

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 799 521**

51 Int. Cl.:

B01D 17/04 (2006.01)
B01D 39/06 (2006.01)
B01D 24/00 (2006.01)
C02F 1/40 (2006.01)
C22B 3/22 (2006.01)
B01D 29/00 (2006.01)
C02F 103/06 (2006.01)
B01D 24/10 (2006.01)
B01D 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.03.2016 PCT/FI2016/050147**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **14.09.2017 WO17153627**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.03.2016 E 16893352 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.04.2020 EP 3426371**

54 Título: **Eliminación de disolventes orgánicos de corrientes de proceso acuoso**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
18.12.2020

73 Titular/es:
**OUTOTEC (FINLAND) OY (100.0%)
Rauhalanpuisto 9
02230 Espoo, FI**

72 Inventor/es:
**KUOSA, MARKKU;
HÄKKINEN, ANTTI;
TANTTU, LEENA;
JAUHIAINEN, TIMO y
EKBERG, BJARNE**

74 Agente/Representante:
ISERN JARA, Jorge

ES 2 799 521 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

Eliminación de disolventes orgánicos de corrientes de proceso acuoso

5 Campo de la invención

La presente invención se relaciona con la eliminación de disolvente o disolventes orgánicos de corrientes de proceso acuoso que comprenden el mismo, y más particularmente al uso de gránulos de vidrio para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos.

10

Antecedentes de la invención

La eliminación de disolventes orgánicos de corrientes de proceso acuoso que comprenden los mismos, se requiere en particular en la recuperación de metales mediante lixiviación, en donde las soluciones de electrolitos resultantes de la lixiviación de materiales de partida que contienen metales, como minerales y concentrados, son purificados antes de las etapas de procesamiento adicionales, como la electrodeposición.

15

Típicamente, la eliminación de los disolventes orgánicos se logra haciendo pasar las corrientes de proceso acuoso que comprenden disolventes orgánicos a través de un filtro que comprende partículas de antracita. Al entrar en contacto con las partículas de antracita en el filtro, los compuestos orgánicos forman pequeñas gotitas en el líquido que se unen formando gotitas más grandes. A cierto tamaño de gotita, la fuerza de flotación levantará la gotita de la superficie de antracita y la gotita se moverá hacia la superficie del líquido donde se recolecta una capa de materia orgánica.

20

Uno de los problemas asociados con el uso de partículas de antracita para separar los orgánicos de la corriente de proceso acuosa es que, para garantizar una buena eliminación de los compuestos orgánicos, el flujo a través del lecho de antracita debe ser lo suficientemente bajo como para dar suficiente tiempo de residencia para que la coalescencia tome lugar. Típicamente, el flujo de la sección transversal, es decir, la velocidad de filtración de la sección transversal en el filtro es de aproximadamente 12 m/h. Esto significa que se deben usar cantidades bastante grandes de antracita para obtener una buena filtración.

25

30

Un problema adicional es que la antracita se puede usar solo durante aproximadamente un año si se regenera adecuadamente con retrolavado con agua y/o burbujas de aire. Tras la limpieza, la antracita se somete a desgaste mecánico y las partículas de antracita tienden a dañarse. Después de esto, la antracita debe tratarse como desecho peligroso que debe destruirse ya que no es posible la regeneración para su reutilización. Los tratamientos de la técnica anterior de corrientes acuosas a través de filtros se divulgan en los documentos US5427605 y US5273654.

35

Breve descripción de la invención

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un método que separe el disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprenda disolvente o disolventes orgánicos para superar los problemas anteriores. Los objetivos de la invención se logran mediante un método, uso y un proceso que se caracterizan por lo que se establece en las reivindicaciones independientes. Las realizaciones preferidas de la invención se divulgan en las reivindicaciones dependientes.

40

45

La invención se basa en la sorprendente comprensión de que al pasar una corriente acuosa que comprende disolvente o disolventes orgánicos que es una solución electrolítica resultante de un proceso de lixiviación de metal a través de un lecho granular que comprende gránulos de vidrio, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor que 1.0 mm, separan efectivamente disolventes orgánicos de la corriente acuosa. El uso de dichos gránulos de vidrio soporta reacciones de coalescencia excepcionalmente bien y permite flujos mucho más altos en comparación con la antracita. También permite ejecutar el proceso de filtración en un recipiente o tanque de filtro que con una sección transversal considerablemente más pequeña en comparación con la antracita.

50

55 Breve descripción de los dibujos

A continuación, la invención se describirá con mayor detalle por medio de realizaciones preferidas con referencia a los dibujos adjuntos, en los que

60 la Figura 1 muestra un filtro de medio doble;

la Figura 2 muestra resultados comparativos de pruebas de separación;

la Figura 3 muestra resultados de la prueba de separación con diferentes ratas de flujo.

65

Descripción detallada de la invención

Aquí se proporciona un método para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos que comprende pasar dicha corriente acuosa que comprende disolvente o disolventes orgánicos que es una solución electrolítica resultante de un proceso de lixiviación de metal a través de un lecho granular que comprende (a) gránulos de vidrio, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 1.0 mm. El presente método es particularmente adecuado para soluciones electrolíticas resultantes de un proceso de lixiviación de metales.

El término "gránulo de vidrio" se refiere a partículas de vidrio que tienen el diámetro de partícula máximo definido. Los gránulos de vidrio pueden ser de cualquier forma. Sin embargo, en un ejemplo preferido, el radio máximo de partículas para cada dimensión está dentro de una tolerancia de 0.25 mm, es decir, el contorno de dichos gránulos de vidrio es esférico, pero puede tener depresiones que exceden la dicha tolerancia, es decir, el radio y/o diámetro de las partículas en la dicha depresión es significativamente más pequeño que el radio máximo de partículas en el contorno esférico de la partícula de vidrio. En un ejemplo preferido, dichos gránulos de vidrio son esféricos, más preferiblemente tienen una tolerancia de redondez menor que 0.25 mm. En otro ejemplo, los gránulos de vidrio son planos, preferiblemente con un diámetro de partícula mínimo mayor que 0.1 mm. En un ejemplo, los gránulos de vidrio tienen forma de escamas. En un aspecto preferido de este ejemplo, el radio máximo de partículas está dentro de una tolerancia de 0.25 mm, es decir, el contorno de dichos gránulos de vidrio es circular, pero puede tener depresiones que exceden dicha tolerancia, es decir, el radio y/o diámetro de partículas en dicha depresión es significativamente menor que el radio máximo de partícula en el contorno circular de la partícula de vidrio.

El término "diámetro máximo de partícula" se refiere a la dimensión máxima de la partícula referida, es decir, el gránulo de vidrio. El diámetro de partícula y la distribución del tamaño y la desviación de los gránulos de vidrio se determinan mediante el dimensionamiento de partículas de diferenciación láser, en particular de acuerdo con la norma ISO 13320:2009, por ejemplo, mediante el uso de un analizador de tamaño de partículas láser Mastersizer 3000 de Malvern Instruments.

El término "comprende" como se usa aquí y en lo sucesivo, describe los constituyentes referidos de una manera no limitativa, por ejemplo, el presente método que comprende etapas de método definidas, consiste, al menos, en dichas etapas, pero puede adicionalmente, cuando se desee, comprender otras etapas de método. Sin embargo, el método que comprende las etapas del método definidas puede consistir solo en dichas etapas del método. El término "comprende" se usa además para reflejar que el lecho granular presente que comprende gránulos de vidrio puede contener, al menos, dichos gránulos de vidrio, pero puede adicionalmente, cuando se desee, comprender otros materiales que se usan convencionalmente en lechos granulares. Sin embargo, el lecho granular que comprende gránulos de vidrio definidos puede contener solo los gránulos de vidrio.

El lecho granular actualmente definido comprende (a) gránulos de vidrio que actúan como inductores de coalescencia en un lecho granular a través del cual pasa la corriente acuosa separada. El flujo de la corriente acuosa a través del lecho granular puede variar dependiendo del tamaño de los gránulos de vidrio, sin embargo, típicamente la velocidad de filtración de la sección transversal es de 10 a 80 m/h. El uso de los presentes gránulos de vidrio permite un flujo mayor que el uso del lecho de antracita convencional. Preferiblemente, la velocidad de filtración de la sección transversal es de 12 a 50 m/h, más preferiblemente de 15 a 60 m/h, incluso más preferiblemente de 20 a 40 m/h. El término "velocidad de filtración de la sección transversal" se refiere al flujo o rata de flujo a medida que la corriente acuosa pasa a través de la sección transversal horizontal del filtro. Por lo tanto, la velocidad de filtración de la sección transversal depende del diámetro del recipiente del filtro, es decir, el diámetro del lecho granular y puede expresarse igualmente por unidad m^3/m^2h , es decir, el volumen (m^3) que se mueve a través de una sección transversal (m^2) durante una unidad de tiempo (h).

Al menos el 90 %, más preferiblemente al menos el 95 %, de dichos gránulos de vidrio (a) tienen un diámetro de partícula máximo menor de 1.0 mm. Esto proporciona reacciones de coalescencia adecuadas y permite un flujo razonable de la corriente acuosa a través del lecho granular. El porcentaje se refiere a una mejor separación del disolvente o disolventes orgánicos y/o se pueden lograr flujos mayores cuando al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro máximo de partículas menor que 0.85 mm, preferiblemente menor que 0.8 mm, más preferiblemente menor que 0.7 mm. Además, preferiblemente al menos el 80 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 0.7 mm. Típicamente, al menos el 50 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 0.6 mm.

Si el lecho granular comprende muchos gránulos de vidrio demasiado pequeños, puede causar la interrupción del flujo a través del lecho granular. Por lo tanto, preferiblemente al menos el 50 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo mayor que 0.1 mm, preferiblemente mayor que 0.2 mm, más preferiblemente mayor que 0.3 mm, incluso más preferiblemente mayor que 0.4 mm. Más preferiblemente, al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro máximo de partículas mayor que 0.2 mm, preferiblemente mayor que 0.3 mm, más preferiblemente mayor que 0.4.

En un ejemplo preferido, al menos el 50 %, más preferiblemente al menos el 80 %, de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo de 0.3 a 0.7 mm.

ES 2 799 521 T3

Los presentes gránulos de vidrio pueden proporcionarse a partir de cualquier composición de vidrio. Típicamente los constituyentes principales de dichos gránulos de vidrio son SiO_2 , Na_2O y CaO .

5 Para realizar el presente método, se hace pasar una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos a través de un lecho granular que comprende (a) gránulos de vidrio definidos aquí. Típicamente, dicho lecho granular está dispuesto dentro de un recipiente de filtro.

10 En consecuencia, aquí se proporciona un filtro para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende dicho disolvente o disolventes orgánicos, que comprende

(a) un recipiente;

(b) un lecho granular en dicho recipiente que comprende

15 (i) gránulos de vidrio, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 1.0 mm; y

20 (c) medios para pasar fluido dentro de dicho recipiente, hacia abajo a través de dicho lecho granular y luego fuera de dicho recipiente.

Típicamente, el lecho granular comprende al menos una primera capa de gránulos de vidrio definidos aquí. Preferiblemente, el grosor de dicha primera capa es de 5 a 80 cm, más preferiblemente de 20 a 60 cm.

25 Además de los gránulos de vidrio definidos aquí, (a) el lecho granular puede comprender además (b) granate. Típicamente, el lecho granular comprende al menos una segunda capa de dicho granate. Dicha capa de granate está típicamente dispuesta debajo de la capa de gránulos de vidrio definidos aquí. La capa de granate elimina las partículas sólidas finas de la corriente acuosa que pasa a través del lecho granular. El grosor óptimo de la capa de granate depende de la cantidad y el tamaño de las partículas sólidas en la corriente de proceso acuoso que pasa a través del lecho granular. Es deseable que cuantos más sólidos en la corriente de proceso acuoso, más gruesa sea la capa de granate. Preferiblemente, el grosor de dicha segunda capa es de 30 a 50 cm.

35 El lecho granular puede comprender además (c) arena. Típicamente, el lecho granular comprende al menos una tercera capa de dicha arena. Dicha capa de arena está típicamente dispuesta debajo de la capa de granate discutida anteriormente (b). El grosor de la capa de arena depende del diámetro del recipiente de filtración, ya que típicamente el fondo del recipiente es convexo y la arena está dispuesta deseablemente para llenar el fondo. Típicamente, el espesor de dicha tercera capa es de 50 a 100 cm. La capa de arena actúa como soporte para la capa de gránulos de vidrio y la capa de granate opcional y cubre los medios para recolectar el fluido que ha pasado a través del lecho granular.

40 El presente filtro puede comprender además un dispositivo de fusión en dicho recipiente por encima de dicho lecho granular.

45 El filtro actualmente definido es preferiblemente un filtro de medio doble. La Figura 1 muestra un filtro de medio doble que comprende un recipiente 1 que contiene un lecho granular que consiste en una primera capa de gránulos 10 de vidrio, una segunda capa de granate 20 y una tercera capa de arena 30. Una corriente de proceso acuoso que comprende dicho disolvente o disolventes orgánicos se alimenta al filtro 1 a través de una entrada 101, se pasa a través del lecho granular que consiste en las capas 10, 20 y 30 y se retira del recipiente 1 a través de una primera salida 102. Los compuestos orgánicos comprendidos en la corriente del proceso acuoso se fusionan en la superficie de los gránulos de vidrio en la primera capa de gránulos de vidrio y se suben hacia la superficie del líquido donde se recolecta una capa de materia orgánica y se retira del recipiente 1 a través de una segunda salida 302. El lecho granular que consiste en las capas 10, 20 y 30 puede regenerarse con retrolavado con agua o corriente acuosa limpia, por ejemplo, electrolito limpio que se proporciona en el recipiente 1 a través de una segunda entrada 202 dispuesta en el fondo del recipiente 1 y retirada de una tercera salida 201 dispuesta en la parte superior del recipiente 1.

55 El efecto deseado del presente método se logra mediante el uso de los gránulos de vidrio definidos aquí. Por consiguiente, se proporciona aquí el uso de las partículas de vidrio definidas aquí para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos, en particular para separar disolvente o disolventes orgánicos de una solución electrolítica resultante de un proceso de lixiviación de metales.

60 Como el presente método es particularmente adecuado para separar disolvente o disolventes orgánicos de una solución electrolítica resultante de un proceso de lixiviación de metales, puede usarse dentro de un proceso de recuperación de metal (hidro) metalúrgico para purificar dicha solución electrolítica antes de someterla a una etapa de recuperación de metal.

65

Por consiguiente, aquí se proporciona además un método para recuperar metal o metales de un material de partida que comprende dicho metal o metales, que comprende

- 5 (i) lixiviar el material de partida en una solución de lixiviación para obtener una solución de lixiviación preñada;
- (ii) extraer el metal o metales de la solución de lixiviación preñada por una solución de extracción que comprende disolvente o disolventes orgánicos para obtener una solución orgánica que comprende el metal o metales;
- 10 (iii) depurar metal o metales de la solución orgánica que comprende el metal o metales con una solución acuosa para obtener una solución electrolítica que comprende dicho metal o metales;
- (iv) eliminar cualquier disolvente o disolventes orgánicos restantes de la solución electrolítica mediante un método de acuerdo con la reivindicación 1 para obtener una solución electrolítica purificada; y
- 15 (v) recuperar metal o metales de la solución electrolítica purificada.

Ejemplos

Ejemplo 1

20 El medio de filtro indicado se empaquetó en una columna. El grosor del medio filtrante fue el mismo en cada caso. La rata de flujo de una corriente electrolítica acuosa que contiene disolventes orgánicos, CuSO_4 y H_2SO_4 a través del área de la sección transversal del filtro fue de 19.6 m/h. La concentración de entrada de los disolventes orgánicos se varió como se indica. La Figura 2 muestra los resultados de probar la eficiencia de separación de los orgánicos a

25 través de la columna.

Los medios filtrantes de vidrio granulado probados fueron:

- 30 (1) Silibeads 0.5 -0.75 mm
- (2) Silibeads 0.4 -0.6 mm
- (3) Silibeads 0.25- 1.0 mm
- 35 (4) Cerablast 0.4 mm

Las partículas de referencia probadas fueron:

- 40 (5) Mullita 60 gránulos 0.5 mm
- (6) bolas de acero inoxidable de 0.5 mm
- (7) Antracita 0.9 mm

Ejemplo 2

La prueba descrita anteriormente se repitió a dos ratas de flujo diferentes para demostrar que un flujo incrementado no compromete la eficiencia de separación de las partículas de vidrio. La Figura 3 muestra los resultados de esta

50 prueba.

Los medios de filtro de gránulos de vidrio probados y las ratas de flujo fueron:

- (2) Silibeads 0.4-0.6 mm 19.6 m/h
- 55 (2b) Silibeads 0.4-0.6 mm 37.0 m/h
- (4) Cerablast 0.4 mm 19.6 m/h
- (4b) Cerablast 0.4 mm 37.0 m/h
- 60

Será evidente para una persona experimentada en la técnica que, a medida que avanza la tecnología, el concepto inventivo puede implementarse de diversas maneras. La invención y sus realizaciones no se limitan a los ejemplos descritos anteriormente, sino que pueden variar dentro del alcance de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos
- 10 que comprende pasar dicha corriente acuosa que comprende disolvente o disolventes orgánicos a través de un lecho granular que comprende gránulos de vidrio, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro máximo de partículas menor de 1.0 mm, y en donde la lixiviación de metal da como resultado una solución electrolítica en dicha corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos es esta solución electrolítica.
- 15 2. Un método como se reivindica en la reivindicación 1, en donde la velocidad de filtración de la sección transversal es de 10 a 80 m/h.
- 20 3. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 0.85 mm, preferiblemente menor de 0.8 mm, más preferiblemente menor de 0.7.
- 25 4. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde al menos el 50 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo mayor que 0.1 mm, preferiblemente mayor que 0.2 mm, más preferiblemente mayor que 0.3 mm, incluso más preferiblemente mayor que 0.4.
- 30 5. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro máximo de partículas mayor que 0.2 mm, preferiblemente mayor que 0.3 mm, más preferiblemente mayor que 0.4.
- 35 6. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde al menos el 80 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 0.7 mm.
- 40 7. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde al menos el 50 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 0.6 mm.
- 45 8. Un método como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde al menos 50 %, preferiblemente al menos 80 %, más preferiblemente al menos 90 %, de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro máximo de partícula de 0.3 a 0.7 mm.
- 50 9. Uso de partículas de vidrio para separar disolvente o disolventes orgánicos de una corriente de proceso acuoso que comprende disolvente o disolventes orgánicos, en donde al menos el 90 % de dichos gránulos de vidrio tienen un diámetro de partícula máximo menor de 1.0 mm, y en donde la lixiviación de metales da como resultado una solución electrolítica, la corriente de proceso acuosa que comprende disolvente o disolventes orgánicos es esta solución electrolítica.
- 55 10. Un método para recuperar metal o metales de un material de partida que comprende dicho metal o metales, que comprende
- (i) lixiviar el material de partida en una solución de lixiviación para obtener una solución de lixiviación preñada;
- (ii) extraer el metal o metales de la solución de lixiviación preñada por una solución de extracción que comprende disolvente o disolventes orgánicos para obtener una solución orgánica que comprende el metal o metales
- (iii) depurar metal o metales de la solución orgánica que comprende el metal o metales con una solución acuosa para obtener una solución electrolítica que comprende dicho metal o metales;
- (iv) eliminar cualquier disolvente o disolventes orgánicos restantes de la solución electrolítica mediante un método reivindicado en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para obtener una solución electrolítica purificada; y
- (v) recuperar metal o metales de la solución electrolítica purificada.

Figura 1

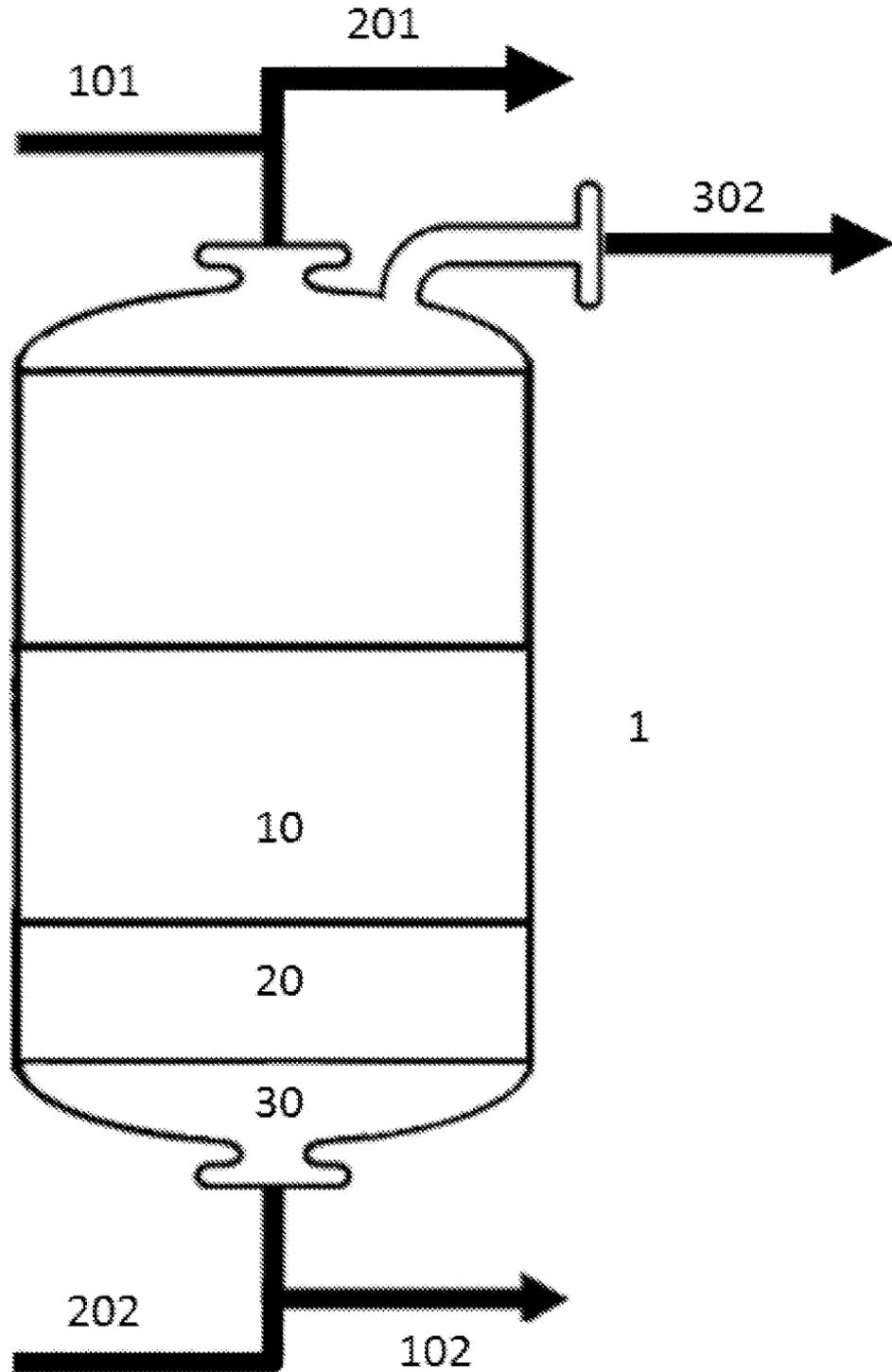


Figura 2

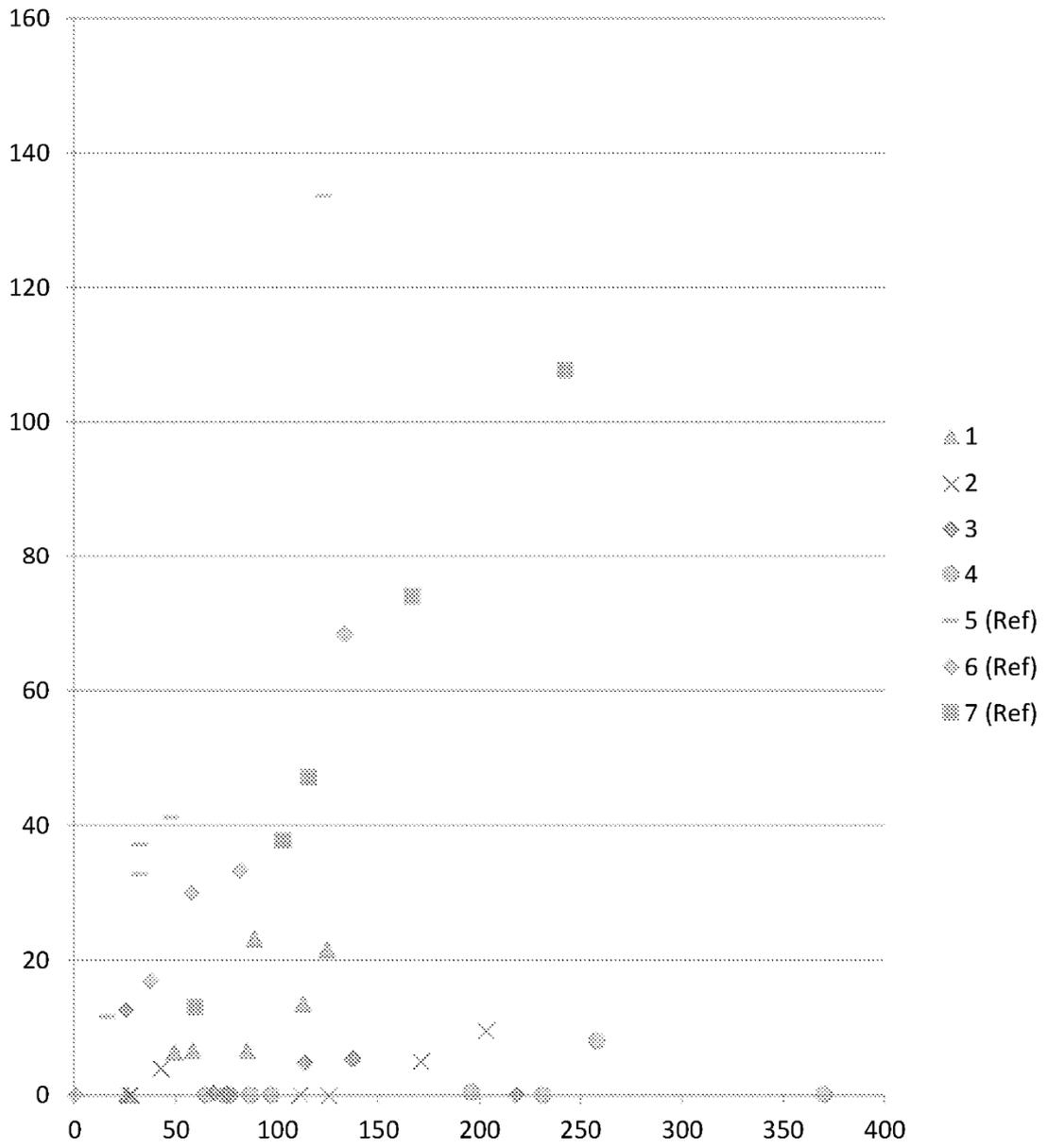


Figura 3

