

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 713 373**

51 Int. Cl.:

**C22B 3/08** (2006.01)

**C22B 3/10** (2006.01)

**C22B 3/00** (2006.01)

**C22B 15/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.10.2014 PCT/FI2014/050750**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.04.2015 WO15049421**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.10.2014 E 14802700 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018 EP 3052667**

54 Título: **Método para separar metales preciosos de minerales**

30 Prioridad:

**02.10.2013 FI 20135984**

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

**21.05.2019**

73 Titular/es:

**OUTOTEC (FINLAND) OY (100.0%)  
Rauhalanpuisto 9  
02230 Espoo, FI**

72 Inventor/es:

**KARONEN, JANNE;  
MIETTINEN, VILLE;  
KOTIRANTA, TUUKKA y  
AHTIAINEN, RIINA**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 713 373 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**

Método para separar metales preciosos de minerales

**Campo de la invención**

5 La invención se refiere a un método para separar metales preciosos, especialmente metales del grupo del platino (metales PGM) y opcionalmente oro (Au) y plata (Ag) de un material de partida que comprende los mismos. Además, los metales base se pueden separar opcionalmente mediante el mismo método.

**Antecedentes de la invención**

10 La publicación WO 00/65111 describe un método para recuperar un metal precioso de un material hospedador que comprende las etapas de someter el material hospedador a un procedimiento de lixiviación a presión oxidativa, en presencia de un ion haluro constitutivo que es reactivo con el metal precioso y a una temperatura elevada de al menos 170°C para causar al menos la extracción de una porción del metal precioso mediante una disolución lixiviada en forma de un complejo de cloruro que porta metales preciosos y recuperar el metal precioso de la disolución lixiviada. Cuando el material hospedador es un material de mate fundido que incluye un metal base y un metal precioso, dicho mate se somete a un primer procedimiento de lixiviación a presión oxidativa para recuperar considerablemente la totalidad de dicho metal base en la forma de al menos un complejo sulfato en una primera disolución lixiviada, y posteriormente dicho material de mate se somete a un segundo procedimiento de lixiviación a presión oxidativa en presencia de un ion haluro constitutivo.

20 El documento US 5.869.012 describe un procedimiento para la extracción de zinc de una mena o producto concentrado de azufre que contiene cobre y zinc que incluye someter el producto concentrado a oxidación a presión en presencia de oxígeno y una disolución de haluro ácido para obtener un lodo de oxidación a presión resultante y someter el lodo a una etapa de separación líquido/sólido para producir un licor que contiene cobre y zinc en una disolución.

25 El documento WO 99/60178 describe un procedimiento de tratamiento hidrometalúrgico para extraer metales del grupo del platino de un producto concentrado en flotación en el cual la invención resuelve obviando el procedimiento de fusión y granulación de mate. En lugar de ello, el producto concentrado se somete a lixiviación a presión, tostado oxidativo o reductivo y recuperación final por medios de absorción de intercambio de iones. El tostado se aplica para convertir los metales del grupo del platino en una forma que se disuelve en cloruro/HCl y un lixiviado en cloruro/HCl que deja los metales del grupo del platino en disolución.

30 El documento WO 2007/143807 describe una etapa de reciclaje en un procedimiento de lixiviación a presión oxidativa para recuperar metales utilizando iones haluro, en la que una porción de los sólidos lixiviados se recicla de vuelta a la alimentación del autoclave, para permitir dos o más pases a través de la etapa de lixiviación a alta temperatura.

35 La patente US 5.328.669 describe un método para extraer metales del grupo del platino, oro y plata de menas complejas, chatarra de automóviles, menas refractarias y como ocurre naturalmente mediante lixiviación de materiales que contienen metales preciosos con una disolución que contiene sales de halógeno tales como yoduro y bromuro de potasio o sodio en presencia de iones amonio y oxígeno. Los materiales y reactivos que contienen metales preciosos se cargan en una zona de reacción mantenida a altas temperaturas y presiones para formar un lodo que contiene una disolución de iones de metales preciosos. La disolución de iones de metales preciosos se separa del lodo y se somete a técnicas de recuperación para recuperar los metales preciosos.

40 Adams, M. et al. Hydrometallurgical processing of Platreef flotation concentrate, Minerals Engineering 2011, Vol. 24, pág. 545 – 550, describe itinerarios de procedimiento hidrometalúrgico para extraer metales del grupo del platino y metales base de productos concentrados en flotación. El procedimiento descrito en el artículo utiliza reactivos bastante costosos en altas concentraciones, es decir, gas Cl<sub>2</sub> y HCl. Las condiciones descritas en el artículo son exigentes en varios sentidos, por ejemplo, la concentración de ácido requerida es 220 g/l, lo que exige la eliminación de azufre antes de la lixiviación con el fin de mantener un procedimiento económico.

45 El documento WO 2007/093666 describe un procedimiento para recuperar oro de residuos de lixiviación esencialmente libres de cobre. Un método hidrometalúrgico tradicional para recuperar metales PGM de material sólido es lixiviarlo con gas Cl<sub>2</sub> y alta concentración de HCl. Cuando se utiliza gas cloro el potencial de oxidación de la disolución es normalmente muy alto, por encima de 800 mV. El procedimiento de recuperación de oro descrito utiliza un potencial de oxidación de menos de 650 mV. La publicación no menciona metales PGM.

50 Se ha descubierto que los métodos descritos anteriormente no son aplicables como tales a la separación y recuperación eficaces de metales preciosos de materiales de partida a base de minerales. En consecuencia, existe una necesidad de métodos mejorados para separar metales preciosos de varios materiales de partida a base de minerales, tales como productos concentrados minerales. Especialmente existe una necesidad de métodos mejorados en condiciones más suaves y con reactivos menos costosos, cuyos métodos también se aplican de manera económica.

**Breve descripción de la invención**

Un objeto de la presente invención es proporcionar un método para separar y recuperar metales preciosos de materiales de partida a base de minerales. Los objetos de la invención se logran mediante un método y un aparato, que se caracterizan por lo establecido en las reivindicaciones independientes. Las realizaciones preferidas de la invención se describen en las reivindicaciones dependientes.

5 La invención está basada en la aplicación de un procedimiento de lixiviación en dos etapas que comprende una lixiviación a presión oxidativa y una lixiviación atmosférica con haluro para la separación de metales preciosos. Opcionalmente, los metales base se pueden separar en el mismo procedimiento. Más detalladamente, cuando se combina la lixiviación a presión oxidativa con la lixiviación atmosférica con haluro, los PGM, oro y plata pueden recuperarse con buen rendimiento con menos etapas de procedimiento y reactivos menos costosos. Por ejemplo, no es necesaria la etapa de tostado tradicional. El tostado se ha utilizado típicamente para eliminar el azufre, si el azufre no se elimina se disolverá en la siguiente etapa de lixiviación cuando las condiciones de lixiviación de PGM tradicionales se utilizan provocando un elevado consumo de reactivos caros.

#### Breve descripción de los dibujos

15 A continuación, la invención se describirá en mayor detalle por medio de las reivindicaciones preferidas en referencia a los dibujos complementarios adjuntos, en los que

La Figura 1 es un diagrama de flujo ilustrativo de una realización del método de la invención.

La Figura 2 es un diagrama de flujo ilustrativo de otra realización de la invención, que comprende como etapas precedentes fundir y lixiviar con ácido atmosférica.

#### Descripción detallada de la invención

20 La invención se refiere a un método para separar metales preciosos de un material de partida. En una realización de la invención, los metales base se pueden separar en el mismo procedimiento. El método comprende las etapas de

a) someter el material de partida a lixiviación a presión oxidativa formando un primer residuo sólido que contiene metales preciosos y una primera disolución de lixivado,

25 b) separar el primer residuo sólido que contiene metales preciosos de la primera disolución de lixivado mediante separación sólido-líquido, y

c) someter el primer residuo sólido que contiene metales preciosos a lixiviación atmosférica con haluro, en donde los metales preciosos se lixivian en una disolución formando una segunda disolución de lixivado que contiene metales preciosos y un segundo residuo sólido. En el método la lixiviación atmosférica con haluro a una acidez de la disolución entre pH menor que 2,6 y concentración de HCl de menos de 100 g/l y en las siguientes condiciones:

30 (i) el licor de lixiviación es una disolución acuosa que contiene iones cúpricos ( $\text{Cu}^{2+}$ ) disueltos, cloruro ( $\text{Cl}^-$ ) y bromuro ( $\text{Br}^-$ ),

(ii) el pH está dentro de un intervalo en el que el ion cúprico no precipita,

(iii) el potencial de oxidación es al menos 450 mV Pt frente a Ag/AgCl, típicamente al menos 500 mV Pt frente a Ag/AgCl, más típicamente al menos 550 mV Pt frente a Ag/AgCl.

35 De acuerdo con una realización de la invención la etapa b) se lleva a cabo directamente tras la etapa a) y la etapa c) se lleva a cabo directamente tras la etapa b). De acuerdo con una realización de la invención la realización de las etapas directamente unas tras otras significa que no son necesarias otras etapas de procedimiento que impliquen llevar a cabo reacciones para la disolución de los minerales entre las etapas a), b) y c). Un ejemplo típico de tal etapa de procedimiento es por ejemplo el tostado.

40 De acuerdo con una realización de la invención el método consiste en las etapas a), b) y c) mencionadas anteriormente.

En el contexto de la presente invención, los metales preciosos típicamente comprenden metales del grupo del platino (metales PGM). También se pueden separar con el siguiente método oro (Au) y plata (Ag).

En una realización de la invención, los metales preciosos comprenden metales PGM.

45 En el contexto de la presente invención, los metales PGM pueden comprender cualquier metal PGM seleccionado entre platino (Pt), paladio (Pd), rodio (Rh), iridio (Ir), osmio (Os), rutenio (Ru), especialmente uno o más de Pt, Pd y Rh.

En el contexto de la presente invención, los metales base pueden comprender cualquier metal base seleccionado entre cobre (Cu), plomo (Pb), níquel (Ni), zinc (Zn), hierro (Fe) y cobalto (Co), especialmente Cu, Co y Ni.

Material de partida

El material de partida para el método puede ser cualquier producto concentrado mineral que contiene metales preciosos, típicamente metales PGM y Au y Ag, especialmente un producto concentrado mineral que contiene metales PGM. El material de partida también se puede seleccionar de residuos de lixiviación que contienen metales preciosos, típicamente metales PGM y Au y Ag, especialmente residuos de lixiviación que contienen metales PGM.

5 Especialmente, el material de partida se puede seleccionar entre productos concentrados níquel-cobre, productos concentrados de PGM, productos concentrados de cobre y productos concentrados de níquel. El material de partida también se puede seleccionar entre residuos de lixiviación obtenidos de la lixiviación de productos concentrados níquel-cobre, productos concentrados de PGM, productos concentrados de cobre y productos concentrados de níquel.

10 En una realización de la invención, el material de partida puede ser un producto obtenido de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre. Dicho producto puede ser un mate obtenido directamente de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre, llevándose a cabo la fusión en un horno instantáneo o un horno eléctrico. Dicho producto puede ser también un mate sometido a un tratamiento adicional, tal como un producto de lixiviación obtenido de lixiviación atmosférica con ácido de dicho mate. El material de partida para el procedimiento de la invención puede ser el producto lixiviado como tal (sin separación sólido/líquido) o un residuo de lixiviación obtenido de la lixiviación (residuo de lixiviación sólido obtenido de la separación sólido/líquido del producto de lixiviación).

15 El material que porta níquel y/o cobre sometido anteriormente a fusión se puede seleccionar entre cualquier producto concentrado que contiene níquel, cobre, metales PGM, Au y Ag, especialmente productos concentrados minerales que contienen níquel, cobre y metales PGM. Especialmente, el material que porta níquel y/o cobre se puede seleccionar entre productos concentrados de níquel-cobre, productos concentrados de PGM, productos concentrados de cobre y productos concentrados de níquel.

20 La fusión del material que porta níquel y/o cobre se lleva a cabo típicamente en un horno instantáneo para obtener un mate y una escoria. El mate se somete a molienda, tras lo cual se introduce en lixiviación atmosférica con ácido. La escoria se puede someter a limpieza en un horno eléctrico, produciendo un mate limpio y una escoria adicional. El mate limpio también se somete a molienda y a continuación a lixiviación atmosférica con ácido. Un ácido típico utilizado en la lixiviación con ácido es el ácido sulfúrico.

#### Método

25 En la primera etapa de lixiviación a), el material de partida se somete a lixiviación a presión oxidativa formando un primer residuo sólido que contiene metales preciosos y una primera disolución de lixiviado. La lixiviación a presión oxidativa se lleva a cabo típicamente en presencia de una concentración de ácido de hasta 100 g/l. El ácido se puede seleccionar entre ácido sulfúrico, por ejemplo.

30 La lixiviación a presión oxidativa se lleva a cabo típicamente a una temperatura de 120 – 240°C, preferiblemente 200 – 220°C para los productos concentrados minerales definidos anteriormente y 140 – 190°C para los productos obtenidos de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre.

35 La presión aplicada en la lixiviación a presión oxidativa está, por normal general en el intervalo de 0,8 – 3 MPa (8 – 30 bares), preferiblemente 2,4 – 2,8 MPa (24 – 28 bares) para los productos concentrados minerales y 1,1 – 1,8 MPa (11 – 18 bares) para los productos obtenidos de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre. La lixiviación se lleva a cabo típicamente en un autoclave.

40 Además, la lixiviación a presión oxidativa requiere una fuente de oxidación, que se puede seleccionar entre oxígeno, aire enriquecido con oxígeno, aire o peróxido de hidrogeno. La sobrepresión parcial de oxígeno puede estar en el intervalo de 0,4 – 0,8 MPa (4 a 8 bares), por ejemplo, aproximadamente 0,6 MPa (6 bares).

La lixiviación a presión oxidativa puede ir seguida de una fase de curado en caliente, en donde la temperatura disminuye a un intervalo de 85 a 95°C, preferiblemente aproximadamente 90°C.

45 En la etapa de lixiviación a presión oxidativa a), los metales base (tales como cobre, cobalto y níquel) son lixiviados en una disolución formando una primera disolución de lixiviado. Los metales preciosos (tales como platino, paladio y rodio, así como oro y plata) permanecen en el residuo lixiviado formando un primer residuo sólido que contiene metales preciosos.

Tras la etapa de lixiviación a presión oxidativa a), el método comprende una separación sólido-líquido b), donde el primer residuo sólido que contiene metales preciosos se separa de la primera disolución de lixiviado.

50 La segunda etapa de lixiviación c) del método de la invención comprende la lixiviación atmosférica con haluro del primer residuo sólido que contiene metales preciosos, obtenidos en la etapa a). La etapa de lixiviación atmosférica con haluro c) se lleva a cabo típicamente en las siguientes condiciones:

(i) el licor de lixiviación es una disolución acuosa que contiene iones cúpricos ( $\text{Cu}^{2+}$ ) disueltos, cloro ( $\text{Cl}^-$ ) y bromo ( $\text{Br}^-$ ),

(ii) el pH está dentro de un intervalo donde los iones cúpricos no precipitan,

(iii) el potencial de oxidación es al menos 450 mV Pt frente a Ag/AgCl, típicamente al menos 500 mV Pt frente a Ag/AgCl, más típicamente al menos 550 mV Pt frente a Ag/AgCl.

La lixiviación atmosférica con haluro se puede llevar a cabo a una temperatura de al menos 50°C, preferiblemente de 88 a 100°C.

5 La lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a un pH de menos de 2,6, preferiblemente menos de 2,2.

La lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a una concentración de HCl de menos de 100 g/l, típicamente menos de 50 g/l.

La lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a una acidez de la disolución, que está entre un pH 2,6 y una concentración de ácido HCl de 100 g/l.

10 Típicamente la acidez de la disolución está entre un pH 2,2 y una concentración de ácido HCl de 50 g/l.

En la lixiviación atmosférica con haluro, se proporciona una fuente de oxidación en el licor de lixiviación con haluro. La fuente de oxidación puede ser una alimentación de oxígeno, una alimentación de aire enriquecido con oxígeno, una alimentación de aire o una alimentación de peróxido de hidrógeno a la disolución. El propósito de la fuente de oxidación es permitir que el cobre de la disolución se mantenga en forma de iones  $2^+$ .

15 Las concentraciones de  $Cu^{2+}$ ,  $Cl^-$  y  $Br^-$  en el licor de lixiviación con haluro son típicamente en el intervalo de 10 – 120 g/l de  $Cu^{2+}$ , 50 – 300 g/l de  $Cl^-$  y 1 – 120 g/l de  $Br^-$ . Más típicamente la concentración de  $Br^-$  en el licor de lixiviación con haluro es típicamente en el intervalo de 35 – 80 g/l de  $Br^-$ . La presencia de iones  $Br^-$  en la etapa de lixiviación atmosférica da como resultado la formación de complejos, que mejora adicionalmente la recuperación de PGM y oro y plata.

20 El método puede comprender adicionalmente alimentar gas cloro a la lixiviación atmosférica con haluro, opcionalmente junto con oxígeno como fuente de oxidación para mantener el potencial de oxidación a un nivel deseado.

Las condiciones de la lixiviación atmosférica con haluro posibilitan que no sea necesaria una etapa separada de oxidación en azufre, tal como un tostado, en todo el procedimiento. En el presente método, el azufre posiblemente presente en el material que se va a lixiviar en la lixiviación atmosférica con haluro no se oxida hasta el punto de causar grandes costes de reactivos. El azufre puede oxidarse ya en la etapa de lixiviación a presión oxidativa dependiendo de la materia prima.

25 El método puede comprender adicionalmente una etapa d) de separación de la segunda disolución de lixiviado que contiene metales preciosos del segundo residuo sólido mediante separación sólido-líquido.

30 Además, el método puede comprender adicionalmente la recuperación uno o más metales preciosos de la segunda disolución de lixiviado obtenida en la etapa de lixiviación atmosférica con haluro c). La recuperación de metales preciosos se lleva a cabo por métodos convencionales, tales como precipitación, intercambio iónico y extracción con disolvente.

En una realización de la invención, la segunda disolución de lixiviado empobrecida en metales preciosos (tras la recuperación de los metales preciosos) puede hacerse circular hacia la etapa de lixiviación atmosférica con haluro c).

35 Cuando el material de partida es un producto lixivado de lixiviación atmosférica con ácido de un mate obtenido de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre, el segundo residuo sólido (el residuo de la lixiviación atmosférica con haluro c) puede hacerse circular hacia la fusión del material que porta níquel y/o cobre. Además, la primera disolución de lixivado (el producto líquido de la lixiviación a presión oxidativa) se puede hacer circular hacia la lixiviación atmosférica con ácido. Cuando el producto lixivado introducido en la lixiviación oxidativa a presión es un residuo lixivado sólido de la lixiviación atmosférica con ácido, el correspondiente producto líquido se puede introducir en la recuperación de metales base.

Además, el método puede comprender adicionalmente la recuperación de uno o más metales base de la primera disolución de lixivado obtenida en la etapa de lixiviación a presión oxidativa (a). La recuperación de los metales base se lleva a cabo mediante métodos convencionales.

45 En una realización de la invención, la primera disolución de lixivado empobrecida en metales base (tras la recuperación de los metales base) se puede hacer circular hacia la etapa de lixiviación a presión oxidativa a).

Realizaciones de las Figuras 1 y 2

50 A continuación, la invención se ilustra mediante la referencia a la Figura 1. La Figura 1 es una realización ilustrativa de la invención, que comprende la recuperación de los metales PGM, Au y Ag y también la recuperación de metales base Cu, Co y Ni. De acuerdo con la Figura 1, un producto concentrado PGM (5) se introduce en la lixiviación a presión oxidativa (lixiviación POX 10). La lixiviación a presión oxidativa se lleva a cabo en presencia de una disolución ácida (ácido sulfúrico acuoso) proporcionado por una corriente de  $H_2SO_4$  (7) y una corriente de agua (8). El producto lixivado

de la lixiviación POX (10) (que comprende una disolución de lixiviado que contiene metales base y un residuo sólido que contiene metales PGM, Au y Ag) se introduce en una separación sólido/líquido (S/L 20), donde la disolución de lixiviado y el residuo sólido se separan una de otro.

5 El residuo sólido que contiene metales PGM, Au y Ag de la separación sólido/líquido (20) se introduce en la lixiviación con haluro (30). El producto lixiviado de lixiviación con haluro (30) (que comprende un residuo sólido y una segunda disolución de lixiviado que comprende metales PGM, Au y Ag) se introduce en la separación sólido/líquido (S/L 40). El residuo lixiviado sólido se recupera como residuo de lixiviación (45). La disolución de lixiviado que contiene metales PGM, Au y Ag de la separación sólido/líquido (40) se introduce en la recuperación de metales PGM, Au y Ag (recuperación de PGM, Au, Ag 60). Se recupera un producto que contiene metales PGM, Au y Ag (65). La disolución obtenida de la recuperación de PGM, Au, Ag y empobrecida en metales PGM, Au y Ag se hace circular hacia la lixiviación con haluro (30).

La disolución de lixiviado que contiene metales base (de la separación sólido/líquido 20) se introduce en una etapa de recuperación de metales base (recuperación de Cu, Co, Ni 50), donde Cu, Co y Ni (55) se separan y se recuperan de la disolución restante (56).

15 A continuación, la invención se ilustra mediante la referencia a la Figura 2. La Figura 2 es una realización ilustrativa de la invención, que comprende la fusión, la molienda y la lixiviación atmosférica con ácido como etapas de pretratamiento previas a la lixiviación POX y la lixiviación atmosférica con haluro. De acuerdo con la Figura 2, se introduce un material con comportamiento de níquel (producto concentrado de níquel) en la fundición en horno instantáneo (1'). Se produce un mate y una escoria. El mate se introduce en la molienda (2') y de ahí a la lixiviación atmosférica con ácido (3'). La escoria de la fusión rápida en horno se somete a limpieza en un horno eléctrico (1''). El mate obtenido de esta manera se introduce en la molienda (2'') y a continuación en la lixiviación atmosférica con ácido (3'). El producto lixiviado obtenido de la lixiviación atmosférica con ácido se introduce en la lixiviación POX (10), tras lo cual el método prosigue de la misma manera que en la Figura 1. El residuo de lixiviación (45) obtenido de la segunda separación sólido/líquido (40) se hace circular hacia la fusión (1').

25 En una realización alternativa de la Figura 2 (no mostrada en la Figura 2), el producto lixiviado de la lixiviación atmosférica con ácido se puede someter a separación sólido/líquido, tras lo cual el residuo lixiviado sólido se introduce en la lixiviación POX (10), mientras la disolución se introduce en la recuperación de metales base (recuperación de Cu, Co y Ni 50). En una realización alternativa adicional de la Figura 2 (no mostrada en la Figura 2), el producto líquido de la primera separación sólido/líquido (20) se puede hacer circular hacia la lixiviación atmosférica con ácido (3').

30 Equipo

El equipo para separar metales preciosos de un material de partida, comprende

- a) una primera unidad de lixiviación, que se adapta para formar un primer residuo sólido que contiene metales preciosos y una primera disolución de lixiviado por lixiviación a presión oxidativa, conectada a
- 35 b) una primera unidad de separación, que se adapta para separar el primer residuo sólido de la primera disolución de lixiviado mediante separación sólido/líquido, y conectada a
- c) una segunda unidad de lixiviación, que se adapta para formar una segunda disolución de lixiviado que contiene metales preciosos y un segundo residuo sólido del primer residuo sólido mediante lixiviación atmosférica con haluro.

40 En una realización la unidad a) se conecta directamente a la unidad b) y la unidad b) se conecta directamente a la unidad c). De acuerdo con una realización la conexión de las unidades directamente una tras otra significa que no son necesarias otras unidades de procesamiento que impliquen reacciones que afecten a la disolución de los minerales entre las unidades a), b) y c). Un ejemplo típico de tal unidad de procesamiento es por ejemplo el tostado.

De acuerdo con una realización el equipo consiste en las unidades a), b) y c).

45 En una realización la primera unidad de lixiviación está precedida por una unidad de fusión y una unidad de lixiviación atmosférica.

En una realización adicional la primera unidad de lixiviación se proporciona adicionalmente con medios para realizar una fase de curado en caliente.

50 En otra realización adicional más, la segunda unidad de lixiviación está seguida de una segunda unidad de separación, que se adapta para separar la segunda disolución de lixiviado que contiene metales preciosos del segundo residuo sólido mediante separación sólido-líquido.

En otra realización adicional más, la segunda unidad de separación está seguida de una unidad de recuperación adaptada para recuperar uno o más metales preciosos de la segunda disolución de lixiviado.

En otra realización adicional más, la unidad de recuperación se proporciona con medios adaptados para hacer circular

la disolución empobrecida en metales preciosos a la segunda unidad de lixiviación.

En otra realización adicional más, la segunda unidad de separación se proporciona con medios para hacer circular el segundo residuo lixiviado a la unidad de fusión.

5 En otra realización adicional más, el equipo comprende adicionalmente una unidad de recuperación adicional adaptada para recuperar uno o más metales base de la primera disolución de lixiviado.

En otra realización adicional más, la unidad de recuperación adicional se proporciona con medios para hacer circular la disolución empobrecida en metales base a la primera unidad de lixiviación.

10 El equipo comprende una concentración de HCl de menos de 100 g/l, típicamente menos de 50 g/l. en la unidad de lixiviación atmosférica con haluro. La unidad de lixiviación atmosférica con haluro comprende una acidez de la disolución entre pH 2,6 y una concentración de ácido HCl de 100 g/l. Típicamente la acidez de la disolución se encuentra entre pH 2,2 y una concentración de ácido HCl de 50 g/l.

**Ejemplos**

15 Los ensayos de lixiviación se llevaron a cabo para dos productos concentrados PGM distintos como materia prima: "producto concentrado PGM 1" (PGM 1, ensayo 1) y "producto concentrado PGM 2" (PGM 2, ensayo 2). La lixiviación se efectuó en dos etapas. En la primera etapa de lixiviación, los metales base se disolvieron utilizando lixiviación a presión oxidativa (lixiviación POX). En la segunda etapa de lixiviación, los metales PGM, oro y plata se disolvieron utilizando lixiviación atmosférica con haluro.

1. Ensayo de lixiviación POX

20 Los ensayos de lixiviación a presión oxidativa (POX) para ambas materias primas se llevaron a cabo en un autoclave con dos concentraciones de ácido iniciales. Las condiciones se presentan en la Tabla I.

Tabla I Condiciones de ensayo de lixiviación POX

	Ensayo 1	Ensayo 2
Producto concentrado	PGM 1	PGM 2
conc. de ácido (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), g/l	10	150
Volumen total, l	2,7	2,7
Temperatura, °C	210	210
Sobrepresión de oxígeno, MPa (bares)	0,6 (6)	60,6 (6)
Presión total, MPa (bares)	2,6 (26)	2,6 (26)

La composición química de los productos concentrados PGM 1 y 2 se muestran en la Tabla II.

Tabla II Composición química de los productos concentrados PGM 1 y 2

	Ag,	Au,	Co,	Cu,	Fe,	Ni,	Pd,	Pt,	Rh,
	ppm	ppm	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm
PGM 1	36,0	1,8	0,09	6,8	31,5	2,0	18,9	26,0	0,7
PGM 2	47,8	5,9	0,16	8,2	26,0	10,1	65,3	17,0	-

25 La Tabla III muestra los resultados del ensayo de lixiviación POX. Se disolvió casi todo el cobalto, el cobre y el níquel. Los rendimientos de metales base se aproximaron a 100% después de ambos ensayos de lixiviación POX. El rendimiento de hierro fue aproximadamente 25% en el primer ensayo porque el hierro precipitó en forma de hematita en el autoclave (donde se llevó a cabo la lixiviación POX). En el ensayo 2, el rendimiento de hierro fue aproximadamente 98%.

30 El Oro y la plata no se disolvieron en la lixiviación POX. El Paladio y el platino no se disolvieron esencialmente en la lixiviación POX. Una pequeña parte de rodio se disolvió en la lixiviación POX.

Tabla III Rendimiento de los metales después de la lixiviación POX (%)

	producto concentrado PGM 1	producto concentrado PGM 2
Ag	0	0
Au	0	0
Co	>98,3	94,0
Cu	99,5	99,8
Fe	25,7	98,7
Ni	96,1	99,9
Pd	<0,2	<0,1
Pt	5,7	41,7
Rh	16,9	-

2. Ensayo de lixiviación atmosférica con haluro

5 Los ensayos de lixiviación con haluro de los residuos obtenidos de la lixiviación POX anteriormente se llevan a cabo en condiciones atmosféricas a 98°C. Las condiciones se presentan en la Tabla IV.

Tabla IV Condiciones de ensayo de la lixiviación con haluro

	Ensayo 1	Ensayo 2
Producto concentrado	PGM 1	PGM 2
Concentración de Cu, g/l	100	100
Concentración de Br <sup>-</sup> , g/l	80	80
Concentración de Cl <sup>-</sup> , g/l	225	225
Temperatura, °C	98	98
pH, -	1,7	1,7
Redox, mV	≥450	≥450

10 En el primer ensayo, la materia prima fue un residuo que contenía hematita del primer ensayo de lixiviación POX. En el segundo ensayo, la materia prima fue un residuo con escasa concentración de hierro del segundo ensayo de lixiviación POX. Las composiciones de las materias primas se muestran en la Tabla V.

Tabla V Composiciones químicas de los residuos de la lixiviación POX

	Ag,	Au,	Fe,	Pd,	Pt,	Rh,
	ppm	ppm	%	ppm	ppm	ppm
Producto concentrado PGM 1	466,2	28,0	44,8	35,4	46,0	1,1
Producto concentrado PGM 2	1025,1	56,5	1,1	157,8	31,1	-

Los resultados de los ensayos de lixiviación con haluro se muestran en la Tabla VI.

15 Los rendimientos de paladio, oro y plata fueron los mismos en el segundo ensayo que en el primer ensayo. El rendimiento de platino fue aproximadamente 87% y 67%, respectivamente. El rendimiento de rodio fue aproximadamente 95%.



Tabla VI Rendimientos de los metales PGM, oro y plata después de la lixiviación con haluro (%)

	Producto concentrado PGM 1	Producto concentrado PGM 2
<b>Ag</b>	99,8	99,96
<b>Au</b>	99,7	99,58
<b>Pd</b>	98,9	95,52
<b>Pt</b>	87,0	66,96
<b>Rh</b>	95,3	-

La invención y sus realizaciones no se limitan a los ejemplos descritos anteriormente, pero pueden variar dentro del alcance de las reivindicaciones.

## REIVINDICACIONES

1. Un método para separar metales preciosos de un material de partida, cuyo método comprende las etapas de
- a) someter el material de partida a lixiviación a presión oxidativa formando un primer residuo sólido que contiene metales preciosos y una primera disolución de lixiviado
- 5 b) separar el primer residuo sólido que contiene metales preciosos de la primera disolución de lixiviado mediante separación sólido-líquido, y
- c) someter el primer residuo sólido que contiene metales preciosos a lixiviación atmosférica con haluro, en donde los metales preciosos se lixivian en una disolución formando una segunda disolución de lixiviado que contiene metales preciosos y un segundo residuo sólido y en donde la lixiviación atmosférica con haluro se realiza a una acidez de la
- 10 disolución entre pH menor que 2,6 y una concentración de HCl de menos de 100 g/l y en las siguientes condiciones:
- (i) el licor de lixiviación es una disolución acuosa que contiene iones cúpricos disueltos ( $\text{Cu}^{2+}$ ), cloruro ( $\text{Cl}^-$ ) y bromuro ( $\text{Br}^-$ ),
- (ii) el pH está dentro de un intervalo donde el ion cúprico no precipita,
- (iii) el potencial de oxidación es al menos 450 mV Pt frente a Ag/AgCl, típicamente al menos 500 mV Pt frente a Ag/AgCl, más típicamente al menos 550 mV Pt frente a Ag/AgCl.
- 15 2. El método según la reivindicación 1, en donde los metales preciosos comprenden metales del grupo del platino (metales PGM).
3. El método según la reivindicación 1, en donde los metales preciosos comprenden metales PGM.
4. El método según la reivindicación 2 o 3, en donde los metales PGM comprenden uno o más de Pt, Pd y Rh.
- 20 5. El método según la reivindicación 1, en donde el material de partida es un producto concentrado que contiene metales preciosos, especialmente metales PGM y Au y Ag.
6. El método según la reivindicación 1, en donde el material de partida es un producto concentrado que contiene metales PGM.
7. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el material de partida se selecciona entre productos concentrados de níquel-cobre, productos concentrados de PGM, productos concentrados de cobre y productos concentrados de níquel.
- 25 8. El método según la reivindicación 1, en donde el material de partida es un producto obtenido de la fusión de un material que porta níquel y/o cobre.
9. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación a presión oxidativa a) se lleva a cabo en presencia de una concentración de ácido de hasta 100 g/l.
- 30 10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación a presión oxidativa a) se lleva a cabo a una temperatura de 120 – 240°C.
11. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación a presión oxidativa a) se lleva a cabo a una presión de 0,8 – 3 MPa (8 – 30 bares).
- 35 12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la etapa de lixiviación a presión oxidativa (a) adicionalmente comprende una fase de curado en caliente, en donde la temperatura se reduce a un intervalo de 85 a 95°C, preferiblemente aproximadamente 90°C.
13. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación atmosférica con haluro c) se lleva a cabo a una temperatura de al menos 50°C, preferiblemente de 88 a 100°C.
- 40 14. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a un pH de menos de 2,2.
15. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a una concentración de HCl de menos de 50 g/l, típicamente la lixiviación atmosférica con haluro se lleva a cabo a una acidez de la disolución entre pH 2,6 y una concentración de ácido HCl de 100 g/l, más típicamente entre pH 2,2 y una concentración de ácido HCl de 50 g/l.
- 45 16. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lixiviación atmosférica con haluro c) se lleva a cabo proporcionando una fuente de oxidación.

17. El método según la reivindicación 16, en donde la fuente de oxidación es una alimentación de oxígeno, una alimentación de aire enriquecido con oxígeno, una alimentación de aire o una alimentación de peróxido de hidrogeno a la disolución.
- 5 18. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el método adicionalmente comprende alimentar gas cloro a la lixiviación atmosférica con haluro, opcionalmente junto con oxígeno.
19. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las concentraciones de  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Cl}^-$  y  $\text{Br}^-$  en el licor de lixiviación atmosférica con haluro es 10 – 120 g/l  $\text{Cu}^{2+}$ , 50 – 300 g/l  $\text{Cl}^-$  y 1 – 120 g/l  $\text{Br}^-$ .
20. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la concentración de  $\text{Br}^-$  en el licor de lixiviación atmosférica con haluro es 35 – 80 g/l  $\text{Br}^-$ .
- 10 21. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el método comprende una etapa adicional d) de separación de la segunda disolución de lixiviado que contiene metales preciosos del segundo residuo sólido mediante separación sólido-líquido.
22. El método según la reivindicación 21, en donde el método adicionalmente comprende recuperar uno o más metales preciosos de la segunda disolución de lixiviado.
- 15 23. El método según la reivindicación 22, en donde la segunda disolución de lixiviado empobrecida en metales preciosos se hace circular en la etapa de lixiviación atmosférica con haluro c).
24. El método según las reivindicaciones 8 y 21, en donde el segundo residuo sólido es se hace circular en la fusión de material que porta níquel y/o cobalto.
- 20 25. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la primera disolución de lixiviado obtenida en la etapa a) es una disolución que contiene metales base.
26. El método según la reivindicación 25, en donde el método adicionalmente comprende recuperar uno o más metales base de la primera disolución de lixiviado.
27. El método según la reivindicación 26, en donde la primera disolución de lixiviado empobrecida en metales base se hace circular en la etapa de lixiviación a presión oxidativa a).
- 25 28. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 25 a 27, en donde los metales base comprenden uno o más de Cu, Co y Ni.
29. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la etapa b) se lleva a cabo directamente después de la etapa a) y la etapa c) se lleva a cabo directamente después de la etapa b).

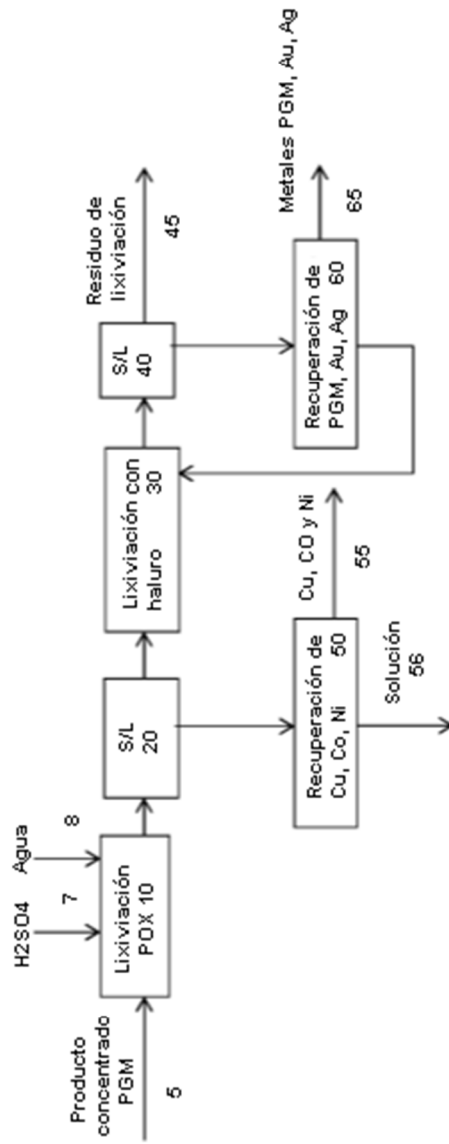


Figura 1. Diagrama de bloques de la lixiviación de metales PGM, Au y Ag y metales base con lixiviación a presión oxidativa y lixiviación atmosférica con haluro de un producto concentrado PGM.

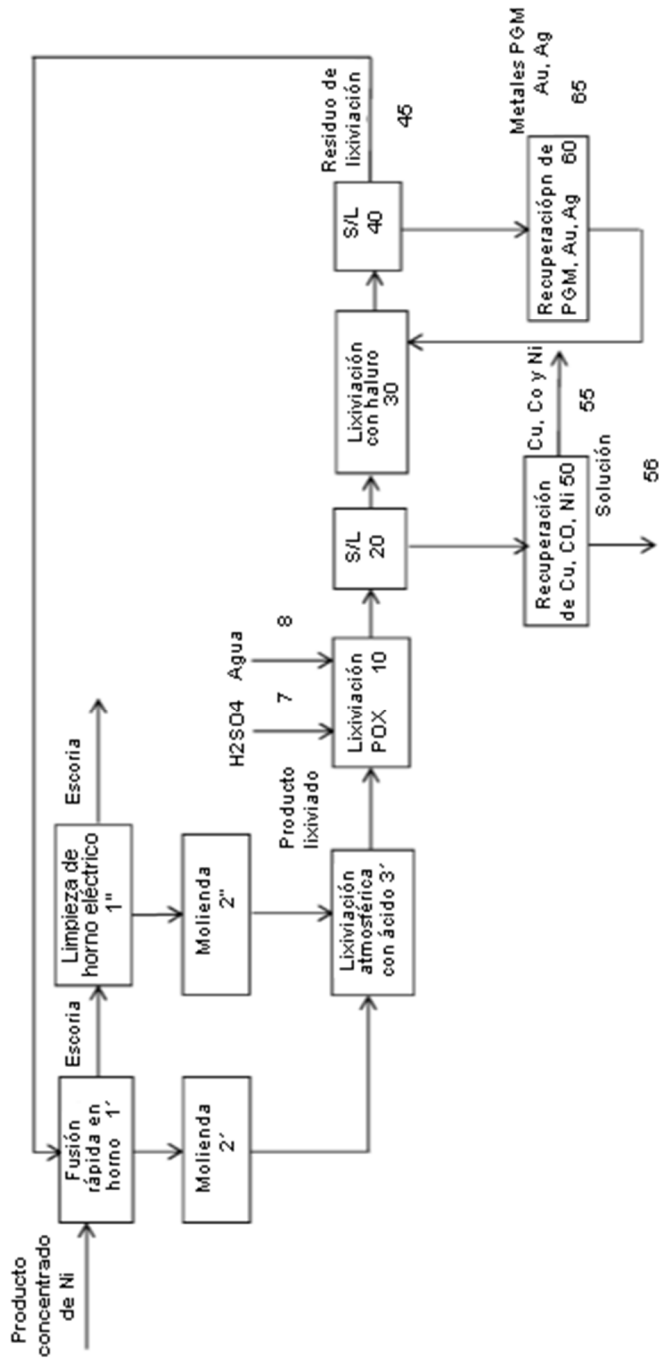


Figura 2. Diagrama de bloques de la lixiviación de metales PGM, Au y Ag y metales base con lixiviación a presión oxidativa y lixiviación atmosférica con haluro de un producto concentrado de Ni fundido.