuma, dentro de los límites de 127 a 134°C. Se enfrió a 130°C y se diluyó con 100 ml de agua hirviente. Se filtró para dar un filtrado amarillo pronunciado. El residuo seco pesó 45,5 g. Se evaporó el filtrado hasta que el punto de ebullición llegó a los 210°C. Se produjo un precipitado blanco que se enfrió a 140°C y se diluyó después con 200 ml de agua hirviente. Se filtró y se secó el precipitado que pesó 6,5 g después de seco y presentaba un color blanco.
10

EJEMPLO 10

15 Se disolvieron cinco gramos de carbonato de cobre en una mezcla de 30 ml de H₂O y 10 ml de ácido nítrico . Se hirvió la solución para dar un residuo de CO₂ y se añadieron 40 ml de solución saturada de Mg(NO₃)₂. Se evaporó la mezcla hasta un volumen total de aproximadamente
20 70 ml, que hirvió a 115°C. Su aspecto fue claro, y su color azul pronunciado. Se continuó el calentamiento hasta que el punto de ebullición llegó a ser de 158° C, momento en el cual la solución azul empezó a hacerse opaca y a formar espuma, produciéndose vapores incoloros de ácido nítrico.
25 Entre los 178 y los 180°C se formó un precipitado azul verdoso oscuro. La reacción pareció haberse completado a los 100°C. Se dejó que la temperatura subiera a 200°C y después se enfrió hasta aproximadamente los 140°C y se diluyó con 45 ml de agua hirviente. Se filtró una suspensión de partículas azules de un compuesto de cobre, y se secó. El
30

filtrado era azul, lo que indicaba que la precipitación fue incompleta, quedando en solución algo de cobre.

EJEMPLO 11

5 Se disolvió un gramo de polvo metálico de hierro en ácido nítrico y agua para hacer 20 ml de una solución de nitrato férrico. Se añadieron 40 ml de una solución saturada de $Mg(NO_3)_2$. Se calentó la mezcla para evaporar el agua y elevar el punto atmosférico de ebullición. A los 135°C la solución amarilla clara se volvió oscura, desprendiendo un gas incoloro. Se aumentó la precipitación con más producción de gas, hasta llegar la temperatura a 150 a 155°C, punto en el cual volvió la ebullición normal. Se enfrió la solución, se diluyó y se filtró. El precipitado era un compuesto de hierro rojo anaranjado y tan finamente dividido que resultó difícil retenerlo sobre el papel filtro. El precipitado secado al aire dio un peso de 1,5006 g.

EJEMPLO 12

20 Se disolvieron 4,953 g de Ni puro $(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (contentivo de 1 g de Ni) en un volumen total de 75 ml de solución de nitrato de magnesio, calentando después hasta la ebullición. La solución permaneció de un color verde claro hasta llegarse a un punto de ebullición de 155°C, momento en el cual se desprendió algo de ácido nítrico y la solución se hizo más oscura, empezando a formarse un precipitado de color verde claro a los 215°C. Se calentó la solución hasta 230°C para dar 1,4491 g de un precipitado compuesto de níquel, de color verde claro, después de enfriar, diluir, filtrar y secar.

EJEMPLO 13

30 Se disolvieron 4,938 g de hexahidrato de nitrato de

cobalto de grado reactivo, contentivo de 1,00 g de cobalto, en 75 ml de nitrato de magnesio, con una gravedad específica de 1,292 (aproximadamente 50 % en peso de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$). La solución color de rosa claro hirvió a 140°C, sin otra variación que la de oscurecerse hasta tomar un color púrpura. No hubo otro cambio hasta llegar a una temperatura de 210°C. Por encima de este punto, se produjo un gas ácido y se formó un precipitado negro de un compuesto de cobalto. Se enfrió el mismo, se diluyó, se filtró y se secó, para recuperar 1,584 g de polvo negro.

EJEMPLO 14

Se tomaron 22 g de calcocita de alto grado (principalmente Cu_2S), y se molieron hasta un tamaño de paso de malla Tyler de 100, mezclándose con 50 ml de agua. La adición de 50 ml de ácido nítrico concentrado hizo que la mayor parte del material negro entrara en solución, con producción de algunos humos oscuros de NO_2 . El pH fue de 0,0 según indicaba el papel de pH. Después de calentar para dejar hervir lentamente durante una hora, se filtró y separó un residuo granular poroso. Se trató el mismo con 10 ml de ácido nítrico concentrado en 50 ml de agua y se hirvió hasta aproximadamente un volumen de 10 ml, momento en el cual se recogió el residuo en glóbulos de azufre fundido. Se enfrió la solución y se filtraron y separaron los glóbulos de azufre. Se combinó el filtrado con el primer filtrado y se añadieron 50 ml de una solución de nitrato cálcico contentiva de 5 g de CaO y 10 g de ácido nítrico, al sulfato precipitado formado durante la oxidación del sulfuro de cobre por ácido nítrico. Se calentó la solución hasta la ebullición, y se filtró

y separó un precipitado blanco de Ca SO_4 . Se añadieron 50 ml de solución de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ de una gravedad específica de 1,296 y se calentó la solución hasta la ebullición y se evaporó. Empezó a formarse un precipitado pardo rojizo a los 185°C, que se había hecho muy voluminoso a los 205°C. Se enfrió la mezcla hasta aproximadamente 140°C, se diluyó con agua hirviente hasta un volumen de aproximadamente 150 ml y se filtró a una temperatura de entre 80 y 100°C. El certificado pardo rojizo se secó, produciendo una torta blanda de masa en polvo, que pesaba 9,33 g. Se trató un gramo de este material con hidróxido de amoníaco concentrado para disolver óxido de cobre, que entró en solución sólo lentamente para dar una solución azul oscura. Se evaporó el amoníaco y se disolvió el residuo en 5 ml de ácido nítrico, para dar una solución verde clara. Al añadirle amoníaco, se formó una solución azul oscura de amina de cobre y un residuo pardo rojizo de hidróxido férrico, que se filtró y separó. Se halló que éste pesaba 0,1020 g, indicando que el precipitado original de 9,23 g era solamente de 89,80 % de óxido de cobre, siendo el resto óxido férrico, que se manifestó por su color pardo rojizo. Se sospechó que el filtrado azul procedente de la primera descomposición contenía sulfato extra. Se añadieron 10 ml de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ contentivos de un gramo de CaO disuelto en ácido nítrico y se calentó la solución hasta aproximadamente 110°C para obtener un precipitado de agujas blancas, característico de Ca SO_4 . Se filtró y separó. Se calentó el filtrado hasta 210°C, empezando en este punto a formarse un precipitado verde. Se continuó el calentamiento hasta 230°C, se enfrió, se diluyó con agua hirviente y se filtró a 80-100°C. El preci-

pitado cristalino verde claro se manifestó como una torta blanda al secar, pesando 12,38 g. Se lixivió un gramo de este material con amoniaco concentrado, dando un residuo gris azulado claro de un peso de 0,2970 g, lo que indicaba que solamente un 70,30 % del precipitado era óxido de cobre libre, siendo el resto posiblemente un complejo de sulfatos de magnesio o calcio de composición desconocida. Se comprobó el filtrado de este producto en cuanto al contenido de sulfato, mediante adición de más nitrato cálcico, con resultados negativos. El nitrato de plata añadido como prueba en cuanto al cloruro dio solamente una nubosidad blanca pero no precipitación de Ag Cl. Al calentarse nuevamente el filtrado hasta 230°C, se produjeron 5,20 g más de precipitado verde azulado claro de un compuesto de cobre. 22 g de Cu_2S si la calcocita hubiera sido pura, hubiesen equivalido a 27,5 g de CuO . El material recuperado, suponiendo que el cobre soluble en amoniaco era CuO , ascendió a 21,12 gramos.

EJEMPLO 15

Se tomó un concentrado de oro pirítico, que contenía aproximadamente 6 onzas (170,10 g) de oro y 16 onzas (453,60 g) de plata por tonelada, con aproximadamente 4 % de plomo, 2 % de zinc y 4 % de cobre, y se tostó a 1500 a 1800°F (815,55 - 982,22°C) para eliminar algo del azufre. Se lixivió el resultado de la calcinación con ácido nítrico para limpiar las superficies del oro antes de la cianidación. Se calentaron 100 g del producto calcinado hasta la ebullición en una solución de 50 ml de H_2O 37 ml de 70 % HNO_3 (sp.g. = 1,42) para producir una solución de lixiviación verde azulada que contenía hierro. Se filtró

el residuo, se lavó y se extrajo el oro con cianuro sódico. Se calentó el filtrado contentivo de la solución de nitrato de los metales solubles para recuperar los óxidos metálicos y destilar el ácido nítrico utilizado en la lixiviación. El
5 filtrado y la solución del lavado tenían un volumen de 750 ml. Se añadieron 300 ml de nitrato de magnesio, con una gravedad específica de 1,2 y se calentó la solución hasta la ebullición y la evaporación del agua. Cuando se redujo el volumen a 300 ml, el punto de ebullición era de 108°C. Se
10 empezó a formar un precipitado pardo, que aumentó con la elevación de la temperatura, con una mayor evaporación, hasta los 133°C. Se enfrió la mezcla, se diluyó con aproximadamente 200 ml de agua hirviente y se filtró. Se recogió un precipitado oscuro, parte del cual pasó por el filtro y fue re-
15 filtrado después de sedimentar. El filtrado era de color azul y su volumen era de 300 ml. Se calentó hasta hervir a los 110°C. La adición de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ no produjo precipitado, lo que indicaba que había poco sulfato presente, o nada. La solución azul clara hirvió normalmente a los 135°C cuando
20 se inició una considerable formación de espuma. Empezó la solución a oscurecerse a los 145°C y empezó a formarse un precipitado a los 160°C. A los 170°C había evidentemente algo del material en suspensión. Se enfrió la mezcla, se diluyó y se filtró para dar un precipitado de color pardo,
25 que dio un peso de 0,16 g después de seco, a partir de un filtrado azul claro. El precipitado era evidentemente óxido de hierro acuoso que había sido disuelto pero no descompuesto hasta que se alcanzó la temperatura de 145°C. Al volver a calentarse el filtrado, se produjo una considerable canti-
30 dad de espuma. La solución permaneció clara, de color azul

oscuro, hasta que la temperatura llegó a los 183°C, momento en el cual empezó a formarse un precipitado de color azul claro. El precipitado aumentó de volumen hasta que la temperatura llegó a los 200°C, momento en el cual empezó a oscurecerse, indicando que precipitaba un material diferente. Se continuó calentando hasta los 260°C. En este punto, el precipitado se componía de dos partes: una materia densa gris en el fondo del vaso de ensayo, y una materia floculenta verdosa dispersada por el líquido a 80/100°C. El residuo parecía estar hecho de una mezcla de las materias verde y gris. El peso total del material seco fue de 4,50 g. Se lixivió un gramo de la materia seca con amoníaco concentrado para disolver aproximadamente la mitad de la misma, dando una amina de cobre de color azul oscuro. El residuo gris procedente de un gramo dio como peso 0,4180 g, lo que indicaba que el 58,20 % del precipitado era óxido de cobre. La materia gris era probablemente óxido de plomo descolorido por el precipitado metálico de plata negro.

EJEMPLO 16

Se tomaron 25,4 g de nitrato de plata, AgNO_3 , disueltos en 100 ml de solución $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$, de una gravedad específica de 1,288 a los 27°C. Se calentó para poner en solución el AgNO_3 . Empezó a hervir la mezcla a los 110°C, en un volumen de aproximadamente 120 ml. Se continuó hirviendo hasta los 185°C, momento en el cual se observó un ligero olor a ácido nítrico. En este punto, el volumen de la solución se había reducido por evaporación del agua disolvente a aproximadamente 50 ml. Cuando el punto de ebullición hubo alcanzado los 210°C se produjeron suficientes humos de HNO_3 para dar al papel de pH húmedo el color correspondiente

a pH 1,0. Unas pequeñas burbujas produjeron una espuma blanca en la parte superior de la solución. El volumen fue de aproximadamente 40 ml. Se continuó hirviendo con formación de espuma y de lo que pareció ser un precipitado blanco en solución, hasta alcanzarse una temperatura de 2,68°C. En este punto, el volumen era de aproximadamente 28 ml. Seguían produciéndose humos de ácido nítrico, al parecer en un grado más lento. Se detuvo la ebullición, se enfrió a aproximadamente 180°C y se añadió cuidadosamente agua hirviente por los lados del vaso de ensayo para diluir la mezcla. La solución presentó un volumen de aproximadamente 100 ml cuando el material blanco en suspensión dio lugar a un precipitado negro que apareció de pronto en ulterior dilución. Se diluyó hasta 150 ml, se filtró, se lavó el precipitado negro y se secó. El peso del polvo negro producido fue de 2,050 g. Aparentemente, no se había descompuesto todo el nitrato de plata, incluso a los 268°C. Confirmado mediante adición de KCl a unas cuantas gotas del filtrado para obtener ppt. blanco cuajado, característico de Ag Cl.

EJEMPLO 17

Se tomaron aproximadamente 200 ml de solución de nitrato de magnesio en la que habían precipitado hierro-níquel, cobalto y manganeso a temperaturas de hasta 255°C y se evaporó hasta la desecación en un plato de evaporación. Se sometió el residuo a un calor de 400°C dentro de un horno, produciéndose copiosos humos oscuros de dióxido de nitrógeno. El material calcinado fue un residuo blanco, poroso, friable. Una muestra enviada a un laboratorio de espectrografía, de confianza, dio el siguiente análisis espectrográfico semi-

cuantitativo:

Mg - constituyente principal, Si 0,012 %, Al -
 0,0021 %, Ca 0,035 %, Ni - 0,0024 %, Cu - 0,00014 %, Fe - 0,0027 %, Pb - 0,020 %.

5 En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para recuperar compuestos metálicos de un material contentivo de dichos metales, procedimiento que comprende:

10 a) lixiviar dicho material en una solución acuosa de ácido nítrico, a la presión atmosférica, para disolver dichos metales,

b) añadir una sal inorgánica a dicha solución,

15 c) calentar dicha solución para aumentar la concentración de la citada sal en la misma mediante evaporación del agua y, por lo tanto, elevar sucesivamente el punto atmosférico de ebullición de dicha solución hasta que se produce un gas contentivo de nitrógeno, procedente de dicha solución y se permite que los citados compuestos metálicos precipiten selectiva y sucesivamente de dicha solución, durante cada elevación sucesiva de temperatura de la solución mencionada, y

20 d) filtrar la citada solución después de cada elevación sucesiva de temperatura para recuperar el compuesto metálico o la mezcla de compuestos metálicos precipitados después de cada elevación sucesiva de temperatura.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1 en el que dicha sal inorgánica es un nitrato o una mezcla de nitratos.

30

3. Un procedimiento según la reivindicación 1 en el que dicha sal inorgánica es nitrato de magnesio.

4. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha sal inorgánica es nitrato de bario o nitrato de calcio.

5 5. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho material contentivo de metal es un mineral metálico y dicho metal es cualquiera del grupo constituido por níquel, manganeso, cobalto, cobre, hierro, o sus mezclas.

10 6. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que el citado material contentivo de metal es un mineral metálico y el referido metal es cualquiera de los que constituyen el grupo compuesto por: plomo, plata, cobre, oro, o sus mezclas.

15 7. Un procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho material contentivo de metal es mineral metálico y el citado metal es aluminio.

20 8. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha sal inorgánica se añade a la citada solución para elevar el punto de ebullición de la misma a aproximadamente 155°C, calentándose dicha solución a una temperatura de entre aproximadamente 140 y aproximadamente 155°C para producir el desprendimiento de un gas contentivo de nitrógeno y hacer que todo el hierro que se encuentre presente en dicho mineral precipite desde la indicada solución como compuesto de hierro; y, opcionalmente, se calienta la citada solución para elevar el punto de ebullición de dicha solución a aproximadamente 260°F (126,66°C), calentándose, hasta los límites de entre aproximadamente 250°C y 260°F (126,66°C) para producir un gas contentivo de nitrógeno y hacer que precipite todo el níquel, manganeso, cobalto o cobre, que se en-

25

30

cuentren presentes en dicho mineral, a partir de dicha co-
lución como compuesto de manganeso, cobalto, cobre o sus
mezclas.

5 9. Un procedimiento según la reivindicación 8,
en el que la citada sal inorgánica es un nitrato o una mez-
cla de nitratos.

10. Un procedimiento según la reivindicación 8,
en el que la citada sal inorgánica es nitrato de magnesio.

10 11. Un procedimiento según la reivindicación 10,
en el que dicha sal inorgánica es una mezcla de nitrato de
magnesio y de nitrato de bario o nitrato de calcio.

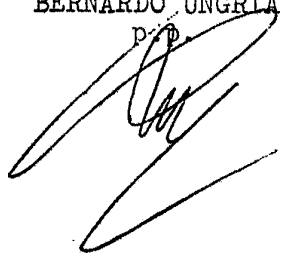
12. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solici-
ta: UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR COMPUESTOS METALICOS.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente Memoria descriptiva que consta de treinta y
tres páginas mecanografiadas.

Madrid, 26 de Julio de 1976

BERNARDO UNGRIA

D. P.



20

25

30