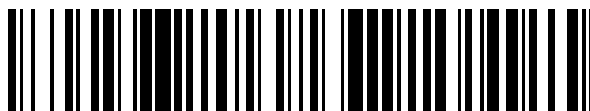


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 718**

51 Int. Cl.:

C22B 3/00 (2006.01)

B01D 17/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.08.2012 PCT/US2012/053274**

87 Fecha y número de publicación internacional: **14.03.2013 WO13036440**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.08.2012 E 12756899 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.03.2018 EP 2753720**

54 Título: **Procesos para recuperar disolvente orgánico extractante de emulsiones estabilizadas en sólido formadas en circuitos de extracción de disolventes hidrometalúrgicos**

30 Prioridad:

05.09.2011 US 201161531074 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

25.06.2018

73 Titular/es:

**CYTEC TECHNOLOGY CORP. (100.0%)
300 Delaware Avenue
Wilmington, DE 19801, US**

72 Inventor/es:

**SODERSTROM, MATTHEW, D. y
SEXTON, CHRISTOPHER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 673 718 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procesos para recuperar disolvente orgánico extractante de emulsiones estabilizadas en sólido formadas en circuitos de extracción de disolventes hidrometalúrgicos

5

Antecedentes de la invención**1. Campo de la invención**

La presente invención se refiere a procesos mejorados para potenciar la separación de sólidos/líquidos de emulsiones estabilizadas en sólido formadas en circuitos de extracción de disolventes hidrometalúrgicos. Más específicamente, la presente invención se refiere al uso de agentes de agregación poliméricos hidrosolubles o hinchables en agua para recuperar disolvente orgánico extractante de emulsiones estabilizadas en sólido formadas en los circuitos de extracción de disolventes hidrometalúrgicos.

15

2. Antecedentes técnicos y descripción de la técnica relacionada

La tecnología de extracción de líquido-líquido se emplea habitualmente para recuperar y concentrar metales de valor de destilados de lixiviación acuosos que se han usado para disolver dichos metales de valor de sus minerales. En dicho procedimiento, un destilado de lixiviación acuoso que contiene metales de valor en forma iónica se mezcla minuciosamente en un dispositivo de mezcla o columna de extracción con un disolvente orgánico que contiene un agente de intercambio iónico o de formación de complejos metálicos. En mezcla con el destilado de lixiviación acuoso que contiene iones metálicos, el medio de disolvente orgánico disuelve de forma selectiva o preferente y extrae de ese modo los metales de valor del destilado de lixiviación acuoso. Después de que se haya producido la extracción con disolvente orgánico de los metales de valor al grado deseado, la mezcla o dispersión orgánica/acuosa se suministra de un tanque de sedimentación o a la región de sedimentación de un sedimentador-mezclador en el que el extracto de disolvente orgánico cargado de metal se separa por gravedad de la solución acuosa reducida en metales. Los metales de valor pueden recuperarse posteriormente del extracto de disolvente orgánico cargado de metales por, por ejemplo, procedimientos de electroextracción convencional.

20

En el documento WO 2002/013939 A1, se divulga un proceso y un aparato para la retirada de borras de la superficie de contacto entre las capas acuosa y orgánica en la sección de sedimentación (19) en que se ubica al menos un taladro giratorio (28) en o cerca de la superficie de contacto para retirar las borras de forma continua o intermitente de la superficie de contacto. Las borras que se retiran por los métodos y el equipo de la invención entonces pueden procesarse de maneras convencionales, tales como el uso de una centrifuga, por tratamiento con producto orgánico limpio, mediante el uso de agentes químicos, mediante el uso de una prensa de filtros, etc.

25

En el documento WO 2010/032212 A1, se divulga un tratamiento de una corriente hidrometalúrgica, que incluye las etapas de:

30

- a) añadir una arcilla particulada absorbente a la corriente para coagular las partículas ultrafinas en la corriente;
- b) añadir un auxiliar de sedimentación; y
- c) separar las partículas ultrafinas coaguladas con la arcilla de la corriente.

La corriente puede ser una solución preñada de lixiviación (PLS) de un proceso de lixiviación. La corriente aclarada puede someterse a un proceso de recuperación o purificación de metales tal como extracción con disolvente (SX).

35

Cuando dicho proceso de extracción se realiza de una manera continua, es habitual tener una tercera fase de capa líquida de impurezas entre las fases orgánica y acuosa, es decir, en la superficie de contacto de la fase orgánica/acuosa en el tanque o región de sedimentación. Dicha capa de impurezas de la tercera fase se menciona coloquialmente como "grumos" o "borras" en la industria hidrometalúrgica. La capa de "borras" consiste principalmente en el disolvente de extracción orgánica que contiene cantidades más pequeñas de líquido acuoso y material particulado sin disolver. Dicha capa de "borras" de la tercera fase que se forma en el tanque o región de sedimentación es realmente una dispersión, por ejemplo, una emulsión o suspensión, de la materia acuosa y particulada en una matriz orgánica o fase continua.

40

50

55

Durante las operaciones de extracción de líquido-líquido continuas, la capa de impurezas de la tercera fase a menudo se acumula en la superficie de contacto de la fase orgánica/acuosa. Estas "borras" o "emulsión estabilizada en sólido" también puede recogerse en otras regiones del dispositivo de separación además de la superficie de contacto oleosa-acuosa. La acumulación es tal que, en operaciones convencionales de extracción, el propio tanque de sedimentación debe cerrarse, vaciarse y enjuagarse de vez en cuando para evitar que la acumulación de la capa de impurezas finalmente impida la eficacia del procedimiento de extracción. Las borras impiden la separación completa de disolvente orgánico-fase acuosa en cualquier parte en el proceso SX. El cerrado del tanque de sedimentación o sedimentador-mezclador en el proceso de extracción es, por supuesto, económicamente

60

desfavorable. Por tanto, la formación de borras es un problema persistente habitual a todas las operaciones de extracción con disolvente y se considera uno de los problemas principales y una de las demandas más comunes.

5 Como las borras son disolvente orgánico al menos aproximadamente a un 50%, es económicamente importante recuperar la mayoría, si no toda, la fase orgánica introducida. Debido a la naturaleza del problema y el coste del reactivo orgánico, se han desarrollado diversos sistemas, procesos y/o equipos para la retirada o prevención de borras como se detalla por al menos las siguientes patentes: US 4126551; US 4190633; US 4207302; US 4290882; US 4759913; US 5024821; US 5334317; US 5334317; US 5758255; US 5772730; US 5997732; US 6261341; US 6419619; US 6500232; US 7338608; US 7381332 y US 7780854. Sin embargo, pocas de estas soluciones
10 realmente se ponen en práctica en el campo ya que la mayoría son muy laboriosas, es decir, implican la retirada física de las borras por un operario, implican largos tiempos de procesamiento y/o requieren modificaciones de las plantas o equipos costosos. El medio químico de prevención de la formación de borras tampoco ha sido ampliamente satisfactorio. Dichos medios típicamente implican el uso de cantidades sustanciales de agente químicos para tratar la corriente de alimentación completa. Los agentes químicos entonces pueden tener efectos negativos sobre el proceso posterior (rendimiento de extracción con disolvente) o simplemente ser poco económicos/ineficaces.

Por consiguiente, los procesos para potenciar la separación de sólidos/líquidos dentro de los sistemas de extracción de disolventes hidrometalúrgicos requieren mejoras adicionales. Los procesos que dan lugar a un procesamiento mejorado de las borras aumentando la recuperación del reactivo orgánico y/o reduciendo el tiempo de procesamiento de las borras, reduciendo de ese modo de forma eficaz los costes de extracción de dichos metales, sería un avance útil en la técnica y podría encontrar una rápida aceptación en la industria de minería metalúrgica.

Sumario de la invención

25 El descubrimiento detallado en este documento proporciona métodos mejorados para procesar las borras aumentando la recuperación del reactivo orgánico y/o reduciendo el tiempo de procesamiento de las borras, reduciendo de ese modo de forma eficaz los costes de extracción para los metales y manteniendo las tasas de producción. Los métodos mejorados generalmente incluyen una separación orgánica principal que implica descomponer químicamente o desestabilizar la emulsión orgánica/acuosa que contiene sólidos particulados finos, permitiendo de ese modo una rápida separación de la capa orgánica de la acuosa y los sólidos. Los métodos mejorados para procesar las borras también pueden incluir (según se desee o sea necesario), una etapa de separación secundaria que implica procesar adicionalmente la capa de lodo orgánica y/o la capa acuosa/sólidos después de la separación orgánica primaria con equipo convencional de procesamiento tal como centrifugas y/o
30 prensas de filtros, haciendo de ese modo posible conseguir recuperaciones aumentadas de reactivo orgánico y devolver lo más rápidamente y de forma más eficaz al proceso hidrometalúrgico. Por consiguiente, las ventajas significativas de los procesos de la presente invención recaen en su simplicidad de realización y funcionamiento, y en sus bajos costes de funcionamiento.

40 La presente invención, por lo tanto, proporciona un proceso para recuperar un disolvente orgánico extractante de acuerdo con la reivindicación 1.

En otro aspecto, la presente invención proporciona composiciones de extracción con disolvente hidrometalúrgico que incluyen una emulsión estabilizada en sólido (por ejemplo, borras interfaciales) y un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua como se define en la reivindicación 1.

En otro aspecto más, la invención proporciona procesos mejorados en procesos de extracción de disolvente hidrometalúrgico, en los que los metales de valor se recuperan por: a) contacto de un sustrato que alberga metal con un ácido mineral acuoso o solución de amoníaco para producir un destilado de lixiviación acuoso que contiene metales; b) mezcla del destilado de lixiviación acuoso que contiene metales con un disolvente orgánico que contiene un reactivo extractante de metales, por el que al menos una fracción del metal se extrae del destilado acuoso al disolvente orgánico, y en el que se forma una tercera fase de capa en emulsión de impurezas en la superficie de contacto acuosa/orgánica debido a una separación incompleta de las fases orgánica y acuosa; c) separación de la extracción con disolvente orgánico que contiene metales con una solución de separación acuosa, incluyendo la
55 mejora:

i) recuperar el disolvente orgánico de la emulsión estabilizada en sólido formada en la superficie de contacto acuosa/orgánica entremezclando un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua con la emulsión estabilizada en sólido, separando de ese modo la capa de emulsión de la tercera fase en sus componentes orgánicos, acuosos y sólidos, y

(ii) devolver la fase de disolvente orgánico separada al proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico.

Estos y otros objetivos, características y ventajas de esta invención llegarán a ser evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de los diversos aspectos de la invención recogida junto con los ejemplos adjuntos.

Descripción de determinadas realizaciones de la invención

Como se resumen anteriormente, la presente invención se refiere al descubrimiento de procesos químicos y/o físicos mejorados para potenciar la separación de sólidos/líquidos de emulsiones estabilizadas en sólido formadas dentro de circuitos de extracción de disolvente hidrometalúrgico (SX). Como se describe más completamente a continuación, los autores de la invención han descubierto que los agentes de agregación poliméricos hidrosolubles o hinchables en agua son sorprendentemente útiles para recuperar disolvente orgánico extractante que contiene reactivos de extracción de metales de emulsiones estabilizadas en sólido formadas en dichos circuitos SX. Dicho uso da lugar a un tiempo de procesamiento reducido de las borras y una recuperación mejorada de la fase de extractante orgánico y el ligando que contiene. Finalmente, el tiempo de procesamiento reducido de las borras equivale a una productividad de planta SX aumentada y costes operativos disminuidos.

La mejora del procesamiento de las borras de la presente invención puede utilizarse en diversos procesos hidrometalúrgicos en los que se forma una tercera fase o capa de borras interfaciales en la superficie de contacto orgánica/acuosa en una extracción con disolvente de líquido-líquido de metales de valor de destilados de lixiviación acuosos. Dicha superficie de contacto típicamente se produce en el tanque de sedimentación, aunque pueden producirse o encontrarse emulsiones estabilizadas en sólido en todo el circuito SX. Los destilados de lixiviación acuosos empleados en dichos procesos son soluciones de lixiviación convencionales conocidas para los expertos en la materia y que sirven para disolver metales de valor de minerales, concentrados de mineral, residuos de minería, chatarra, etc. Dichas soluciones de lixiviación pueden incluir, por ejemplo, soluciones ácidas o de amoníaco.

Los destilados preñados de lixiviación resultantes que contienen metales de valor disueltos en forma iónica se ponen en contacto de forma íntima con un medio de disolvente orgánico extractante que contiene un reactivo de extracción de metales en un dispositivo de mezcla o columna, por lo que los metales de valor se extraen del destilado de lixiviación por el disolvente orgánico extractante que contiene reactivo de extracción de metales. El disolvente orgánico extractante puede ser cualquier disolvente orgánico móvil o mezcla de disolventes, que sea inmisible en agua y sea inerte en las condiciones de extracción para los demás materiales presentes, en combinación con cualquier reactivo de extracción de metales adecuado, que reaccione con iones metálicos en el destilado de lixiviación para formar especies que contienen metales que sean relativamente más solubles en la fase de disolvente orgánico extractante que en el destilado de lixiviación acuoso. Los disolventes orgánicos adecuados para su uso con la presente invención incluyen, por ejemplo, disolventes de hidrocarburo que tienen un bajo contenido de aromáticos (por ejemplo, menos de un 30%; menos de un 23%; menos de un 5%; o menos de un 1%).

Los reactivos de extracción de metales adecuados son bien conocidos para los expertos en la materia y normalmente incluyen, por ejemplo, uno o más de ortohidroxiarilaloxima y/u ortohidroxiarilcetoxima. En determinadas realizaciones, puede usarse 5-(alquil C₈-C₁₄)-2-hidroxibenzaloximas y/o 5-(alquil C₈-C₁₄)-2-hidroxiacetofenona oximas como el reactivo de extracción de metales. Preferiblemente, dichos reactivos orgánicos serán aquellos que reaccionen selectiva o preferentemente con una especie particular de ion metálico de modo que los destilados de lixiviación que contienen varias especies metálicas puedan tratarse para separar el metal deseado (metal diana) de las mismas. Los expertos en la materia reconocerán y apreciarán los reactivos orgánicos a usar para que reaccione selectiva o preferentemente con el ion de metal diana y la técnica anterior está repleta de ejemplos de circuitos de extracción de disolvente y procesos para la recuperación de diversos metales de valor. Por consiguiente, los reactivos de extracción de metales también pueden incluir otros aditivos tales como, aunque sin limitación, modificadores de equilibrio y/o selectividad, y agentes antidegradación. Dichos aditivos se han tratado bien en la industria y son conocidos, por los tanto, para los expertos en la materia.

En el recipiente de mezcla o columna de extracción, el destilado de lixiviación acuoso y el medio de disolvente orgánico extractante se ponen en contacto de forma íntima entre sí mediante, por ejemplo, un dispositivo de agitación, que sirve para formar una dispersión que comprende una fase acuosa, que es rica en metales de valor disueltos y una fase de extractante orgánico, que está escasa de especies disueltas que contienen los metales de valor a recuperar. Como resultado de la formación de esa dispersión, las especies que contienen metales se transfieren de la fase acuosa a la orgánica. Después de que se haya completado la operación de extracción de líquido-líquido en el recipiente de mezcla o columna de extracción, la dispersión resultante de disolvente acuoso-orgánico se transfiere a un tanque de sedimentación o a la región de sedimentación del sedimentador-mezclador.

En el tanque o región de sedimentación, la dispersión de disolvente acuoso/orgánico se separa por gravedad en una capa de extractante orgánico y una capa acuosa. Es durante dichas operaciones de sedimentación por gravedad que se forma una tercera fase de capa de impurezas, o borras. La tercera fase generalmente está entre la fase de disolvente orgánico extractante superpuesta y la fase acuosa subyacente.

Por consiguiente, como se usa en este documento, el término "borras" se refiere al lodo interfacial, que es una emulsión estabilizada en sólido de capas acuosas y orgánicas. Puede variar de una consistencia de tipo gelatina espesa a un sólido. "Borras" también puede mencionarse indistintamente como "impureza de la tercera fase", "dispersión", "emulsión estabilizada en sólido" o "suspensión emulsionada" que incluye cantidades pequeñas o mínimas de solución acuosa y materia particulada sin disolver en una cantidad importante de disolvente de

extracción orgánico. Generalmente, la fase de "borras" comprende de aproximadamente 80 partes a 96 partes en peso del disolvente orgánico extractante, de aproximadamente 2 partes a 20 partes en peso del destilado de lixiviación acuoso y de aproximadamente 2 partes a 10 partes en peso de material particulado sin disolver presente como residuo silíceo del mineral u otro material sólido que proporcione la fuente de metales de valor en el proceso SX. La fracción particulada de las "borras" generalmente también contiene el producto de reacción del destilado de lixiviación sobre la roca original, por ejemplo, yeso, piedra caliza, mica, caolín, jarosita, cuarzo α , etc., y puede contener también materia biológica descompuesta. A menudo las "borras" comprenderán de aproximadamente 90 partes a 95 partes en peso de fase orgánica, de aproximadamente 5 partes a 10 partes en peso de compuestos acuosos y de aproximadamente 2 partes a 4 partes en peso de compuestos particulados.

En un aspecto, la invención es una mejora en un proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico en el que los metales de valor se recuperan por: a) contacto de un sustrato que alberga metales con un ácido mineral acuoso o solución de amoníaco para producir un destilado de lixiviación acuoso que contiene metales; b) mezcla del destilado de lixiviación acuoso que contiene metales con un disolvente orgánico que contiene un reactivo extractante de metales, por lo que al menos una fracción del metal se extrae del destilado acuoso en el disolvente orgánico, y en el que se forma una capa de emulsión estabilizada en sólido de impurezas en la superficie de contacto acuosa/orgánica debido a una separación incompleta de las fases orgánica y acuosa; y c) separación de la extracción de disolvente orgánico que contiene metales con una solución de separación acuosa, incluyendo la mejora:

i) recuperar el disolvente orgánico de la capa de emulsión estabilizada en sólido formada en la superficie de contacto acuosa/orgánica entremezclando un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua con la emulsión estabilizada en sólido, separando de ese modo la capa de emulsión en sus componentes orgánicos, acuosos y sólidos, y

(ii) devolver la fase de disolvente orgánico separada al proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico.

De acuerdo con la presente invención, se proporciona un proceso para recuperar una fase de disolvente orgánico extractante de una emulsión estabilizada en sólido formada en un circuito de extracción de disolvente hidrometalúrgico mediante a) mezcla de un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua con la emulsión estabilizada en sólido separando de ese modo la emulsión en sus componentes acuosos, orgánicos y sólidos; y b) retirada de la fase de disolvente orgánico extractante de los componentes separados, recuperando de ese modo la fase de disolvente orgánico extractante de la emulsión.

Sin limitarse a teoría alguna, se cree que el agente de agregación polimérico actúa como desemulsionante o desestabilizante para desestabilizar las partículas y descomponer la emulsión. En determinadas realizaciones, el desemulsionante que comprende el desemulsionante de agente de agregación polimérico también puede incluir un sólido hidrófilo. El desemulsionante, por lo tanto, puede añadirse en partes diferentes, tales como el agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua en solitario, o seguido del sólido hidrófilo seguido de ello, o viceversa, o simultáneamente juntos.

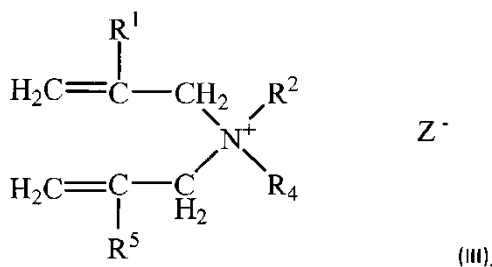
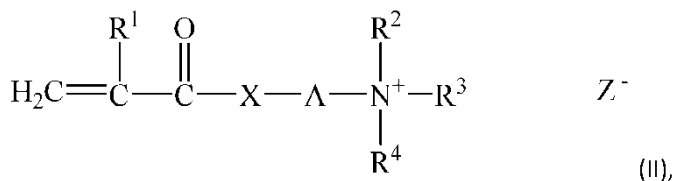
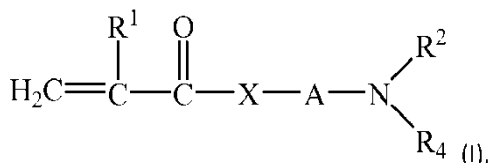
Como se usa en este documento, la expresión "sólidos hidrófilos" se refiere a sólidos que incluyen, aunque sin limitación, grava, arena/sílice, suciedad, tierra, barro, minerales, roca fragmentada, arcilla, limo, ceniza, cemento, zeolitas, productos celulósicos, tierra diatomea, piedra pómez, minerales de óxido y cualquier combinación de los mismos. Los ejemplos de arcilla adecuados para su uso con la presente invención incluyen, aunque sin limitación, caolinita, bentonita, montmorillonita e illita. Los expertos en la materia reconocerán y apreciarán que las arcillas tales como la serie F de arcillas activadas por ácido, que incluyen F-1 y F-20X, por ejemplo (disponibles en BASF), son adecuadas para su uso con la presente invención. Otras arcillas disponibles en el mercado adecuadas para su uso con la presente invención incluyen, por ejemplo, TONSIL CO® 610 G, 620G y 630G (disponibles en Sud Chemie). La sílice se fabrica en varias formas incluyendo cuarzo fundido, cristal, sílice ahumada (o sílice pirógena, marca comercial AEROSIL® o CAB-O-SIL®), sílice coloidal, gel de sílice y aerogel. Otros ejemplos de sólidos hidrófilos adecuados para su uso con la presente invención y disponibles en el mercado incluyen, aunque sin limitación, DIATOMITE® y PERLITE®. Otros sólidos hidrófilos disponibles en el mercado adecuados para su uso con la presente invención serán conocidos para los expertos en la materia.

En determinadas realizaciones, el sólido hidrófilo está presente de un 0,1% a un 10% en peso del volumen total de la emulsión estabilizada en sólido. En algunas realizaciones, el sólido hidrófilo puede estar presente de un 0,3% a un 10%; de un 0,5% a un 7%; o de un 1,0% a un 5% en peso del volumen total de las borras. En una realización, el sólido hidrófilo está presente de un 0,5% a un 5% en peso del volumen total de las borras.

Como se resumen anteriormente, las borras formadas en operaciones de extracción de disolvente hidrometalúrgico son una emulsión de destilado de lixiviación acuoso en una fase orgánica continua, estabilizada por partículas coloidales finalmente divididas. Estas partículas o particulados impiden el desacoplamiento de fases de las fases acuosa y orgánica. La parte de agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua del agente desemulsionante de la invención es un material polimérico funcionalizado que actúa sobre los particulados adhiriéndose simultáneamente a la superficie de múltiples partículas para formar agregados y potenciar la

aglomeración de las partículas para aumentar el tamaño de partículas, ayudando de ese modo al desacoplamiento de fases de la emulsión. Por consiguiente, como se usa en este documento, la expresión "agente de agregación polimérico" se refiere a cualquier material polimérico catiónico, aniónico o no iónico derivado de al menos un monómero hidrosoluble o hinchable en agua. Dichos agentes de agregación poliméricos pueden obtenerse de más de un monómero (por ejemplo, un copolímero o terpolímero). Como se usa en este documento el término "copolímero" se refiere a un polímero derivado de dos o más monómeros. Un "homopolímero", como se usa en este documento, se refiere a un polímero derivado de solamente un monómero. Por consiguiente, el término "polímero", como se usa en este documento, se refiere a un homopolímero o copolímero. Dichos polímeros hidrosoluble o hinchables en agua generalmente están disponibles en el mercado en forma de solución (acuosa), seca o de emulsión, y pueden variar de peso molecular bajo a ultraalto. Dichos agentes de agregación poliméricos hidrosolubles o hinchables en agua son bien conocidos para los expertos en la materia y se han tratado en diversas patentes incluyendo, por ejemplo, los documentos US 5037863; US 5037881; US 5286806; US 5405554; US 5530069; US 5723548; US 5763523; US 5919882; y US 5945494. Muchos de los agentes de agregación poliméricos hidrosolubles o hinchables en agua tratados por las patentes mencionadas anteriormente y adecuados para su uso de acuerdo con la presente invención también están disponible en el mercado en Cytex industries Inc. (Woodlawn Park, NJ), con diversas marcas registradas.

En determinadas realizaciones, el agente de agregación polimérico incluye un polímero derivado de al menos un monómero hidrosoluble o hinchable en agua elegido de: a) un monómero catiónico elegido de una o más de las fórmulas I, II o III



en las que

R^1 , R^2 y R^5 son cada uno independientemente hidrógeno o un alquilo C_1 a C_6 ;

R^3 y R^4 son cada uno independientemente hidrógeno, un alquilo C_1 a C_{12} , arilo, arilalquilo o hidroxietilo; y

R^2 y R^4 o R^2 y R^3 pueden combinarse para formar un anillo cíclico que contiene uno o más heteroátomos;

Z es la base conjugada de un ácido,

X es oxígeno o $-\text{NR}^6$, en el que R^6 es hidrógeno o un alquilo C_1 a C_6 ; y

A es un alquileno C_1 a C_{12} ;

haluros de dialil dialquilamonio (por ejemplo, cloruros de dialil dialquilamonio); N,N-dialquilaminoalquil(met)acrilatos; N,N-dialquilaminoalquil(met)acrilamidas; sales de los mismos; compuestos cuaternarios de los mismos; y mezclas de los mismos;

b) un monómero aniónico elegido de: ácido (alquil)acrílico; ácido fumárico; ácido crotónico; ácido maleico; ácido 2-acrilamido-2-(alquil C_1 - C_6 sulfónico); ácido estirensulfónico; sales de los mismos; y mezclas de los mismos;

c) un monómero no iónico elegido de: (alquil)acrilamida; N-(alquil)acrilamidas; N,N-dialquil acrilamidas, metilacrilato;

metilmetacrilato; acrilonitrilo; N-vinilacetamida; N-vinilformamida; N-vinilpirrolidona; hidroxialquil metacrilatos; estireno; acetato de vinilo; sales de los mismos; y mezclas de los mismos.

5 Como se usa en este documento, el término "(alquil)acrilamida" se refiere a un monómero de acrilamida o monómeros de alquilacrilamida tales como metacrilamida, etilacrilamida, butilacrilamida y similares. Asimismo, la expresión "ácido (alquil)acrílico" se refiere a ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido etilacrílico y similares. El término "(met)acrilamida" se refiere a acrilamida o metacrilamida.

10 Determinados polímeros aniónicos y no iónicos adecuados para su uso con la invención incluyen, por ejemplo, homopolímeros de acrilamida y copolímeros de acrilato/acrilamida en forma de una emulsión continua (inversa) oleosa o como un polvo seco en agua DI con un peso molecular que varía de 1 millón a 50 millones (más típicamente de 10 millones a 30 millones). El contenido de sólidos del polímero está normalmente en el intervalo de un 25% a un 30% en la forma de emulsión, y de aproximadamente de un 90% en la forma de polvo. Normalmente, la carga de dichos polímeros varía de < 1% a 3%, por ejemplo, < 1%, 1%, 1%-2%, o 3%.

15 En algunas realizaciones, el agente de agregación polimérico se elige de poli(acrilamidas) catiónicas, aniónica o no iónicas y combinaciones de las mismas. Por consiguiente, en una realización, el agente de agregación polimérico puede ser un homopolímero de monómeros de (alquil)acrilamida (por ejemplo, (met)acrilamida o acrilamida). En otra realización, el agente de agregación polimérico puede ser un copolímero de un monómero catiónico de (alquil)acrilamida y un monómero aniónico de ácido acrílico.

20 En algunas realizaciones, el agente de agregación polimérico puede incluir al menos uno de los siguientes:

25 emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (25% de sólidos del polímero);

emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy, muy baja (< 1%), homopolímero de acrilamida (25% de sólidos del polímero);

30 emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (25% < sólidos del polímero < 30%);

35 emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (30% < sólidos del polímero < 35%);

forma seca/en polvo de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy baja (1%-2%), homopolímero de acrilamida (90% de sólidos del polímero); o

40 forma seca/en polvo de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy, muy baja (<1%), homopolímero de acrilamida (90% de sólidos del polímero),

disponibles en Cytec Industries Inc.

45 Como se usa en este documento, la expresión "una cantidad desestabilizante de un agente de agregación polimérico" se refiere a la cantidad de agente de agregación necesaria para descomponer la emulsión orgánica/acuosas y permitir la separación de la fase orgánica de la fase acuosa y los sólidos. En determinadas realizaciones, el agente de agregación polimérico está presente de 40 a 3500 partes por millón (ppm) basándose en el volumen total de la emulsión estabilizada en sólido. En una realización, por ejemplo, el agente de agregación polimérico está presente a 1000 ppm.

50 En funcionamiento, se contempla que el proceso de acuerdo con la presente invención puede implementarse como una parte integrada de un circuito SX, o que las borras pueden retirarse del circuito y tratarse por separado. En cualquier caso, la fase de extractante orgánico recuperada puede devolverse al circuito SX para uso adicional en la extracción de metales. En el proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa de mezcla de mezclar el desmenuzante (como el agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua en solitario o con un sólido hidrófilo) se realiza de manera que se produzca una composición homogénea o sustancialmente homogénea. En determinadas realizaciones, la etapa de mezcla puede realizarse de 1 a 10 minutos y se realiza normalmente de 3 a 5 minutos. Cualquier método adecuado puede usarse para mezclar los componentes para conseguir el estado homogéneo incluyendo, por ejemplo, mezcladores de flujo, mezcladores en línea o mezcladores mecánicos.

60 En determinadas realizaciones, se mezcla un diluyente de calidad metalúrgica con la emulsión estabilizada en sólido antes de mezclarlo con el desmenuzante. Los expertos en la materia reconocerán y apreciarán que los diluyentes de calidad metalúrgica deben ser disolventes orgánicos para formar una mezcla continua con la emulsión estabilizada en sólido, en lugar de un diluyente acuoso que formaría un gel estable si se mezcla con la emulsión estabilizada en sólido. Puede usarse cualquier disolvente orgánico de calidad metalúrgica adecuado incluyendo, aunque sin limitación, el disolvente portador del circuito SX ("fase orgánica de la planta"), parafinas aromáticas,

65

5 parafinas alifáticas, naftalenos o combinaciones de los mismos. Los ejemplos de diluyentes de disolvente orgánico de calidad metalúrgica incluyen cualquiera de la serie ORFOM® SX de diluyentes de extracción de disolvente (disponibles en Chevron Phillips Chemical LP, The Woodlands, TX); cualquiera de las series ISOPAR™, NORPAR™ y ESCAID™ 100, 110 y 120 de disolventes (disponible en ExxonMobil, Houston, TX); cualquiera de la serie SSX® de parafinas líquidas (disponible en Sasol Wax Hayward, CA); o cualquier otro disolvente orgánico de diversas fracciones de petróleo y queroseno.

10 En determinadas realizaciones, la fase orgánica introducida puede separarse rápidamente de las borras mediante los métodos químicos descritos anteriormente, logrando de ese modo una separación orgánica principal, mientras que la capa de lodo acuosa/sólida/orgánica restante de la separación principal puede procesarse adicionalmente en una etapa de separación secundaria usando un equipo mecánico normal habitual para las plantas y procesos SX, tales como centrífugas y/o prensas de filtros, proporcionando de ese modo una segunda fase de disolvente orgánico. Después de recuperar la fase de disolvente orgánico extractante de la primera y/o segunda separaciones de borras, pero antes de devolverla al circuito SX, puede tratarse adicionalmente mezclándola con una cantidad eficaz de sólido hidrófilo (por ejemplo, arcilla) para retirar cualquier tensioactivo y/o sólido residual presente en la fase de disolvente orgánico extractante para conseguir una fase orgánica de mejor calidad. El sólido hidrófilo entonces puede retirarse/separarse de la fase de disolvente orgánico extractante por cualquier método adecuado conocido para los expertos en la materia incluyendo, aunque sin limitación, decantación o filtrado antes de devolverlo al circuito SX para uso adicional en la extracción de metales. Como con el tratamiento inicial del sólido hidrófilo, la cantidad de sólido hidrófilo añadida a la fase de disolvente orgánico extractante recuperada es de un 0,1% a un 10% en peso del volumen total de la fase de disolvente orgánico extractante no recuperada. En otras realizaciones, el sólido hidrófilo puede estar presente de un 0,3% a un 10%; de un 0,5% a un 7%; o de un 1,0% a un 5% en peso del volumen total de la fase de disolvente orgánico extractante recuperada. En una realización preferida, el sólido hidrófilo está presente de un 0,5% a un 5% en peso del volumen total de la fase de disolvente orgánico extractante recuperada.

25 La fase de disolvente orgánico extractante entonces puede separarse o recuperarse de los otros componentes de la emulsión estabilizada en sólido por cualquier técnica de separación mecánica y/o por gravedad conocidas para los expertos en la materia.

30 La presente invención también proporciona composiciones de extracción de disolvente hidrometalúrgico que comprende una emulsión estabilizada en sólido (por ejemplo, borras interfaciales) y un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua. Pueden usarse los mismos polímeros que los analizados anteriormente en las composiciones. Las composiciones también incluyen además un sólido hidrófilo. Los mismos sólidos hidrófilos que los analizados anteriormente son adecuados para su uso con las composiciones de la invención.

35 Ejemplos

40 Los siguientes ejemplos se proporcionan para ayudar a un experto en la materia a entender mejor determinadas realizaciones de la presente invención. Estos ejemplos están pretendidos con fines de ilustración y no se deben interpretar como limitantes del alcance de las diversas realizaciones de la presente invención.

Los desemulsionantes mencionados a continuación están disponible en Cytec Industries Inc. (Woodland Park, NJ).

45 Ejemplo 1

50 Se tomó una muestra de borras de la superficie de contacto acuosa/orgánica de una operación de extracción con disolvente de cobre (Cu) comercial. Se permite que las borras interfaciales sedimenten, y se decanta cualquier fase acuosa y orgánica libre de la emulsión estabilizada en sólido, y después se agita para conseguir una emulsión homogénea. Se añade una alícuota de 150 ml de la suspensión en emulsión a un vaso de precipitados de 300 ml y se mezcla durante un periodo establecido con un agitador de acero inoxidable de dos palas que funciona a 600 r.p.m. Después de 1 minuto de mezcla, se mezclan diversos desemulsionantes para evaluar el impacto sobre la estabilidad de la emulsión. Después de la adición del desemulsionante, las muestras se mezclan durante 3 minutos adicionales, se detiene el agitador y se permite que las fases se separen. Se decanta cualquier fase orgánica y se mide el volumen usando un cilindro graduado.

Tabla 1: Efecto de desemulsionantes sobre la estabilidad de la emulsión

Número de experimento	Desemulsionante	Observación	Fase orgánica recuperada (ml)
1	Ninguno	Sin cambios de emulsión	Sin fase orgánica libre
2	0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A ¹	Sin cambios de emulsión	Sin fase orgánica libre
3	7,5 g de arcilla de bentonita activada con ácido	Sin cambios de emulsión	Sin fase orgánica libre
4	7,5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	95 ml de fase orgánica

¹ emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (25% de sólidos del polímero)

El ejemplo 1 ilustra que la combinación de un agente de agregación polimérico y un sólido hidrófilo (por ejemplo, ácido de bentonita activada con ácido) es útil en la recuperación de la fase de extractante orgánico de las borras.

5

Ejemplo 2

El trabajo de ensayo del ejemplo 1 se repite con diversos agentes de agregación poliméricos de tipo emulsión.

10

Tabla 2: Efecto de diversos desemulsionantes de tipo emulsión sobre la estabilidad de la emulsión

Número de experimento	Desemulsionante	Observación	Fase orgánica recuperada (ml)
1	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	95 ml de fase orgánica
2	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 0,5 ml de polímero no iónico de acrilamida emulsión A ²	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	93 ml de fase orgánica
3	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B ³	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	93 ml de fase orgánica
4	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión C ⁴	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	93 ml de fase orgánica

² emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy, muy baja (< 1%), homopolímero de acrilamida (25% de sólidos del polímero)

³ emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (25% < sólidos del polímero < 30%)

⁴ emulsión continua (inversa) oleosa de un alto peso molecular (12-18 millones), carga muy baja (3%), copolímero de acrilato-acrilamida (30% < sólidos del polímero < 35%)

El ejemplo 2 ilustra que diversos tipos de agentes de agregación poliméricos hidrosolubles o hinchables en agua son adecuados para su uso en la recuperación de la fase de extractante orgánico de las borras.

Ejemplo 3

Se mezcla la misma emulsión estabilizada en sólido (borras) de los ejemplos 1 y 2 con arcilla y agentes de agregación poliméricos de tipo acuoso usando el mismo procedimiento que antes. Se usan dos agentes de agregación poliméricos no iónicos/ligeramente aniónicos a concentraciones variables.

Tabla 3: Efecto de agentes de agregación poliméricos de tipo acuoso (polímero seco/en polvo en agua DI) en solución sobre a estabilidad de la emulsión

Número de experimento	Desemulsionante	Observación	Fase orgánica recuperada (ml)
1	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 2,5 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo A ⁵ en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	55 ml de fase orgánica
2	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 5 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo A en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	74 ml de fase orgánica
3	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 25 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo A en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	50 ml de fase orgánica
4	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 2,5 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo B ⁶ en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	65 ml de fase orgánica
5	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 5 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo B en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	70 ml de fase orgánica
6	5 g de arcilla de bentonita activada con ácido y 25 ml de polímero no iónico de acrilamida al 0,25% polvo B en agua DI	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	52 ml de fase orgánica

⁵ forma seca/en polvo de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy baja (1%-2%), homopolímero de acrilamida (90% de sólidos del polímero)

⁶ forma seca/en polvo de un alto peso molecular (10-15 millones), carga muy, muy baja (<1%), homopolímero de acrilamida (90% de sólidos del polímero),

10 El ejemplo 3 muestra que el uso de agentes de agregación poliméricos de tipo acuoso en solución, son eficaces en la recuperación de la fase orgánica de emulsiones estabilizadas en sólido, aunque la cantidad recuperada es significativamente menor que la fase orgánica recuperada usando los agentes de agregación poliméricos de tipo emulsión del ejemplo 2. El ejemplo 3 también muestra una dependencia de la recuperación en la concentración del agente de agregación polimérico y el volumen acuoso utilizado.

15 Ejemplo 4

Se completan experimentos similares a los ejemplos 1-3; sin embargo, las borras se mezclan en primer lugar con un volumen establecido de diluyente. Se añaden 200 ml de diluyente de calidad metalúrgica (por ejemplo, ORFOM® SX-12) a un vaso de precipitados de 300 ml y se mezcla con un agitador de acero inoxidable de dos palas que funciona a 600 r.p.m.; se añade una alícuota de 75 ml de la emulsión estabilizada en sólido y se mezcla hasta homogeneización. Después de 1 minuto de mezcla, se añaden diversos desemulsionantes para evaluar el impacto sobre la estabilidad de la emulsión. Después de la adición del desemulsionante, las muestras se mezclan durante 3 minutos adicionales, se detiene el agitador y se permite que las fases de la emulsión estabilizada en sólido se separen durante aproximadamente 5 minutos. Se decanta cualquier fase orgánica libre y se mide el volumen usando un cilindro graduado.

La fase orgánica recuperada se mezcla entonces con una solución de carga sintética (10 gpl de Cu a pH 4) para

determinar la cantidad de ligando (por ejemplo, oxima) recuperada de la fase orgánica. Se permite que la fase orgánica y la solución de carga sintética se separen y se mide la concentración de Cu orgánico por absorción atómica. Basándose en la concentración de Cu orgánico, se calcula la concentración de oxima (por ejemplo, gpl de Cu/63,54 g de Cu por mol de Cu) x (2 moles de oxima por mol de Cu) x (263 g de oxima por mol de oxima).

5

Tabla 4: Efecto de la predilución de la emulsión estabilizada en sólido con diluyentes continuos orgánicos sobre la estabilidad de la emulsión y recuperación de ligando

Número de ensayo	Desemulsionante	Observación	Fase orgánica recuperada (ml)
1	Ninguno	Fase orgánica libre apreciable; los sólidos se separan lentamente de la fase orgánica después de detener la agitación	192 ml de fase orgánica; 5,8 gpl de oxima
2	0,8 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	226 ml de fase orgánica; oxima no medida
3	7,5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 0,8 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	Fase orgánica libre inmediatamente apreciable; los sólidos se separan rápidamente de la fase orgánica después de detener la agitación	240 ml de fase orgánica; 7,9 gpl de oxima

En el ensayo 1, se absorbe el diluyente en las borras, provocando una pérdida de volumen orgánico; sin embargo, el diluyente que se recupera contiene 5,8 gpl de oxima. En los ensayos 2 y 3, el uso de un agente de agregación polimérico de tipo emulsión en solitario (ensayo 2) o en combinación con un sólido hidrófilo (ensayo 3) provoca un aumento en el volumen orgánico total recuperado, así como un aumento en el contenido de oxima.

10

Ejemplo 5

15

Se completan experimentos adicionales como se describe en el ejemplo 4; sin embargo, el diluyente añadido a la emulsión estabilizada en sólido es agua. Se añaden 200 ml de agua DI a un vaso de precipitados de 300 ml y se mezclan con un agitador de acero inoxidable de dos palas que funciona a 600 r.p.m.; después se añade una alícuota de 75 ml de la emulsión estabilizada en sólido y se mezcla hasta que se homogeneiza. Después de 1 minuto de mezcla se añaden diversos desemulsionantes para evaluar el impacto sobre la estabilidad de la emulsión. Después de la adición de los desemulsionantes, las muestras se mezclan durante 3 minutos adicionales, se detiene el agitador y se permite que las fases se separen. Se decanta cualquier fase orgánica libre y se mide el volumen usando un cilindro graduado.

20

Tabla 5: Efecto de la predilución de la emulsión estabilizada en sólido con diluyentes continuos acuosos sobre la estabilidad de la emulsión

Número de ensayo	Desemulsionante	Observación	Fase orgánica recuperada (ml)
1	Ninguno	La emulsión (capa superior) se separa lentamente del agua; el agua (capa inferior) se vuelve parda	Ninguna fase orgánica libre
2	0,2 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	La emulsión (capa superior) se separa rápidamente del agua; la emulsión queda de tipo gel; el agua (capa inferior) se vuelve de color blanco turbio	Ninguna fase orgánica libre
3	2,5 g de arcilla de bentonita activada con ácido + 0,2 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	La emulsión (capa superior) se separa rápidamente del agua; la emulsión queda de tipo gel; el agua (capa inferior) se vuelve de color blanco turbio	Ninguna fase orgánica libre

25

El ejemplo 5 muestra la importancia de utilizar una mezcla continua orgánica como diluyente. La combinación del agente de agregación polimérico y la mezcla continua acuosa provoca la formación de un gel estable.

Ejemplo 6

5 Se recogen muestras de borras de la interfaz acuosa/orgánica de una operación de extracción con disolvente de Cu comercial diferente de las usadas en los ejemplos 1-5. Se permite que las borras interfaciales sedimenten y se decanta cualquier fase acuosa y/u orgánica libre de la emulsión estabilizada en sólido, y después se agita para conseguir una mezcla homogénea. Se filtran 500 ml (510 g) de la suspensión de emulsión a través de una prensa de filtros a 689,47 kPa (100 psi) y se encuentra que contiene un 14,1% en peso de sólidos, un 39,2% en volumen de fase orgánica y un 32,2% en volumen de fase acuosa, respecto a los 500 ml iniciales de borras añadidos a la prensa de filtros. Se añaden 100 ml de diluyente de calidad metalúrgica (ORFOM® SX-12) a un vaso de precipitados de 300 ml y se mezclan con un agitador de acero inoxidable de dos palas que funciona a 600 r.p.m.; se añade una alícuota de 100 ml (102 g) de la emulsión estabilizada en sólido, que contiene ~14,5 g de sólidos, y se mezcla durante un periodo establecido. Después de 1 minuto de mezcla, se añaden diversos desemulsionantes para evaluar el impacto sobre la estabilidad de la emulsión. Después de la adición de los desemulsionantes, las muestras se mezclan durante 3 minutos adicionales, se detiene el agitador y se permite que las fases se separen durante aproximadamente 5 minutos. Se decanta cualquier fase orgánica libre y se mide el volumen usando un cilindro graduado.

Tabla 6: Efecto de diversas dosificaciones de desemulsionante sobre la estabilidad de la emulsión

Número de ensayo	Desemulsionante	Fase orgánica recuperada (ml)	Dosificación de desemulsionante respecto a los sólidos en las borras
1	Ninguno	108 ml de fase orgánica	NA
2	0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	122 ml de fase orgánica	0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
3	0,25 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	125 ml de fase orgánica	0,017 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
4	0,5 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	126.5 ml de fase orgánica	0,034 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
5	1 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	127 ml de fase orgánica	0,069 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
6	2 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	122 ml de fase orgánica	0,138 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
7	3 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	118 ml de fase orgánica	0,207 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
8	7 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	122 ml de fase orgánica	0,483 g de arcilla/g de sólidos 0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos

Número de ensayo	Desemulsionante	Fase orgánica recuperada (ml)	Dosificación de desemulsionante respecto a los sólidos en las borras
9	1 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,1 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	108 ml de fase orgánica	0,069 g de arcilla/g de sólidos 0,007 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
10	1 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,3 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	127 ml de fase orgánica	0,069 g de arcilla/g de sólidos 0,02 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
11	1 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	126 ml de fase orgánica	0,069 g de arcilla/g de sólidos 0,034 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
12	1 g de ácido de bentonita activada con ácido + 1,5 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	128 ml de fase orgánica	0,069 g de arcilla/g de sólidos 0,103 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos
13	1,5 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,45 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A	123 ml de fase orgánica	0,103 g de arcilla/g de sólidos 0,031 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A/g de sólidos

Los ensayos 1-8 muestran que ~0,069 g de ácido de bentonita activada con ácido como sólido hidrófilo por gramo de sólidos de las borras es una dosificación apropiada de sólido hidrófilo para conseguir una alta recuperación de la fase orgánica de las borras con una cantidad fija de agente de agregación polimérico. Los ensayos 9-13 muestran que ~0,021 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión A como agente de agregación polimérico por gramo de sólidos de borras es una dosificación apropiada para conseguir una alta recuperación de fase orgánica de las borras con una cantidad fija de sólido hidrófilo. Dosificaciones mayores de agente de agregación polimérico y sólido hidrófilo (por ejemplo, ensayo 5) muestran de poca a ninguna mejora. El ensayo 12 muestra que una alta cantidad de agente de agregación polimérico obtiene una recuperación de fase orgánica ligeramente mejorada. Una relación apropiada de adición de agente de agregación polimérico a arcilla es 0,021 ml de agente de agregación polimérico/0,069 g de arcilla = 30%.

Ejemplo 7

Se realizan experimentos similares a los del ejemplo 6 de nuevo excepto con borras de una operación SX de cobre comercial diferente. Se permite que las borras interfaciales sedimenten, se decanta cualquier fase acuosa y/u orgánica libre de la emulsión estabilizada en sólido y después se agita para conseguir una mezcla homogénea. Se filtra 1 litro (977,8 g) de la emulsión estabilizada en sólido a través de una prensa de filtros a 689,47 kPa (100 psi) y se encuentra que contiene un 17,2% en peso de sólidos, un 35,0% en volumen de fase orgánica y un 22,0% de volumen de fase acuosa, respecto a los 500 ml iniciales de borras añadidos a la prensa de filtros. Se añaden 200 ml de diluyente de calidad metalúrgica (ORFOM®SX-12) a un vaso de precipitados de 600 ml y se mezcla con un agitador de acero inoxidable de dos palas que funciona a 80 r.p.m.; se añade una alícuota de 200 ml (216 g) de la emulsión estabilizada en sólido y se mezcla hasta que se homogeneiza. Después de 1 minuto de mezcla, se añaden diversos desemulsionantes para evaluar el impacto sobre la estabilidad de la emulsión. Después de la adición de desemulsionantes, las muestras se mezclan durante 3 minutos adicionales, se detiene el agitador y se permite que las fases se separen durante aproximadamente 5 minutos. Se decanta cualquier fase orgánica libre y se mide el volumen usando un cilindro graduado.

Tabla 7: Efecto de diversas dosificaciones de desemulsionante sobre la estabilidad de la emulsión

Número de ensayo	Desemulsionante	Fase orgánica recuperada (ml)	Dosificación de desemulsionante respecto a los sólidos en las borras
1	Ninguno	140 ml de fase orgánica	NA
2	1,49 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,448 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B	222 ml de fase orgánica	0,044 g de arcilla/g de sólidos 0,013 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B/g de sólidos
3	1,87 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,560 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B	250 ml de fase orgánica	0,056 g de arcilla/g de sólidos 0,017 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B/g de sólidos
4	2,98 g de ácido de bentonita activada con ácido + 0,896 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B	252 ml de fase orgánica	0,089 g de arcilla/g de sólidos 0,027 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B/g de sólidos
5	3,73 g de ácido de bentonita activada con ácido + 1,12 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B	252 ml de fase orgánica	0,111 g de arcilla/g de sólidos 0,033 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B/g de sólidos

El ejemplo 7 muestra que ~0,056 g de ácido de bentonita activada con ácido como sólido hidrófilo por gramo de sólidos de las borras y ~0,017 ml de copolímero aniónico de acrilamida/ácido acrílico emulsión B como agente de agregación polimérico por gramo de sólidos de las borras es una dosificación apropiada de sólido hidrófilo y agente de agregación polimérico para conseguir una alta recuperación de fase orgánica de las borras. De nuevo mayores dosificaciones de agente de agregación polimérico y sólido hidrófilo (por ejemplo, ensayos 4 y 5) muestran poca mejora sobre la recuperación de la fase orgánica.

10 Ejemplo 8

Se recogen muestras de borras (A-E) de la superficie de contacto acuosa/orgánica de diversas operaciones de extracción con disolvente de Cu comerciales. Se permite que las borras interfaciales de cada muestra sedimenten, se decanta cualquier fase acuosa y/u orgánica libre de las emulsiones estabilizadas en sólido y después se agita para conseguir una mezcla homogénea. Se añade un volumen específico de la emulsión estabilizada en sólido de cada muestra a una prensa de filtros y se filtra a través de una única capa de papel de filtro de retención de partículas de 8-12 μm a 68,94 kPa (100 psi). La fases orgánicas y acuosas resultantes de la filtración se recogen por debajo de la prensa de filtros y la prensa de filtros se inactiva tras observar ausencia de separación adicional de las borras. Los sólidos, y las fases orgánicas y acuosas resultantes de cada muestra se recogen y se miden.

También se procesan las mismas muestras de borras (A-E) usando las técnicas de separación química de acuerdo con la presente invención (similares a las descritas en los ejemplos 1-7), mezclando un volumen de borras en una mezcla continua orgánica de diluyente de calidad metalúrgica (por ejemplo, ORFOM® SX-12), añadiendo un desemulsionante, mezclando hasta homogeneizarse (durante aproximadamente 3 minutos) y permitiendo que las fases se separen durante 5 minutos. Se decanta cualquier fase orgánica y se mide el volumen usando un cilindro graduado. La fase orgánica recuperada de la separación química se registra como un porcentaje de la fase orgánica que podría conseguirse respecto al uso de separación mecánica (prensa de filtros).

Tabla 8: Efecto de separación mecánica frente a separación química de emulsiones estabilizadas en sólido

Muestra de borras	Tipo de borras	Separado usando separación mecánica (prensa de filtros)						
		Cantidad inicial de borras	% en peso de sólidos en las borras	% en volumen de fase acuosa en las borras	% en volumen de fase orgánica en las borras	Tasa de recuperación de fase orgánica de la filtración	% de fase orgánica recuperada de separación química	Tasa de recuperación de fase orgánica de separación química
A	Extracción	171 g/200 ml	1,8%	6%	83%	---	84,3%	---
B	Extracción	236 g/267 ml	3,9%	6,7%	70%	---	97,1%	---
C	Extracción	454 g/500 ml	5,5%	12%	51%	---	90,2%	---
D	Extracción	438 g/500 ml	1,3%	12%	72%	3,3 ml/min (500 ml de borras tratadas)	87,9%	15,8 ml/min (200 ml de borras tratadas)
E	Separación	1012 g/1 l	32,7%	22%	35%	1,1 ml/min (1 l de borras tratadas)	89%	27,5 ml/min (700 ml de borras tratadas)

El porcentaje de sólidos y de fases acuosa y orgánica recuperados de la separación mecánica de borras se basa en la cantidad inicial de borras añadida a la prensa de filtros. Algo de las borras iniciales se pierde durante la filtración y no se contabiliza. El porcentaje de fase orgánica recuperada de la separación química es respecto al porcentaje de fase orgánica que podría conseguirse usando separación mecánica.

Se consigue mayor recuperación de fase orgánica usando separación mecánica frente a separación química para descomponer la emulsión estabilizada en sólido. La tasa de recuperación de fase orgánica se calcula por la cantidad de fase orgánica recuperada dividida por el tiempo necesario para la separación. La separación mecánica tarda mucho tiempo, requiriendo entre 1 y 8 horas para que se complete la separación. La separación química de acuerdo con los procesos de la presente invención es mucho más rápida. Requiriendo menos de 3 minutos para el tiempo de mezclado y menos de 5 minutos para el tiempo de sedimentación.

Como se emplea anteriormente y durante toda la divulgación, se proporcionan diversos términos para ayudar al lector. Salvo que se definan de otro modo, todos los términos de la técnica, anotaciones y otra terminología científica usada en este documento pretende tener los significados habitualmente comprendidos por los expertos en la materia química y/o hidrometalúrgica. Como se usa en este documento y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares incluyen referentes plurales salvo que el contexto indique claramente otra cosa. Todos los números que expresan cantidad de ingredientes, condiciones de reacción y similares usados en la memoria descriptiva de las reivindicaciones tienen que entenderse modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". Por consiguiente, salvo que se indique lo contrario, los parámetros numéricos expuestos en la memoria descriptiva y las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas que se busca obtener por la presente invención. Como mínimo, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debe interpretarse a la luz del número de dígitos significativos y aproximaciones de redondeo habituales. Diversas patentes y/o referencias de literatura científica se han mencionado durante toda esta solicitud. Las divulgaciones de estas publicaciones se incorporan por la presente en sus totalidades por referencia como si estuvieran escritas en este documento. En el caso de términos conflictivos, prevalecerán los términos de este documento. En vista de la descripción y los ejemplos anteriores, un experto en la materia podrá poner en práctica la invención reivindicada sin excesiva experimentación.

Aunque la descripción anterior ha mostrado, descrito y señalado las características novedosas fundamentales de los presentes contenidos, se entenderá que los expertos en la materia pueden hacer diversas omisiones, sustituciones y cambios en forma de detalles del aparato ilustrado, así como los usos del mismo, sin alejarse del alcance de los presentes contenidos. Por consiguiente, el alcance de los presentes contenidos no debe limitarse al análisis anterior, sino que debe definirse por las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para recuperar una fase de disolvente orgánico extractante de una emulsión estabilizada en sólido formada en un circuito de extracción de disolvente hidrometalúrgico, que comprende:

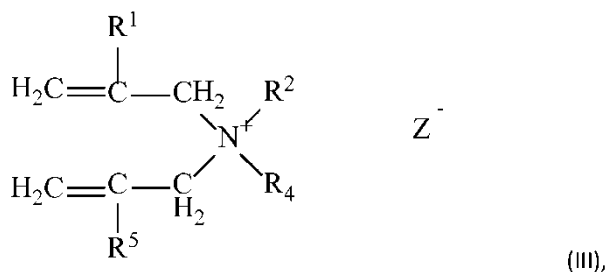
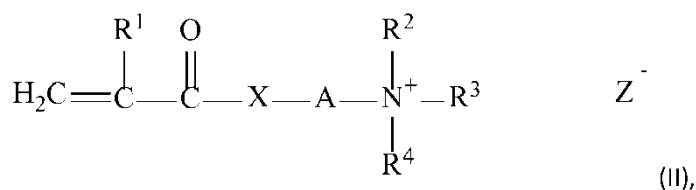
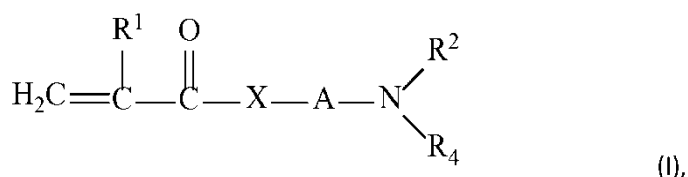
a) mezclar un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua con la emulsión estabilizada en sólido, separando de ese modo la emulsión en sus componentes acuosos, orgánicos y sólidos; y

b) retirar la fase de disolvente orgánico extractante de los componentes separados,

recuperando de ese modo la fase de disolvente orgánico extractante de la emulsión,

en el que el agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua comprende un polímero derivado de al menos un monómero seleccionado del grupo que consiste en:

i) un monómero catiónico elegido de una o más de las fórmulas I, II o III



en las que

R¹, R² y R⁵ son cada uno independientemente hidrógeno o un alquilo C₁ a C₆;

R³ y R⁴ son cada uno independientemente hidrógeno, un alquilo C₁ a C₁₂, arilo, arilalquilo o hidroxietilo; y

R² y R⁴ o R² y R³ pueden combinarse para formar un anillo cíclico que contiene uno o más heteroátomos;

Z es la base conjugada de un ácido,

X es oxígeno o -NR⁶, en el que R⁶ es hidrógeno o un alquilo C₁ a C₆; y

A es un alquilenos C₁ a C₁₂;

haluros de dialil dialquilamonio; N,N-dialquilaminoalquil(met)acrilatos; N,N-dialquilaminoalquil(met)acrilamidas; sales de los mismos; compuestos cuaternarios de los mismos; y mezclas de los mismos;

ii) un monómero aniónico seleccionado del grupo que consiste en: ácido (alquil)acrílico; ácido fumárico; ácido crotónico; ácido maleico; ácido 2-acrilamido-2-(alquil C1-C6 sulfónico); ácido estirensulfónico; sales de los mismos; y mezclas de los mismos; y

iii) un monómero no iónico seleccionado del grupo que consiste en: (alquil)acrilamida; N-(alquil)acrilamidas; N,N-dialquil acrilamidas, metilacrilato; metilmetacrilato; acrilonitrilo; N-vinilacetamida; N-vinilformamida; N-vinilpirrolidona; hidroxialquil metacrilatos; estireno; acetato de vinilo; sales de los mismos; y mezclas de los mismos.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el agente de agregación polimérico se elige de: poliacrilamidas catiónicas, aniónicas o no iónicas; y combinaciones de las mismas.
- 5 3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el agente de agregación polimérico es: una emulsión de poliacrilamida aniónica, o un copolímero aniónico o no iónico de acrilato/acrilamida en forma de una emulsión continua (inversa) oleosa.
- 10 4. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el agente de agregación polimérico es un copolímero aniónico o no iónico elegido de: homopolímeros de acrilamida o copolímeros de acrilato/acrilamida, en forma de una emulsión continua (inversa) oleosa, con un peso molecular que varía de 1 millón a 50 millones.
- 15 5. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el agente de agregación polimérico está presente de 40 a 3500 ppm basándose en el volumen total de la emulsión estabilizada en sólido.
- 20 6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el agente de agregación polimérico está presente a 1000 ppm.
7. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa de mezcla se realiza de 1 a 10 minutos o se realiza durante 5 minutos.
- 25 8. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la emulsión estabilizada en sólido es de un circuito de extracción de disolvente hidrometalúrgico para separar metales de valor elegidos de: cobre; cadmio; cromo; cobalto; molibdeno; níquel; estaño; uranio; vanadio; cinc; y combinaciones de los mismos.
9. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende, además:
- 30 antes de realizar la etapa (a) mezclar un diluyente elegido de: disolvente orgánico; disolvente portador; parafinas aromáticas; parafinas alifáticas; naftenos; y combinaciones de los mismos con la emulsión estabilizada en sólido.
10. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende, además:
- 35 en la etapa (a) mezclar un sólido hidrófilo con la emulsión estabilizada en sólido antes o después de mezclar el agente de agregación polimérico.
11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en el que el sólido hidrófilo se elige de: grava, arena/sílice, suciedad, tierra, barro, minerales, roca fragmentada, arcilla, limo, ceniza, cemento, zeolitas, productos celulósicos, tierra diatomácea, piedra pómez, minerales de óxido y combinaciones de los mismos.
- 40 12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el sólido hidrófilo es una arcilla elegida de: bentonita; montmorillonita; caolinita; y combinaciones de las mismas.
- 45 13. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 12, en el que la arcilla está presente de un 0,1% a un 10% en peso del volumen total de la emulsión estabilizada en sólido.
14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la arcilla está presente de un 0,5% a un 5% en peso del volumen total de la emulsión estabilizada en sólido.
- 50 15. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además una segunda etapa de separación, en el que la emulsión estabilizada en sólido restante de la primera etapa de separación se trata con un medio mecánico, recuperando de ese modo cualquier fase orgánica introducida.
- 55 16. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 15, en el que dicho medio mecánico incluye uno o más de una prensa de filtros, centrífuga o centrífuga de 3 fases.
17. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende, además:
- 60 tratar la fase de disolvente orgánico extractante recuperada con un sólido hidrófilo, retirando de ese modo cualquier tensioactivo y/o sólido residual; y
- retirar el sólido hidrófilo de la fase de disolvente orgánico extractante.
- 65 18. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 17, en el que el sólido hidrófilo de la etapa de tratamiento es una arcilla y está presente de un 0,1% a un 10% en peso del volumen total de la fase de disolvente orgánico extractante

recuperada.

19. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 18, en el que la arcilla está presente de un 0,5% a un 5% en peso del volumen total de la fase de disolvente orgánico extractante recuperada.

20. Un proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además: devolver la fase de disolvente orgánico extractante recuperada al circuito de extracción hidrometalúrgica.

21. Una composición de extracción de disolvente hidrometalúrgico que comprende:

a) borras interfaciales; y

b) un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua como se define por la reivindicación 1.

22. Una composición de acuerdo con la reivindicación 21, que comprende además un sólido hidrófilo.

23. La composición de acuerdo con la reivindicación 21 o reivindicación 22, en la que las borras interfaciales se obtienen de un proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico para la separación de metales de valor elegidos de: cobre; cadmio; cromo; cobalto; molibdeno; níquel; estaño; uranio; vanadio; cinc; y combinaciones de los mismos.

24. En un proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico, en el que los metales de valor se recuperan por:

a) poner en contacto un sustrato que alberga metal con un ácido mineral acuoso o solución de amoníaco para producir un destilado de lixiviación acuoso que contiene metales;

b) mezclar el destilado de lixiviación acuoso que contiene metales, con un disolvente orgánico que contiene un reactivo extractante de metales, por lo que al menos una fracción del metal se extrae del destilado acuoso en el disolvente orgánico, y en el que se forma una capa de emulsión estabilizada en sólido en la superficie de contacto acuosa/orgánica; y

c) separar la extracción de disolvente orgánico que contiene metales con una solución de separación acuosa,

que comprende además:

i) recuperar el disolvente orgánico de la capa de emulsión estabilizada en sólido formada en el proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico entremezclando un agente de agregación polimérico hidrosoluble o hinchable en agua como se define por la reivindicación 1 con la emulsión estabilizada en sólido, separando de ese modo la emulsión en sus componentes orgánicos, acuosos y sólidos; y

ii) devolver la fase de disolvente orgánico separada al proceso de extracción de disolvente hidrometalúrgico.

25. Método de acuerdo con la reivindicación 24, que comprende además entremezclar un sólido hidrófilo con la emulsión estabilizada en sólido antes o después de entremezclar el agente de agregación polimérico.