

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 834 926**

51 Int. Cl.:

B01J 3/04 (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B08B 3/04 (2006.01)
B01J 19/02 (2006.01)
B01J 19/18 (2006.01)
B01J 3/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.02.2018** **PCT/KR2018/001950**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.07.2019** **WO19135442**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.02.2018** **E 18847135 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.10.2020** **EP 3533518**

54 Título: **Autoclave y método para eliminar sal de la autoclave**

30 Prioridad:

13.02.2018 KR 20180017920

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

21.06.2021

73 Titular/es:

**KOREA ZINC CO., LTD. (100.0%)
542 Gangnam-daero Gangnam-gu
Seoul 06110, KR**

72 Inventor/es:

LEE, JE JOONG

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 834 926 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

Autoclave y método para eliminar sal de la autoclave

5 Campo de la invención

La presente descripción se refiere a una autoclave y a un método para eliminar sal de la autoclave y, más en concreto, a una autoclave vertical y a un método para eliminar sal de la autoclave vertical. Se conoce una autoclave del documento "Gas-liquid Mass Transfer Data in a Stirred Autoclave Reactor", Industrial & Engineering Fundamentals, 10 1984, vol. 23, n.º 4, págs. 510-512. Otra autoclave se conoce del documento US 2 028 968 A.

Técnica anterior

Para llevar a cabo una reacción en condiciones de alta temperatura y presión, se necesita un aparato autoclave que sea un reactor de alta presión. De manera convencional, se han utilizado ampliamente autoclaves horizontales capaces de aumentar la capacidad al aumentar su longitud a la vez que mantienen o incluso disminuyen su diámetro con el fin de fabricar un aparato autoclave de gran capacidad. Tales autoclaves horizontales convencionales se describen en la publicación de patente internacional 2015/021524, la publicación de patente abierta a inspección pública 2015/0086450 y la patente US 9.732.400.

Una característica común de estas autoclaves horizontales es que el interior de una autoclave está dividido en varios compartimientos pequeños y cada uno de los compartimientos está provisto de un agitador independiente, incorporándose así varias autoclaves en una unidad simple. Tal autoclave horizontal puede ser ventajosa debido a que es fácil de fabricar la autoclave horizontal ya que es posible aumentar la capacidad del aparato al incrementarse el número de compartimientos, aunque su diámetro sea pequeño, y es posible accionar un aparato de gran capacidad usando agitadores de pequeño tamaño.

Sin embargo, en el caso de autoclaves horizontales, puede ser necesario instalar una pluralidad de agitadores en un aparato e instalar por separado un aparato para introducir oxígeno o similar para cada compartimiento, de modo que el número de boquillas necesarias o similares puede incrementarse y la velocidad de funcionamiento del aparato puede reducirse debido a fallos frecuentes del aparato.

Además, en el caso de autoclaves horizontales, la solución de proceso, que se ha hecho reaccionar en cada compartimiento, se debe suministrar sobre la parte superior de una pared de bloqueo instalada entre compartimientos adyacentes para ser trasladada al siguiente compartimiento. Sin embargo, debido a que la parte superior de la pared de bloqueo está expuesta a una parte de gas caliente, puede producirse una gran cantidad de sal en la parte superior de la pared de bloqueo debido a un fenómeno de evaporación de solución de proceso.

Además, debido a las características de la autoclave horizontal, una interfaz de contacto entre la solución de proceso y la capa de gas en la parte superior es grande. Debido a que la capa de gas se mantiene a una alta temperatura, se precipita una gran cantidad de sal debido al fenómeno de evaporación de solución de proceso en la superficie de la solución de proceso y una parte de la pared. Cuando la sal precipitada aumenta en forma de grumos, puede que el aparato falle. Por lo tanto, puede ser necesario detener el funcionamiento del aparato periódicamente y realizar el mantenimiento para eliminar la sal precipitada. Por lo tanto, las autoclaves horizontales tienen la desventaja de que se reduce notablemente la eficiencia de funcionamiento del aparato.

Además, debido a que las autoclaves horizontales tienen una estructura interna que se divide mediante paredes divisorias y se forman esquinas angulares en los respectivos compartimientos, la solución de proceso no se agita bien.

50 Breve descripción de la invención
Problema técnico

Un aspecto de la presente descripción consiste en proporcionar una autoclave vertical para usar en un proceso de zinc y similares, que pueda fabricarse de manera que tenga una gran capacidad, un bajo coste de fabricación y una alta resistencia a la abrasión contra suspensiones.

Otro aspecto de la presente descripción consiste en proporcionar una autoclave vertical para usar en un proceso de zinc y similares, que pueda fabricarse de manera que tenga una gran capacidad y pueda superar problemas tales como rotura y caída de ladrillos resistentes al ácido que se apilan en la misma.

Otro aspecto de la presente descripción es proporcionar una autoclave vertical para usar en un proceso de zinc y similares, que pueda fabricarse con una gran capacidad, que pueda facilitar la fabricación de un eje agitador y pueda suprimir la aparición de flexión del eje agitador o similar.

65

Solución técnica

- Una autoclave vertical de acuerdo con una realización de la presente descripción es una autoclave vertical para usar en un proceso húmedo de metal que incluye un puerto de entrada a través del cual se introduce una solución de proceso, un puerto de salida a través del cual se descarga la solución de proceso, un puerto de entrada de oxígeno a través del cual se suministra oxígeno a la solución de proceso, un agitador configurado para mezclar la solución de proceso.
- La autoclave vertical incluye una pared interna, una capa de ladrillo resistente a la abrasión y resistente al ácido apilada para extenderse desde una parte inferior de la pared interna hasta una parte lateral de la pared interna de modo que la parte inferior y la parte lateral de la pared interna sean revestidas con la capa de ladrillo resistente al ácido, y una capa de metal resistente al ácido revestida sobre una parte superior de la pared interna.
- La autoclave vertical puede tener un diámetro interno de 5,5 m o más.
- La autoclave vertical puede tener un volumen interno de 150 m³ o más.
- Un volumen de la solución de proceso puede ser de 100m³ o más cuando se acciona la autoclave vertical.
- La autoclave puede incluir además un anillo de tapa que cubra una parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido en la parte lateral de la pared interna.
- La autoclave puede incluir además una capa de membrana prevista entre la pared interna y la capa de ladrillo resistente al ácido, y la capa de membrana se puede proporcionar para extenderse entre la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido y el anillo de tapa.
- La autoclave puede incluir además una pluralidad de nervios que conecten el anillo de tapa y la capa de metal resistente al ácido.
- El anillo de tapa y la pluralidad de nervios se pueden formar del mismo material que la capa de metal resistente al ácido.
- Se pueden formar huecos entre la pluralidad de nervios, el anillo de tapa y la capa de metal resistente al ácido.
- El puerto de entrada se puede colocar en la parte superior de la pared interna, y el puerto de salida se puede colocar en la parte lateral de la pared interna.
- El puerto de entrada puede extenderse hasta un interior de la autoclave vertical, y cuando se acciona la autoclave vertical, un extremo del puerto de entrada se puede sumergir en la solución de proceso.
- El puerto de entrada y el puerto de salida se pueden colocar en la parte lateral de la pared interna, y el puerto de entrada se puede colocar en una posición más alta que el puerto de salida.
- El puerto de entrada de oxígeno se puede colocar en la parte inferior de la pared interna, y la autoclave vertical puede incluir además un conducto de entrada de oxígeno conectado al puerto de entrada de oxígeno, y un paso de agua de enfriamiento colocado para rodear el puerto de entrada de oxígeno.
- La autoclave vertical puede incluir además un conducto de vapor a alta presión que comunica con el conducto de entrada de oxígeno. El vapor se suministra a través del conducto de vapor a alta presión al puerto de entrada de oxígeno.
- Cuando se acciona la autoclave vertical, se puede ajustar un nivel de agua de la solución de proceso en la autoclave vertical para que sea más bajo que una parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido prevista en la parte lateral de la pared interna.
- La capa de metal resistente al ácido se puede revestir para que se extienda hasta un extremo superior de la parte lateral de la pared interna.
- En el extremo superior de la parte lateral de la pared interna, la capa de metal resistente al ácido puede extenderse entre la pared interna y la capa de ladrillo resistente al ácido.
- Un aparato autoclave de acuerdo con una realización de la presente descripción incluye una primera autoclave y una segunda autoclave, las cuales se conectan en serie.
- Cada una de la primera autoclave y la segunda autoclave es una autoclave vertical para usar en un proceso húmedo de un metal que incluye un puerto de entrada a través del cual se introduce una solución de proceso, un puerto de

salida a través del cual se descarga la solución de proceso, un puerto de entrada de oxígeno a través del cual se suministra oxígeno a la solución de proceso, un agitador configurado para mezclar la solución de proceso, y una pared interna, una capa de ladrillo resistente al ácido y a la abrasión apilada para extenderse desde una parte inferior de la pared interna hasta una parte lateral de la pared interna de manera que la parte inferior y la parte lateral de la pared interna se revisten con la capa de ladrillo resistente al ácido, y una capa de metal resistente al ácido revestida sobre una parte superior.

El aparato autoclave puede incluir además un tubo de conexión que conecta la primera autoclave y la segunda autoclave. El lado aguas arriba del tubo de conexión puede corresponder al puerto de salida de la primera autoclave, y el lado aguas abajo del tubo de conexión puede corresponder al puerto de entrada de la segunda autoclave.

Cuando se accionan la primera autoclave y la segunda autoclave, el puerto de salida de la primera autoclave se puede sumergir en una solución en la primera autoclave, y el puerto de entrada de la segunda autoclave se puede sumergir en una solución en la segunda autoclave.

La primera autoclave se puede instalar en una posición más alta que la segunda autoclave.

El aparato autoclave puede incluir además al menos un tanque flash conectado al puerto de salida de la segunda autoclave.

Un método de eliminación de sal de una autoclave vertical de acuerdo con una realización de la presente descripción incluye elevar un nivel de superficie de una solución de proceso en la autoclave vertical de un primer nivel a un segundo nivel de manera que la sal de la autoclave vertical se sumerja en la solución de proceso, y mantener el nivel de superficie de la solución en el segundo nivel.

La sal se disuelve en la solución mientras que el nivel de superficie de la solución se mantiene en el segundo nivel.

La sal puede ser soluble en agua.

El mantenimiento del nivel de superficie de la solución de proceso en el segundo nivel se realiza en un periodo comprendido entre una hora y seis horas.

El método puede incluir además reducir el nivel de superficie de la solución de proceso del segundo nivel al primer nivel nuevamente.

El segundo nivel puede ser más bajo que el nivel de superficie más alto de la capa de ladrillo resistente al ácido.

La autoclave vertical puede incluir además un anillo de tapa que cubra la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido en la parte lateral de la pared interna.

El segundo nivel puede ser más bajo que nivel de superficie más bajo del anillo de tapa.

Efectos beneficiosos

Al revestir la parte inferior y la parte lateral de la pared interna de la autoclave, que están en contacto con la solución de proceso, con los ladrillos resistentes al ácido, es posible rebajar el coste de fabricación del aparato autoclave e incrementar la resistencia a la abrasión frente a la suspensión contenida en la solución de proceso.

Además, al revestir con un metal resistente al ácido la parte superior de la bóveda, la cual es difícil de revestir con ladrillos resistentes al ácido entre la pared interna de la autoclave y en la que se pueden fácilmente generar grietas en los ladrillos apilados o los ladrillos resistentes al ácido pueden caer fácilmente, se puede rebajar la dificultad de fabricación de un aparato autoclave de gran capacidad y mejorar la estabilidad del aparato autoclave.

Además, en la fabricación de una autoclave vertical de gran capacidad, se puede reducir la altura de la autoclave y aumentar al mismo tiempo el diámetro de la autoclave. Así, al evitar aumentar excesivamente la longitud del eje del agitador, es posible evitar que el eje del agitador se doble.

Adicionalmente, la solución de proceso introducida en la autoclave y la solución de proceso descargada de la autoclave no quedan expuestas a la parte de fase gaseosa. Así, es posible impedir que se produzca sal en el puerto de entrada, el puerto de salida, el tubo de entrada, y/o el tubo de salida, y evitar que la sal obstruya el puerto de entrada, el puerto de salida, el tubo de entrada y/o el tubo de salida.

Adicionalmente, la altura de la solución de la autoclave es relativamente más alta que la de una autoclave horizontal con respecto a la cantidad de solución de la misma solución de proceso. Por lo tanto, es posible garantizar un tiempo de residencia suficiente (o un tiempo de reacción suficiente) de oxígeno, que se introduce desde la parte inferior de la autoclave, en la solución de proceso, y de esa manera se puede mejorar la eficiencia de reacción del oxígeno.

Además, el área de la interfaz entre la solución y la parte de fase gaseosa en la autoclave es relativamente pequeña, en comparación con una autoclave horizontal. Por lo tanto, se puede reducir la cantidad de sal producida en la interfaz entre la solución y la parte de fase gaseosa.

Además, la parte interior de la autoclave tiene una sección transversal horizontal circular. Por lo tanto, la autoclave no tiene esquinas angulares como en los compartimientos de la autoclave horizontal. De este modo, se puede mejorar la eficiencia de agitación.

Además, el nivel de superficie de la solución se puede ajustar fácilmente únicamente mediante una simple operación. Por lo tanto, la sal producida se puede eliminar fácilmente al elevar el nivel de superficie de la solución para que sea más alto que la sal producida durante un periodo de tiempo predeterminado.

Breve descripción de los dibujos

Las figuras 1A a 1D son vistas transversales que ilustran cada una una autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

La figura 2 es una vista ampliada de una parte A de la autoclave de la figura 1A.

La figura 3 es una vista ampliada de un puerto de entrada de oxígeno en la autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

Las figuras 4A a 4D son vistas para explicar un método para eliminar sal generada en una autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

La figura 5 es una vista que ilustra una estructura en la que se conectan en serie autoclaves de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

La figura 6 es un organigrama de proceso para recuperar hematita de acuerdo con una realización de la presente descripción.

La figura 7 es un gráfico que representa espectros de acuerdo con una espectroscopia de difracción de rayos X (XRD) de un precipitado de hierro de acuerdo con una temperatura de reacción.

La figura 8 es un gráfico que representa espectros de acuerdo con una espectroscopia de difracción de rayos X de un material producido y pegado a una pared de reactor; y

La figura 9 es un diagrama de instalación de un aparato autoclave de acuerdo con una realización de la presente descripción.

Modo de llevar a cabo la invención

Las figuras 1A a 1D son vistas transversales cada una de las cuales ilustra una autoclave 100 de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

Con referencia a las figuras 1A a 1D, la autoclave 100 tiene una estructura vertical. Es decir, a diferencia de una autoclave horizontal en la que su interior se divide en una pluralidad de compartimientos y se proporciona un agitador por separado en cada compartimiento, el interior de la autoclave vertical 100 se proporciona como un espacio simple, en lugar de estar dividido en una pluralidad de compartimientos.

La autoclave 100 de acuerdo con la presente descripción incluye un puerto de entrada 10, 13, 15, o 17 a través del cual se introduce una solución de proceso, un puerto de salida 20 o 25 a través del cual se descarga la solución de proceso, un puerto de entrada de oxígeno 30 a través del cual se suministra oxígeno a la solución de proceso, un agitador 40 configurado para mezclar la solución de proceso, una envuelta exterior 50, una capa de ladrillo resistente al ácido 60, una capa de metal resistente al ácido 70 y un anillo de tapa 80.

La forma de la autoclave 100 está determinada por la envuelta exterior 50, que incluye una pared externa 50b, que está en contacto con el exterior de la autoclave 100, y una pared interna 50a, que define el espacio interior de la autoclave 100.

El interior de la autoclave 100 tiene una sección transversal horizontal circular. Por lo tanto, el interior de la autoclave 100 no tiene esquinas angulares como en el caso de compartimientos de una autoclave horizontal, para que se pueda mejorar la eficiencia de agitación.

La autoclave 100 se puede dividir en una parte superior T, una parte lateral S y una parte inferior B, en la que la parte superior T y la parte inferior B pueden tener una estructura en forma de bóveda. Además, la parte lateral S se puede formar perpendicular a una superficie del suelo.

La parte inferior B y la parte lateral S de la pared interna 50a de la autoclave 100 se pueden revestir con la capa de ladrillo resistente al ácido 60. Al realizarse un proceso de lixiviación con ácido a una alta temperatura y presión dentro de la autoclave 100, el nivel de agua de una solución L que incluye la solución de proceso en la autoclave 100 se puede ajustar para que sea más bajo que la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido 60 apilada en la parte lateral S de la pared interna 50a. Es decir, la solución L está en contacto con la capa de ladrillo resistente al

ácido 60, pero puede no estar en contacto con la capa de metal resistente al ácido 70. Además, una parte de fase gaseosa G puede estar principalmente en contacto con la capa de metal resistente al ácido 70.

En la solución L se produce una gran cantidad de suspensión mediante el proceso de lixiviación con ácido realizado a una alta temperatura y presión. Con el fin de resistir la abrasión causada por la rotación de la suspensión y la condición ácida, la capa de ladrillo resistente al ácido 60 se forma al apilar ladrillos, que son excelentes en resistencia al ácido y resistencia a la abrasión. Como ladrillos, se pueden usar varios tipos de ladrillos resistentes al ácido comercialmente disponibles, y se pueden seleccionar de diferentes maneras dependiendo del tipo de ácido usado, características de abrasión de la suspensión y similares. Como se describe anteriormente, al revestir la parte inferior B y la parte lateral S de la pared interna 50a de la autoclave 100, que están en contacto con la solución L, con la capa de ladrillo resistente al ácido 60, se puede mejorar la resistencia a la abrasión causada por la suspensión contenida en la solución y reducir el coste de fabricación del aparato autoclave.

La parte superior T de la pared interna 50a de la autoclave 100 se puede revestir con la capa de metal resistente al ácido 70. La capa de metal resistente al ácido 70 se puede formar de acero inoxidable, un revestimiento de titanio (Ti-Clad) o similar, y tiene alta resistencia al ácido.

Generalmente, la parte superior de la autoclave tiene forma arqueada y los ladrillos se apilan encima. Dado que cuanto mayor es la capacidad de la autoclave, mayor es el radio de curvatura de la parte superior de la autoclave, es por tanto más difícil apilar los ladrillos resistentes al ácido en la parte superior de la autoclave que tiene mayor capacidad. Además, debido a la vibración de un agitador instalado en la parte superior de la autoclave, se pueden producir grietas en la capa de ladrillo resistente al ácido apilado en la parte superior, o los ladrillos pueden ser liberados y caer desde la capa de ladrillo resistente al ácido, los cuales pueden chocar con elementos agitadores que giran a gran velocidad. Por este motivo, en la técnica relacionada, una estructura horizontal de autoclave se ha reconocido como la única manera de aumentar una capacidad de procesamiento al aumentar la longitud en la dirección horizontal a la vez que se persigue la estabilidad de la capa de ladrillo superior al reducir el radio de curvatura de la capa de ladrillo arqueada apilada en la parte superior.

De acuerdo con las realizaciones de la presente descripción, al revestir la parte superior T de la autoclave 100, que es difícil de revestir con la capa de ladrillo resistente al ácido entre la pared interna 50a de la autoclave 100, con la capa de metal resistente al ácido 70, es posible eliminar fundamentalmente el riesgo de desprendimiento de los ladrillos superiores a la vez que mantiene la resistencia a la abrasión contra la suspensión en la solución de proceso. Además, aunque el espacio de la autoclave no se extiende horizontalmente, al aumentar el diámetro de la autoclave y la longitud vertical, es posible hacer funcionar de manera estable una autoclave vertical de gran capacidad, cuyo funcionamiento no se ha intentado en el pasado. Por ejemplo, de acuerdo con realizaciones de la presente descripción, el diámetro interno de la autoclave 100 puede ser al menos de alrededor de 5,5 m o más.

De acuerdo con las realizaciones de la presente descripción, al revestir la parte superior T de la autoclave 100 con la capa de metal resistente al ácido 70 y la hacer que una parte del vapor de agua saturado en la parte de fase gaseosa G se condense y fluya como agua condensada desde la superficie de la capa de metal resistente al ácido 70, es posible no solo evitar que la sal se precipite en la pared interna 50a de la autoclave 100, sino también disolver una cantidad pequeña de sal formada previamente. Por lo tanto, la velocidad de funcionamiento del aparato se puede mejorar.

La capa de metal resistente al ácido 70 se puede revestir para que se extienda hasta un extremo superior de la parte lateral S de la pared interna 50a. Adicionalmente, la capa de metal resistente al ácido 70 puede extenderse entre la pared interna 50a y la capa de ladrillo resistente al ácido 60 en el extremo superior de la parte lateral S de la pared interna 50a.

La solución de proceso se introduce en la autoclave 100 a través del puerto de entrada 10, 13, 15, o 17 y se descarga al exterior de la autoclave 100 a través del puerto de salida 20 o 25.

Con referencia a las figuras 1A a 1C, el puerto de entrada 10, 13, o 15 se puede formar en la parte superior T de la pared interna 50a.

Con referencia a la figura 1A, la solución de proceso se puede introducir a través del puerto de entrada 10 en la solución L mediante la parte de fase gaseosa G.

Con referencia a la figura 1B, el puerto de entrada 13 se extiende por el interior de la autoclave 100, y un extremo del puerto de entrada 13 que se extiende por el interior de la autoclave 100 se puede colocar en la parte de fase gaseosa G sin estar sumergido en la solución L. Adicionalmente, un extremo del puerto de entrada 13 se puede colocar adyacente a la interfaz entre la solución L y la parte de fase gaseosa G.

En la autoclave de las figuras 1A y 1B, ya que la entrada de solución de proceso a través del puerto de entrada 10 o 13 queda expuesta a la parte de fase gaseosa G durante un corto periodo de tiempo, no se puede producir sal.

Con referencia a la figura 1C, el puerto de entrada 15 se extiende por el interior de la autoclave 100, y un extremo del puerto de entrada 15 que se extiende por el interior de la autoclave 100 se puede sumergir en la solución L. Adicionalmente, en un extremo del puerto de entrada 15 se puede colocar adyacente a la interfaz entre la solución L y la parte de fase gaseosa G. Esto permite evitar que el puerto de entrada 15 se doble o se dañe debido a la solución de proceso agitada, aunque la solución de proceso (es decir, la solución L) en la autoclave 100 se agite a gran velocidad.

Con referencia a la figura 1D, el puerto de entrada 17 se puede formar en la parte lateral S de la pared interna 50a. Es decir, el extremo del puerto de entrada 17 se puede colocar en la solución L. En consecuencia, la entrada de solución de proceso en la autoclave 100 no puede quedar expuesta a la parte de fase gaseosa G.

En la autoclave de las figuras 1C y 1D, la entrada de solución de proceso en la autoclave no está expuesta a la parte de fase gaseosa, para que se suprima la producción de sal en el puerto de entrada y se pueda evitar que el puerto de entrada se obstruya con la sal.

Nuevamente con referencia a las figuras 1A a 1D, el puerto de salida 20 o 25 se puede formar en la parte lateral S de la pared interna 50a. El puerto de salida 20 o 25 se forma en la solución L de la autoclave 100 y, por tanto, la solución de proceso descargada de la autoclave 100 no puede quedar expuesta a la parte de fase gaseosa G. Además, el puerto de salida 20 o 25 no puede extenderse por el interior de la autoclave 100. Esto permite evitar que el puerto de salida 20 o 25 se doble o se dañe debido a la solución de proceso agitada, aunque la solución de proceso (es decir, la solución L) en la autoclave 100 se agite a gran velocidad.

Con referencia a la figura 1D, tanto el puerto de entrada 17 como el puerto de salida 25 se forman en la parte lateral S de la pared interna 50a, y el puerto de entrada 17 se coloca en una posición más alta que el puerto de salida 25.

De acuerdo con realizaciones de la presente descripción, ya que la solución de proceso descargada de la autoclave no queda expuesta a la parte de fase gaseosa, se puede impedir la producción de sal en el puerto de salida y se puede evitar que la sal obstruya el puerto de salida.

El puerto de entrada de oxígeno 30 es para introducir oxígeno como agente oxidante para oxidar la solución de proceso (es decir, la solución L), y el puerto de entrada de oxígeno 30 se puede formar en la parte inferior B de la pared interna 50a. Cuando el oxígeno se introduce a través de la parte inferior de la autoclave 100, es posible asegurar un tiempo de residencia suficiente (o un tiempo de reacción suficiente) de oxígeno en la solución de proceso, para poder mejorar la eficiencia de reacción de oxígeno.

Un conducto de entrada de oxígeno 30a está conectado al puerto de entrada de oxígeno 30, y un conducto de vapor a alta presión 30b se comunica con el conducto de entrada de oxígeno 30a. La entrada de oxígeno a través del conducto de entrada de oxígeno 30a fluye en la solución de proceso a través del puerto de entrada de oxígeno 30. Cuando una cantidad predeterminada de oxígeno se introduce continuamente a través del puerto de entrada de oxígeno, la solución de proceso no fluye nuevamente al puerto de entrada de oxígeno 30 y al conducto de entrada de oxígeno 30a. Sin embargo, mientras la autoclave funciona realmente, una cantidad pequeña de la solución de proceso se puede introducir en el puerto de entrada de oxígeno debido a una variación de presión de entrada, caudal de entrada o similar del oxígeno. La solución de proceso de entrada se evapora en el puerto de entrada de oxígeno caliente y los componentes disueltos en la solución de proceso se fijan a la pared interna del puerto de entrada de oxígeno, atascando un tubo y obstruyendo la entrada de oxígeno. Si es necesario realizar el mantenimiento después de detener el funcionamiento del aparato para limpiar el tubo, esto puede disminuir la velocidad de funcionamiento del aparato. En la autoclave 100 de acuerdo con la presente descripción, un conducto de vapor a alta presión 30b se conecta al conducto de entrada de oxígeno 30a para introducir una cantidad pequeña de vapor en un intervalo de tiempo predeterminado que puede superar el fenómeno de atascamiento del puerto de entrada de oxígeno al volver a introducir la solución de proceso que fluye hacia atrás en la autoclave 100 y volver a disolver la sal adherida por el agua condensada por vapor.

El agitador 40 se proporciona para que se extienda por el interior de la autoclave 100 a través de la parte superior T de la pared interna 50a. El agitador 40 facilita la reacción de la solución de proceso al agitar la solución L en el momento de realizar el proceso de lixiviación. El agitador 40 incluye una primera paleta agitadora 40a y una segunda paleta agitadora 35 40b, en donde la primera paleta agitadora 40a agita la parte superior de la solución L y la segunda paleta agitadora 40b agita la parte inferior de la solución L.

Comparada con una convencional, la autoclave 100 de acuerdo con realizaciones de la presente descripción puede fabricarse con una gran capacidad y puede mejorar la estabilidad del aparato. El diámetro interno de la autoclave 100 puede ser de alrededor de 5,5 m o más, y el volumen interno de la autoclave 100 puede ser de 150 m³ o más. Además, en el momento del funcionamiento de la autoclave 100, el volumen de la solución de proceso (es decir, la solución L) puede ser de 100 m³ o más.

Adicionalmente, la autoclave 100 de acuerdo con realizaciones de la presente descripción se puede usar en un proceso húmedo de un metal.

La figura 2 es una vista ampliada de una parte A de la autoclave 100 en la figura 1A.

Con referencia a la figura 2, se proporciona una capa de membrana 90 entre la pared interna 50a y la capa de ladrillo resistente al ácido 60. La capa de membrana 90 evita que la solución de proceso dentro de la autoclave 100 fluya en la pared interna 50a y puede incluir un material impermeable.

En un lado de la pared interna 50a, se proporciona un anillo de tapa 80 para cubrir la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido 60. El anillo de tapa 80 se puede formar del mismo material que la capa de metal resistente al ácido 70. El anillo de tapa 80 se forma a lo largo de la pared interna 50a de la autoclave 100 en la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido 60.

El extremo superior de la parte lateral S de la pared interna 50a se puede revestir con la capa de metal resistente al ácido 70, y la capa de membrana 90 se puede formar entre la capa de metal resistente al ácido 70 y la capa de ladrillo resistente al ácido 60 en el extremo superior de la parte lateral S de la pared interna 50a. Adicionalmente, la capa de membrana 90 se puede formar para extenderse entre la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido 60 y el anillo de tapa 80.

El anillo de tapa 80 y la capa de metal resistente al ácido 70 están conectados entre sí por una pluralidad de nervios 83. Los nervios 83 sirven como soportes para soportar el anillo de tapa 80 y se pueden formar del mismo material que la capa de metal resistente al ácido 70.

Se pueden formar huecos 85 entre la pluralidad de nervios 83, el anillo de tapa 80 y la capa de metal resistente al ácido 70. Cuando se realiza un proceso usando la autoclave 100, la temperatura interna de la autoclave 100 puede subir a 150 °C o más, y por tanto la capa de ladrillo resistente al ácido 60 puede expandirse o encogerse. Los huecos 85 pueden actuar para amortiguar la fractura mecánica del anillo de tapa 80 y los nervios 83 cuando la capa de ladrillo resistente al ácido 60 se expande o encoge.

La figura 3 es una vista ampliada de un puerto de entrada de oxígeno en la autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

Con referencia a la figura 3, la autoclave puede incluir además un paso de agua de enfriamiento 31 previsto para rodear el puerto de entrada de oxígeno 30. El agua de enfriamiento puede fluir a través del paso de agua de enfriamiento 31 si es necesario.

En condiciones ácidas y de alta temperatura, la corrosión del aparato autoclave se puede acelerar. El paso de agua de enfriamiento 31 puede reducir la temperatura del puerto de entrada de oxígeno 30 usando intercambio de calor a través de la entrada y salida del agua de enfriamiento. En consecuencia, el paso de agua de enfriamiento 31 puede servir para mitigar la corrosión del aparato autoclave alrededor del puerto de entrada de oxígeno 30.

Las figuras 4A a 4D son vistas para explicar un método para eliminar sal generada en una autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción. Para facilitar la explicación, se describirá un método de eliminación de sal con referencia a la autoclave 100 descrito con referencia a la figura 1A. Sin embargo, una persona con conocimientos normales en la técnica puede entender que el método de eliminación de sal de acuerdo con realizaciones de la presente descripción también se puede aplicar a las autoclaves 100 descritas con referencia a las figuras 1B a 1D.

Con referencia a la figura 4A, se puede generar sal SL dentro de la autoclave 100 cuando se realiza un proceso normal usando la autoclave 100. La sal SL se puede producir cuando una parte de la solución de proceso se evapora y por tanto se puede producir principalmente en las inmediaciones de la interfaz IF entre la solución L y la parte de fase gaseosa G. Por ejemplo, la sal SL se puede producir en la superficie de la capa de ladrillo resistente al ácido 60 o en la superficie del agitador 40 cerca de la interfaz IF entre la solución L y la parte de fase gaseosa G. La sal producida SL puede ser soluble en agua. El nivel de superficie IF de la solución L en la autoclave 100 durante el proceso normal se puede definir como primer nivel.

Con referencia a la figura 4B, el nivel de superficie IF de la solución L en la autoclave 100 se eleva a un segundo nivel mayor que el primer nivel, de tal manera que la sal producida SL se puede sumergir en la solución L. Por ejemplo, la elevación del nivel de superficie IF de la solución L se puede realizar al introducir la solución de proceso en la autoclave 100 a través del puerto de entrada 10 impidiendo que la solución de proceso sea descargada de la autoclave 100 al bloquear el puerto de salida 20. Como ejemplo adicional, se puede elevar el nivel de superficie IF de la solución L al incrementar la cantidad de la entrada de solución de proceso a través del puerto de entrada 10 más que la cantidad de la solución de proceso descargada a través del puerto de salida 20.

El nivel elevado (es decir, el segundo nivel) de la superficie IF de la solución L se ajusta para que sea más bajo que el nivel de superficie más alto de la capa de ladrillo resistente al ácido 60. Así, aunque el nivel de superficie IF de la solución L se eleve hasta el segundo nivel, la solución L no puede entrar en contacto con la capa de metal resistente

al ácido 70, y se puede evitar que la suspensión contenida en la solución L dañe la capa de metal resistente al ácido 70.

5 El nivel elevado (es decir, el segundo nivel) de la superficie IF de la solución L se puede ajustar para que sea más bajo que el nivel de superficie más bajo del anillo de tapa 80. Así, aunque el nivel de superficie IF de la solución L se eleve hasta el segundo nivel, la solución L no puede entrar en contacto con el anillo de tapa 80, y se puede evitar que la suspensión contenida en la solución L dañe el anillo de tapa 80.

10 Con referencia a la figura 4C, la sal SL se elimina manteniendo el nivel de superficie IF de la solución L en el segundo nivel durante un periodo de tiempo predeterminado. La sal SL soluble en agua se puede disolver y eliminar en la solución L, ya que permanece sumergida en la solución L durante un periodo de tiempo predeterminado. Por ejemplo, el nivel de superficie de la solución L se puede mantener en el segundo nivel durante un periodo de tiempo comprendido entre 1 hora y aproximadamente 6 horas.

15 Con referencia a la figura 4D, después de que la sal SL se elimina, el nivel de superficie IF de la solución L se reduce hasta un nivel de un proceso normal (es decir, el primer nivel). A continuación, se puede realizar nuevamente el proceso normal usando la autoclave 100.

20 Tal como se describe anteriormente, de acuerdo con las realizaciones de la presente descripción, es posible eliminar la sal de la autoclave 100 utilizando un método simple que consiste en elevar el nivel de superficie de la solución L y mantener el nivel durante un periodo de tiempo predeterminado sin eliminar la solución de proceso que está en la autoclave 100. Por lo tanto, se puede mejorar la eficiencia de funcionamiento de la autoclave 100.

25 La figura 5 es una vista que ilustra una estructura en la que se conectan en serie autoclaves de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

Con referencia a la figura 5, se conectan en serie una primera autoclave 100a y una segunda autoclave 100b. La primera autoclave 100a puede ser una de las autoclaves descritas con referencia a las figuras 1A a 1C, y la segunda autoclave 100b puede ser la autoclave descrita con referencia a la figura 1D.

30 Cuando se accionan la primera y segunda autoclaves 100a y 100b, la solución de proceso se puede introducir a través del puerto de entrada 10 de la primera autoclave 100a y se puede someter a un proceso de reacción en la primera autoclave 100a. La solución de proceso, que se ha sometido al proceso de reacción en la primera autoclave 100a, se puede introducir en la segunda autoclave 100b a través de un primer tubo de conexión 110 y se puede someter a un proceso de reacción. El lado aguas arriba del primer tubo de conexión 110 puede corresponder al puerto de salida 20 de la primera autoclave 100a y el lado aguas abajo del primer tubo de conexión 110 puede conectarse al puerto de entrada 10 de la segunda autoclave 100b.

40 Cuando se accionan la primera y segunda autoclaves 100a y 100b, el puerto de salida 20 de la primera autoclave 100a se sumerge en la solución L de la primera autoclave 100a, y el puerto de entrada 10 de la segunda autoclave 100b se sumerge en la solución L de la segunda autoclave 100b. Por lo tanto, la entrada de solución de proceso de la primera autoclave 100a en la segunda autoclave 100b a través del primer tubo de conexión 110 puede no quedar expuesta a la parte de fase gaseosa G. De ese modo, es posible evitar que se produzca sal en el primer tubo de conexión 110.

45 La primera autoclave 100a se puede instalar en una posición más alta que la segunda autoclave 100b. Por ejemplo, la primera autoclave 100a se puede instalar aproximadamente entre 10 cm y aproximadamente 100 cm más alta que la segunda autoclave 100b. Esto permite introducir la solución de proceso de la primera autoclave 100a en la segunda autoclave 100b evitando que la solución de proceso refluya de la segunda autoclave 100b a la primera autoclave 100a.

50 Uno o más tanques flash 200a y 200b pueden conectarse al puerto de salida 20 de la segunda autoclave 100b. Por ejemplo, como se ilustra en la figura 5, el primer tanque flash 200a y el segundo tanque flash 200b pueden conectarse al segundo autoclave 100b en serie. El primer tanque flash 200a puede conectarse al segundo autoclave 100b a través del segundo tubo de conexión 120, y el segundo tanque flash 200b puede conectarse al primer tanque flash 200a a través del tercer tubo de conexión 130.

55 El primer y segundo tanques flash 200a y 200b pueden descomprimir la solución de proceso a alta presión descargada de la segunda autoclave 100b. Por ejemplo, el primer y segundo tanques flash 200a y 200b pueden descomprimir a presión atmosférica la solución de proceso a alta presión descargada de la segunda autoclave 100b.

60 En la figura 5, las dos autoclaves 100a y 100b y los dos tanques flash 200a y 200b se conectan en serie, pero la presente descripción no se limita a esto. Por ejemplo, se puede conectar únicamente un tanque flash al puerto de salida 20 de la segunda autoclave 100b, o pueden conectarse tres o más tanques flash al puerto de salida 20. Además, los diferentes tipos descritos de autoclaves se pueden colocar adicionalmente en serie entre la segunda autoclave 100b y el primer tanque flash 200a.

65

En lo sucesivo, se describirá un proceso de zinc realizado usando una autoclave de acuerdo con realizaciones de la presente descripción.

En el proceso de zinc general, también se lixivian hierro (Fe) y cobre (Cu) junto con ácido sulfúrico en el proceso de lixiviación de una materia prima de zinc en el ácido sulfúrico, y hierro en el estado de Fe (III) contenido en una solución de lixiviación se reduce a Fe (II) usando un agente de reducción tal como concentrado de zinc. El ácido sulfúrico restante en la solución reductora se neutraliza a un intervalo de pH más neutro usando un agente neutralizante tal como una calcina, y luego se somete a separación sólido-líquido para obtener una solución de sulfato de zinc neutralizado.

Una cantidad considerable de Fe (II) se disuelve en la solución de sulfato de zinc neutralizado y se alimenta a un proceso de desferrización con el fin de eliminar el hierro.

El cobre contenido en una solución de proceso de desferrización se separa mediante separación sólido-líquido, y luego se añade un agente de reducción al mismo con el fin de reducir y precipitar cobre (Cu) disuelto en forma de sulfato de cobre (CuSO_4) como cemento de cobre (Cu), que es polvo de cobre metálico, eliminando así el cobre. Sin embargo, en el proceso de desferrización mencionado, componentes tales como el Cu (II) contenido en la solución de proceso actúan como catalizadores para la oxidación rápida de Fe (II) a Fe (III) en la reacción de precipitación de hierro para facilitar la producción de jarosita. Por lo tanto, se necesitaron temperaturas más altas y presiones más altas para precipitar hierro de la solución de sulfato de zinc en la forma de hematita.

La presente descripción tiene como objetivo bajar la temperatura de reacción y la presión de un proceso de precipitación de hierro hasta un nivel menor que aquellos de la técnica relacionada. Para reducir la temperatura y la presión de reacción, es necesario acondicionar una solución de sulfato de zinc neutralizado para eliminar componentes del catalizador. Adicionalmente, cuando aún está presente una cantidad traza de Fe (III) en la solución, es una condición que la jarosita se precipite. Por tanto, es necesario reducir completamente el Fe (III) a Fe (II) en la solución de sulfato de zinc para introducirlo en el proceso de precipitación de hierro.

La figura 6 es un organigrama de proceso para recuperar hematita de acuerdo con una realización de la presente descripción.

En el proceso de zinc, se prepara una solución de sulfato de zinc por lixiviación de materias primas que contienen zinc, tal como un concentrado de zinc, una calcina obtenida al calcinar el concentrado de zinc o ferrita de zinc, en ácido sulfúrico a presión atmosférica. El ácido sulfúrico que permanece en el proceso de lixiviación primero se neutraliza usando una calcina con el fin de eliminar impurezas. Los componentes de hierro lixiviados juntos en el proceso de lixiviación de la materia prima no se precipitan en el proceso de neutralización y, por tanto, los componentes de hierro permanecen en la solución de proceso después de la neutralización.

Con referencia a la figura 6, la solución de sulfato de zinc se introduce en un proceso de acondicionamiento como una solución de entrada de proceso de acondicionamiento. En el proceso de acondicionamiento, la solución de entrada de proceso de acondicionamiento se introduce en un reactor de acondicionamiento 1 y se descarga como una torta de acondicionamiento en un filtro 3 mediante un espesante 2, y la solución de proceso de acondicionamiento posterior se transfiere al proceso de precipitación de hierro para ser introducida como una solución de entrada de proceso de precipitación de hierro.

En el proceso de precipitación de hierro, la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro se introduce en el reactor de precipitación de hierro 4, la parte sólida como hematita se separa mediante el espesante 5 y el filtro 6, y la solución se transfiere al proceso de neutralización como una solución de proceso de precipitación posterior al hierro.

En la presente descripción, componentes catalizadores tales como cobre se eliminan usando un agente de reducción en la solución de entrada de proceso de acondicionamiento neutralizado con el fin de recuperar hierro como hematita a temperaturas más bajas y presiones más bajas que las de la técnica convencional, y el proceso de acondicionamiento se aplica con el fin de reducir Fe (III) contenido en una cantidad traza en Fe (II).

El proceso de acondicionamiento incluye una etapa de reducción realizada al introducir un agente de reducción, el potencial de oxidación-reducción (ORP) de la solución de proceso de acondicionamiento posterior se ajusta por el tipo y cantidad de entrada del agente de reducción. Adicionalmente, el agente de reducción se introduce en el reactor de acondicionamiento 1 en el que se introduce la solución de entrada de proceso de acondicionamiento.

La solución de proceso de acondicionamiento posterior es la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro del proceso de precipitación de hierro que es el siguiente proceso.

En la presente descripción, el potencial de oxidación-reducción de la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro se ajusta a -100 mV o menos. Más en concreto, el potencial de oxidación-reducción se ajusta a -400 mV o menos. Cuando el potencial de oxidación-reducción es superior a -100 mV, se mezcla parcialmente una jarosita y de ese modo puede reducirse el contenido de hierro de la torta de precipitación de hierro a menos del 50 %. Cuando el

potencial de oxidación-reducción es superior a -100 mV, se requieren condiciones de mayor temperatura y presión para producir hematita.

5 Por el contrario, cuando el potencial de oxidación-reducción es de -100 mV o menor, la atmósfera reductora es dominante y puede producirse hematita a una temperatura baja y a una presión baja en comparación con el caso en el que el potencial de oxidación-reducción es superior a -100 mV. En este caso, el contenido de hierro en el precipitado de hierro puede ser del 50 % o más.

10 Cuando el potencial de oxidación-reducción es de -400 mV o menor, se produce una hematita más excelente a una temperatura relativamente baja y una presión baja.

Con el fin de disminuir más el potencial de oxidación-reducción, puede aumentarse la cantidad de entrada del agente de reducción para que el potencial de oxidación-reducción pueda ajustarse teniendo en cuenta la rentabilidad.

15 El pH de la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro se ajusta a aproximadamente entre 3 y 5.5.

20 Cuando el pH de la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro es menor de 3, el ácido sulfúrico contenido en la solución de entrada de proceso de acondicionamiento reacciona con el agente de reducción, aumentando de este modo la cantidad del agente de reducción que se usa. Cuando el pH sobrepasa 5.5, el zinc se precipita en la forma de sal de sulfato de zinc ($n\text{Zn}(\text{OH})_2 \cdot m\text{ZnSO}_4$), lo que deriva en una pérdida de zinc en la solución de proceso, y la sal de zinc precipitada puede convertirse en una causa de la reducción de la velocidad de funcionamiento del aparato al adherirse al equipo en el proceso de precipitación de hierro.

25 La cantidad de entrada del agente de reducción puede variar dependiendo de la composición de la solución de entrada de proceso de acondicionamiento, tal como las concentraciones de Fe (III) y cobre (Cu) contenidas en la solución de entrada de proceso de acondicionamiento. La cantidad de entrada del agente de reducción se puede determinar dependiendo del valor del potencial de oxidación-reducción (ORP).

30 Como agente de reducción, se puede usar un agente de reducción inorgánico, tal como polvo de zinc o aluminio, o un agente de reducción orgánico. El polvo de zinc es bueno como agente de reducción debido a su excelente poder reductor. Cuando el concentrado de zinc que tiene un poder reductor débil se usa como un agente de reducción, a diferencia de la presente descripción, el valor ORP se reduce hasta el nivel de aproximadamente 200 mV y no se puede ajustar a 0 mV o menos.

35 Componentes tales como cobre contenido en la solución de entrada de proceso de acondicionamiento, se precipitan en forma de cemento de cobre que tiene un alto contenido de cobre en el proceso de acondicionamiento y se descargan como torta de acondicionamiento. Por lo tanto, después de que la solución de entrada de proceso de acondicionamiento se somete a separación sólido-líquido, se puede recuperar cobre en un proceso de recuperación de cobre. De acuerdo con la presente descripción, se puede obtener cemento de cobre como un subproducto en un proceso de acondicionamiento, que es una etapa de pretratamiento de un proceso de precipitación de hierro.

Una solución de proceso de acondicionamiento posterior producida a mediante este proceso se transfiere al proceso de precipitación de hierro con el fin de producir el hierro contenido en la forma de hematita.

45 El proceso de precipitación de hierro incluye una etapa de presurización y oxidación con oxígeno y vapor.

50 La concentración de zinc en la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro se ajusta a aproximadamente entre 120 g/l y 150 g/l. Cuando la concentración de zinc en la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro sobrepasa aproximadamente 150 g/l, la sal de monohidrato de sulfato de zinc (ZSM) puede producirse a una temperatura que varía de aproximadamente 135 °C a 150 °C, que es la condición de temperatura del proceso de precipitación de hierro en la presente descripción. Cuando la concentración de zinc en la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro es inferior a aproximadamente 120 g/l, se debe aumentar la escala de un aparato para producir la misma cantidad de zinc, lo cual no es conveniente debido a que los costes de funcionamiento del aparato y de inversión del aparato son altos.

55 La concentración de hierro de la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro se ajusta a aproximadamente entre 5 g/l y 20 g/l. Aunque no hay problema con respecto a la producción y calidad de la hematita incluso con una baja concentración de hierro, cuando la concentración de hierro en la solución de entrada de proceso de precipitación de hierro es menor de alrededor de 5 g/l, el proceso no resulta económico en lo que se refiere a la eficiencia de funcionamiento. Cuando la concentración de hierro de la solución de proceso de acondicionamiento posterior sobrepasa 20 g/l, la concentración de ácido en la solución de proceso después de la reacción de precipitación de hierro aumenta y por tanto disminuye la velocidad de precipitación de hierro. Por lo tanto, a medida que se produce la jarosita, puede reducirse el contenido de hierro en el precipitado de hierro.

65 La etapa en la que se realiza la presurización y oxidación a una temperatura y una presión altas en la etapa de precipitación de hierro se puede llevar a cabo usando una autoclave.

En la presente descripción, aunque la solución de sulfato de zinc que tiene una alta concentración de zinc que varía de aproximadamente 120 g/l a 150 g/l en la solución de proceso se usa en la etapa de precipitación de hierro usando la autoclave, el hierro se recupera como hematita a una temperatura que varía de aproximadamente 135 °C a 150 °C y a una presión que varía de aproximadamente 5 barg a 10 barg, que son menores que la temperatura y presión en la técnica relacionada. En una realización preferida, un tiempo de proceso de autoclave para la recuperación de hierro es de aproximadamente 30 minutos a 30 horas. El proceso de precipitación de hierro de la presente descripción es capaz de recuperar hematita con una excelente calidad a una temperatura más baja y una presión más baja que en la técnica relacionada, incluso cuando se usa una autoclave horizontal convencional. Sin embargo, cuando se usa la autoclave vertical de gran capacidad descrita anteriormente de la presente descripción, ya que el proceso se realiza a una temperatura más baja y a una presión más baja que en la técnica relacionada, puede asegurarse aún más la estabilidad en una parte en la que el revestimiento de ladrillo resistente al ácido y el revestimiento de metal resistente al ácido de la pared interna de la autoclave están en contacto entre sí o similar.

Cuando la presión dentro de la autoclave es inferior a 5 barg, la presión parcial de oxígeno dentro de la autoclave se reduce a 2 barg o menos y la velocidad de eliminación de hierro disminuye. Mientras tanto, cuando la presión dentro de la autoclave sobrepasa 10 barg, es necesario incrementar la presión de la solución de oxígeno y zinc que se suministrará a la autoclave hasta 13 barg o más, que es superior a la presión dentro de la autoclave, que puede incrementar el coste de inversión del aparato.

Cuando la temperatura dentro de la autoclave es inferior a aproximadamente 135 °C, la jarosita comienza a producirse como un precipitado de hierro, y el contenido de hierro en el precipitado de hierro puede reducirse a menos del 50 %. Cuando la temperatura dentro de la autoclave es superior a 150 °C, no hay influencia en la producción de hematita. Sin embargo, el zinc sobresaturado en la solución de proceso se precipita como monohidrato de sulfato de zinc, aumentando de ese modo el contenido de zinc del precipitado de hierro y disminuyendo el contenido de hierro correspondiente. Adicionalmente, el monohidrato de sulfato de zinc puede pegarse a la pared interna de la autoclave o a un tubo en la forma de sal, lo que puede causar problemas en las instalaciones. Teniendo en cuenta la disminución en la velocidad de recuperación de zinc debido a la precipitación de monohidrato de sulfato de zinc, es apropiado que el intervalo de temperatura dentro de la autoclave sea de aproximadamente de 135 °C a 150 °C.

Adicionalmente, a una temperatura de alrededor de 60 °C o más, la solubilidad de sulfato de zinc disminuye a medida que aumenta la temperatura. En la técnica relacionada, el intervalo de temperatura para producir hematita es de alrededor de 180 °C o más, pero de acuerdo con la presente descripción, la hematita puede producirse a una temperatura que varía de aproximadamente 135 °C a 150 °C.

Por lo tanto, de acuerdo con la presente descripción, es posible aumentar la concentración de zinc en la solución de entrada de proceso al realizar el proceso de recuperación de hierro como hematita a una temperatura menor que la de la técnica relacionada. Al mantener la concentración de zinc más alta que en la técnica relacionada, es posible reducir el óxido de los aparatos de producción de zinc y reducir los costes de funcionamiento al facilitar el funcionamiento.

Por otra parte, la hematita producida en el proceso de precipitación de hierro se puede separar de la solución de sulfato de zinc mediante el espesante 5 y el filtro 6, y puede que no se introduzca en el proceso de precipitación de hierro como semillas.

Por lo tanto, la presente descripción supera problemas tales como una eficiencia de funcionamiento disminuida y una velocidad de abrasión de equipo incrementada debido al incremento de partículas sólidas en la solución de proceso, que puede producirse cuando la hematita producida es introducida nuevamente en el proceso de precipitación de hierro como semillas.

En lo sucesivo, se describirán en detalle los contenidos de realizaciones de acuerdo con la presente descripción.

Ejemplo 1

En el ejemplo 1, al usar una solución de sulfato de zinc, que se preparó ajustando el ORP al variar la cantidad de entrada de polvo de zinc en cada solución de entrada de proceso de acondicionamiento neutralizado, es decir, una solución de lixiviación de sulfato de zinc, se observó la eficiencia de reacción de precipitación de hierro dependiendo del valor ORP en condiciones de reacción de 140 °C y 7 barg dentro de una autoclave. Cuando se introduce polvo de zinc, el ORP de la solución de sulfato de zinc se reduce aún más y Fe (II) se vuelve más estable en este proceso. La reacción de precipitación de hierro en el ejemplo 1 se llevó a cabo sin introducir semillas de hematita.

La eficiencia de reacción de precipitación de hierro se observó usando una solución de sulfato de zinc, cuyo ORP se ajustó para que se encontrara dentro del intervalo de +200 a -400 mV (vs. Ag/AgCl) cuando se usó un electrodo de cloruro de plata/plata (Ag/AgCl) como electrodo de referencia, en condiciones de reacción de 140 °C y 7 barg. El ORP en el proceso de acondicionamiento se ajustó variando la cantidad de entrada de polvo de zinc y el contenido de hierro en el precipitado de hierro se analizó cuantitativamente usando una espectroscopia ICP-AES.

Tabla 1

	Ejemplo Comparativo 1	Ejemplo Comparativo 2	Ejemplo Inventivo 1	Ejemplo Inventivo 2	Ejemplo Inventivo 3
ORP (mV)	+200	0	-100	-200	-400
Hierro en precipitado (%)	35,3	45,4	52,1	55,9	56,6
Precipitación de Jarosita	O	Δ	X	X	X

La Tabla 1 muestra el comportamiento de la precipitación de hierro en función del valor ORP de acuerdo con el ejemplo 1. Con referencia a la Tabla 1, en el caso de una solución de sulfato de zinc que no se sometió a un proceso de acondicionamiento (Ejemplo Comparativo 1), el precipitado de hierro se precipitó como jarosita amarillenta, y el contenido de hierro fue muy bajo, es decir, 35,3 %. Por otra parte, cuando se usó la solución de sulfato de zinc que se sometió a acondicionamiento en la condición en la que el ORP era 0 mV (vs. Ag/AgCl) o menos, el contenido de hierro fue del 45,4 %, y fue posible obtener hematita que contenía una cantidad pequeña de jarosita. En la condición en la que el ORP era -100 mV (vs. Ag/AgCl) o menos, fue posible obtener hematita con un contenido de hierro del 52 % o más.

Ejemplo 2

En el ejemplo 2, se observó la eficiencia de reacción de precipitación de hierro en función de la temperatura de reacción en un intervalo de temperatura de 120 °C o más usando una solución de sulfato de zinc que contenía 145 g/l de zinc a una presión de 7 barg. La reacción de precipitación de hierro en el ejemplo 2 se llevó a cabo sin introducir semillas de hematita.

El ORP se ajustó a -400 mV (vs. Ag/AgCl) usando polvo de zinc como agente de reducción, se introdujo en una autoclave una solución de sulfato de zinc con una concentración de zinc de 145 g/l, una concentración de hierro de 12,4 g/l y un pH de 4,5, se realizó una reacción durante 2 horas en el estado en el que la temperatura de reacción se ajustó entre 120 °C y 160 °C a una presión de 7 barg, y luego la temperatura se redujo a temperatura ambiente. La solución posterior a la reacción que contenía hematita se sometió a separación sólido-líquido usando un aparato de filtración de vacío y el contenido de hierro en el precipitado de hierro se analizó cuantitativamente usando una espectroscopia ICP-AES.

Tabla 2

		Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4	Ejemplo Inventivo 4	Ejemplo Inventivo 5	Ejemplo Inventivo 6	Ejemplo Comparativo 5
Temperatura (°C)		120	130	135	140	150	160
Solución posterior a la reacción	Hierro (g/l)	2,1	1,6	0,7	0,5	0,4	0,4
	Ácido sulfúrico (g/l)	14,3	19,2	20,9	21,2	21,5	21,5
Hierro en precipitado (%)		38,7	45,3	55,7	56,6	57,7	58,4
Velocidad de precipitación de hierro (%)		83,1	87,1	94,4	96,0	96,8	96,8
Producción de Jarosita		O	Δ	X	X	X	X
Producción de ZSM		X	X	X	X	X	O

La Tabla 2 muestra el comportamiento de la precipitación de hierro en función de la temperatura de reacción de acuerdo con el ejemplo 2. Con referencia a la Tabla 2 y la figura 7, se precipitó hierro en forma de polvo color café amarillento a 120 °C, y la estructura de cristal del precipitado obtenido se analizó usando un método de análisis de difracción de rayos X (XRD). Como resultado de ello, se observó que se formó jarosita. A 130 °C, la mayoría del hierro se precipitó como hematita, pero en una forma en la que la jarosita estaba contenida junto con la hematita. A una temperatura superior a 135 °C, se obtuvo hematita con un contenido de hierro del 55 % o más independientemente de la temperatura de reacción. Sin embargo, a 160 °C, la solubilidad del sulfato de zinc contenido en la solución de reacción se redujo significativamente, y un componente sobresaturado de zinc se precipitó y adhirió a la pared interna y al fondo de la autoclave. Los cristales de precipitado adherente se observaron usando un método de análisis de difracción de rayos X, y como resultado, se observó que el precipitado era monohidrato de sulfato de zinc (ZSM,

ZnSO₄H₂O), como se muestra en la figura 8. El ZSM precipitado puede pegarse al interior de tubos y aparatos, lo que puede disminuir el rendimiento del aparato.

Por lo tanto, cuando la concentración de zinc en la solución de sulfato de zinc era de 145 g/l, fue posible precipitar y recuperar el hierro en la solución de sulfato de zinc en forma de hematita cuando la temperatura era de 135 °C o superior a una presión de 7 barg.

Ejemplo 3

El ORP se ajustó a -400 mV (vs. Ag/AgCl) usando polvo de zinc como agente de reducción, se introdujo en una autoclave una solución de sulfato de zinc con una concentración de zinc de 145 g/l, una concentración de hierro de 12,4 g/l y un pH de 4,5, y la reacción se realizó durante 2 horas en el estado en el que la presión se ajustó entre 5 barg y 15 barg al introducir oxígeno a una temperatura de 145 °C, después de lo cual la temperatura se redujo a temperatura ambiente. La reacción de precipitación de hierro en el ejemplo 3 se llevó a cabo sin introducir semillas de hematita.

Tabla 3

		Ejemplo Comparativo 6	Ejemplo Inventivo 7	Ejemplo Inventivo 8	Ejemplo Inventivo 9	Ejemplo Inventivo 10	Ejemplo Comparativo 11
Presión		3 barg	5 barg	7 barg	8 barg	10 barg	15 barg
Solución posterior a la reacción	Hierro (g/l)	3,5	1,2	0,5	0,5	0,4	0,4
	Ácido sulfúrico (g/l)	17,1	21,2	21,2	21,5	22,1	22,3
Hierro en precipitado (%)		49,2	50,1	56,6	56,9	57,2	58,2
Velocidad de precipitación de hierro (%)		71,8	90,3	96,0	96,1	96,8	97,1
Producción de Jarosita		X	X	X	X	X	X
Producción de ZSM		X	X	X	X	X	X

La Tabla 3 se refiere al comportamiento de la precipitación de hierro en función de una presión de acuerdo con el ejemplo 3. Con referencia a la Tabla 3, se obtuvo hematita con un contenido de hierro del 50 % o más en el precipitado de hierro a una presión de 5 barg o mayor. En las descripciones de los ejemplos 1 a 3, el proceso de precipitación de hierro se llevó a cabo en el estado en el que no se introdujo ninguna semilla de hematita. Se observó que la hematita se formó a una temperatura de proceso relativamente baja (comprendida entre aproximadamente 135 °C y 150 °C) y a una presión relativamente baja (comprendida entre aproximadamente 5 barg y 10 barg) aunque no se introdujo ninguna semilla de hematita.

La figura 9 es un diagrama de instalación de un aparato autoclave de acuerdo con una realización de la presente descripción.

Con referencia a la figura 9, un aparato autoclave incluye una primera y segunda autoclaves 100a y 100b configuradas para introducir oxígeno en las mismas para oxidar Fe (II) contenido en una solución de sulfato de zinc para producir hematita, un primer y segundo tanques flash 200a y 200b configurados para descomprimir una solución de reacción a alta presión descargada de la segunda autoclave 100b a presión atmosférica, y un refrigerador 300 configurado para enfriar la solución de sulfato de zinc descomprimida que tiene una temperatura de alrededor de 100 °C descomprimida en el primer y segundo tanques flash 200a y 200b de manera que la solución de sulfato de zinc descomprimida se puede filtrar usando una prensa de filtro. La estructura en la que se conectan la primera y segunda autoclaves 100a y 100b y el primer y segundo tanques flash 200a y 200b, puede ser sustancialmente la misma que la descrita con referencia a la figura 5.

La solución de proceso se calienta principalmente para que sirva como una solución de intercambio de calor del refrigerador 300 y luego se calienta con unos calentadores primero y segundo 310 y 320 usando vapor recuperado en los calentadores primero y segundo 310 y 320. Después de eso, la solución de proceso se calienta a una temperatura de reacción final en un intercambiador de calor 330 configurado para intercambiar calor usando vapor, y luego se introduce en la primera autoclave 100a.

En la presente realización, el tanque flash está configurado para dividirse en el primer tanque flash 200a y el segundo tanque flash 200b con el fin de mejorar la eficiencia térmica y mejorar así la velocidad de recuperación de vapor cuando

- 5 la solución de proceso se calienta con el vapor generado en el tanque flash. En ese momento, es posible que el vapor generado minimice la pérdida de energía al calentar directamente la solución de proceso usando el primer calentador 310 y el segundo calentador 320, que están conectados respectivamente al primer tanque flash 200a y al segundo tanque flash 200b. Como se describe anteriormente, en la presente realización, al introducir la solución de proceso en la autoclave en tres etapas de calentamiento, es posible recuperar el 90 % o más de la energía de la solución de proceso descargada de la autoclave, y por tanto es posible reducir la cantidad de vapor usado para mantener la temperatura de reacción a una alta temperatura en un 80 % o más.

REIVINDICACIONES:

1. Autoclave vertical para usar en un proceso húmedo de un metal, que comprende:
 un puerto de entrada a través del cual se introduce una solución de proceso,
 un puerto de salida a través del cual se descarga la solución de proceso,
 un puerto de entrada de oxígeno a través del cual se suministra oxígeno a la solución de proceso,
 un agitador configurado para mezclar la solución de proceso,
 una pared interna,
 una capa de ladrillo resistente a la abrasión y resistente al ácido apilada para extenderse desde una parte inferior de la pared interna hasta una parte lateral de la pared interna de modo que la parte inferior y la parte lateral de la pared interna se revisten con la capa de ladrillo resistente al ácido, y
 una capa de metal resistente al ácido revestida sobre una parte superior de la pared interna.
2. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que la autoclave vertical tiene un diámetro interno de 5,5 m o más.
3. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que la autoclave vertical tiene un volumen interno de 150 m³ o más.
4. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que un volumen de la solución de proceso es de 100 m³ o más cuando se acciona la autoclave vertical.
5. Autoclave vertical según la reivindicación 1, que comprende además un anillo de tapa que cubre una parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido sobre la parte lateral de la pared interna.
6. Autoclave vertical según la reivindicación 5, que comprende además una capa de membrana prevista entre la pared interna y la capa de ladrillo resistente al ácido, en donde la capa de membrana está prevista para extenderse entre la parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido y el anillo de tapa.
7. Autoclave vertical según la reivindicación 5, que comprende además una pluralidad de nervios que conectan el anillo de tapa y la capa de metal resistente al ácido.
8. Autoclave vertical según la reivindicación 7, en la que el anillo de tapa y la pluralidad de nervios se forman del mismo material que la capa de metal resistente al ácido.
9. Autoclave vertical según la reivindicación 7, en la que se forman huecos entre la pluralidad de nervios, el anillo de tapa y la capa de metal resistente al ácido.
10. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que el puerto de entrada está dispuesto en la parte superior de la pared interna y el puerto de salida está dispuesto en la parte lateral de la pared interna.
11. Autoclave vertical según la reivindicación 10, en la que el puerto de entrada se extiende a un interior de la autoclave vertical y cuando se acciona la autoclave vertical, un extremo del puerto de entrada se sumerge en la solución de proceso.
12. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que el puerto de entrada y el puerto de salida están dispuestos en la parte lateral de la pared interna y el puerto de entrada está dispuesto en una posición más alta que el puerto de salida.
13. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que el puerto de entrada de oxígeno está dispuesto en la parte inferior de la pared interna, y
 la autoclave vertical incluye, además:
 un conducto de entrada de oxígeno conectado al puerto de entrada de oxígeno; y
 un paso de agua de enfriamiento dispuesto para rodear el puerto de entrada de oxígeno.
14. Autoclave vertical según la reivindicación 13, que comprende además un conducto de vapor a alta presión que se comunica con el conducto de entrada de oxígeno, en donde se suministra vapor a través del conducto de vapor a alta presión al puerto de entrada de oxígeno.
15. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que, cuando se acciona la autoclave, un nivel de agua de la solución de proceso en la autoclave vertical se ajusta para que sea más bajo que una parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido prevista en la parte lateral de la pared interna.
16. Autoclave vertical según la reivindicación 1, en la que la capa de metal resistente al ácido se reviste para que se extienda hasta un extremo superior de la parte lateral de la pared interna.

17. Autoclave vertical según la reivindicación 16, en la que, en el extremo superior de la parte lateral de la pared interna, la capa de metal resistente al ácido se extiende entre la pared interna y la capa de ladrillo resistente al ácido.

18. Aparato autoclave que comprende una primera autoclave y una segunda autoclave, que están conectadas en serie,

en el que cada una de la primera autoclave y la segunda autoclave es una autoclave vertical para usar en un proceso húmedo de un metal que comprende:

un puerto de entrada a través del cual se introduce una solución de proceso,

un puerto de salida a través del cual se descarga la solución de proceso,

un puerto de entrada de oxígeno a través del cual se suministra oxígeno a la solución de proceso,

un agitador configurado para mezclar la solución de proceso,

una pared interna,

una capa de ladrillo resistente al ácido y resistente a la abrasión apilada para extenderse desde una parte inferior de la pared interna hasta una parte lateral de la pared interna de manera que la parte inferior y la parte lateral de la pared interna se revisten con la capa de ladrillo resistente al ácido, y

una capa de metal resistente al ácido revestida sobre una parte superior de la pared interna.

19. Aparato autoclave según la reivindicación 18, que comprende además un tubo de conexión que conecta la primera autoclave y la segunda autoclave entre sí,

en el que un lado aguas arriba del tubo de conexión corresponde al puerto de salida de la primera autoclave y un lado aguas abajo del tubo de conexión corresponde al puerto de entrada de la segunda autoclave.

20. Aparato autoclave según la reivindicación 19, en el que, cuando se accionan la primera autoclave y la segunda autoclave, el puerto de salida de la primera autoclave se sumerge en una solución en la primera autoclave y el puerto de entrada de la segunda autoclave se sumerge en una solución en la segunda autoclave.

21. Aparato autoclave según la reivindicación 18, en el que la primera autoclave está instalada en una posición más alta que la segunda autoclave.

22. Aparato autoclave según la reivindicación 18, que comprende además al menos un tanque flash conectado al puerto de salida de la segunda autoclave.

23. Método de eliminación de sal de una autoclave, según la reivindicación 1, comprendiendo el método:

eleva un nivel de superficie de la solución de proceso en la autoclave vertical desde un primer nivel hasta un segundo nivel de manera que sal en la autoclave se sumerge en la solución; y

mantener el nivel de superficie de la solución de proceso en el segundo nivel,

en el que la sal se disuelve en la solución de proceso mientras que el nivel de superficie de la solución de proceso se mantiene en el segundo nivel.

24. Método según la reivindicación 23, en el que la sal es soluble en agua.

25. El método según la reivindicación 23, en el que el proceso de mantenimiento del nivel de superficie de la solución de proceso en el segundo nivel se realiza durante un periodo comprendido entre una hora y seis horas.

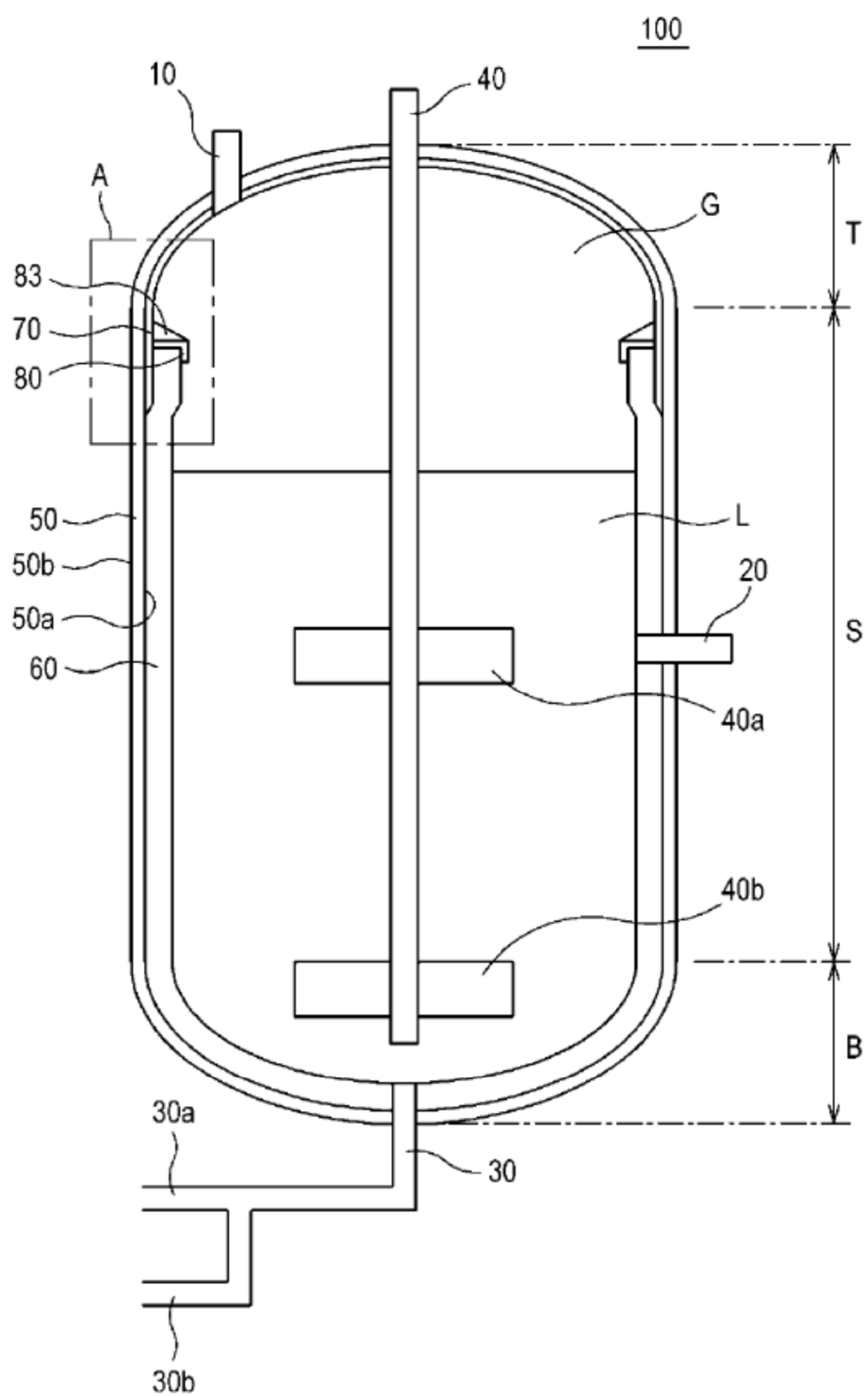
26. Método según la reivindicación 23, que comprende además reducir el nivel de superficie de la solución de proceso del segundo nivel al primer nivel.

27. Método según la reivindicación 23, en el que el segundo nivel es más bajo que un nivel de superficie más alto de la capa de ladrillo resistente al ácido.

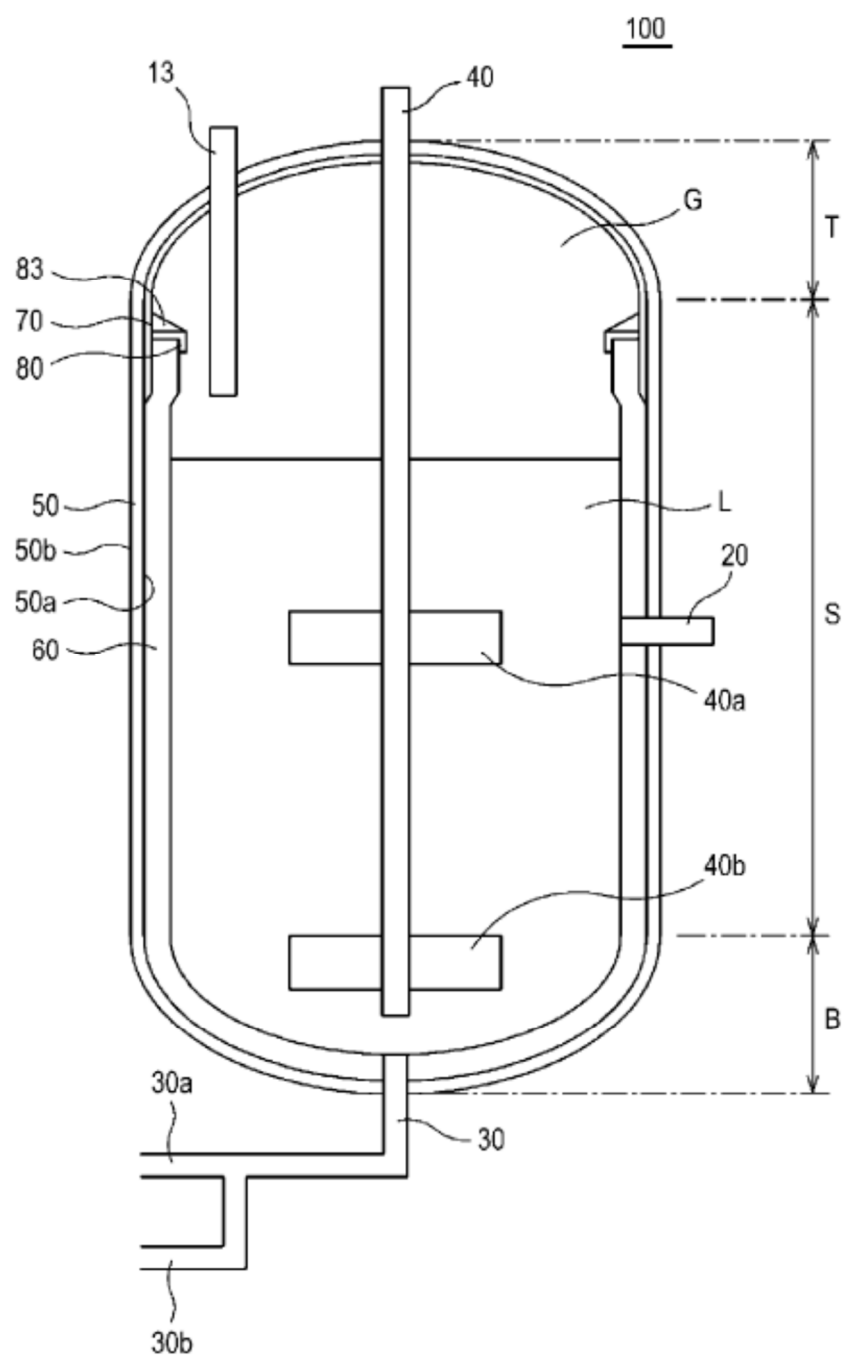
28. Método según la reivindicación 23, en el que la autoclave vertical comprende además un anillo de tapa que cubre una parte superior de la capa de ladrillo resistente al ácido en la parte lateral de la pared interna.

29. Método según la reivindicación 28, en el que el segundo nivel es más bajo que un nivel de superficie más bajo del anillo de tapa.

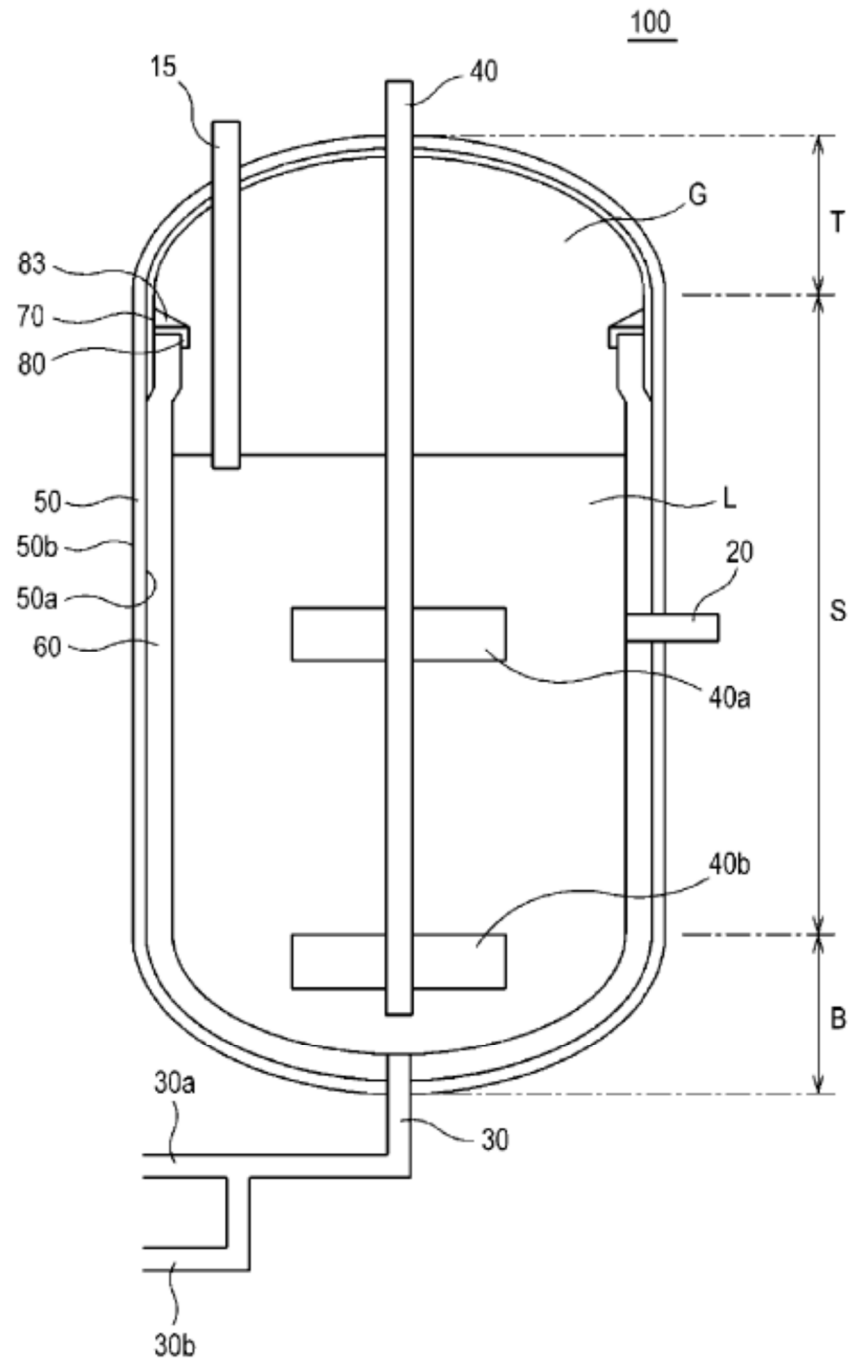
[Fig. 1A]



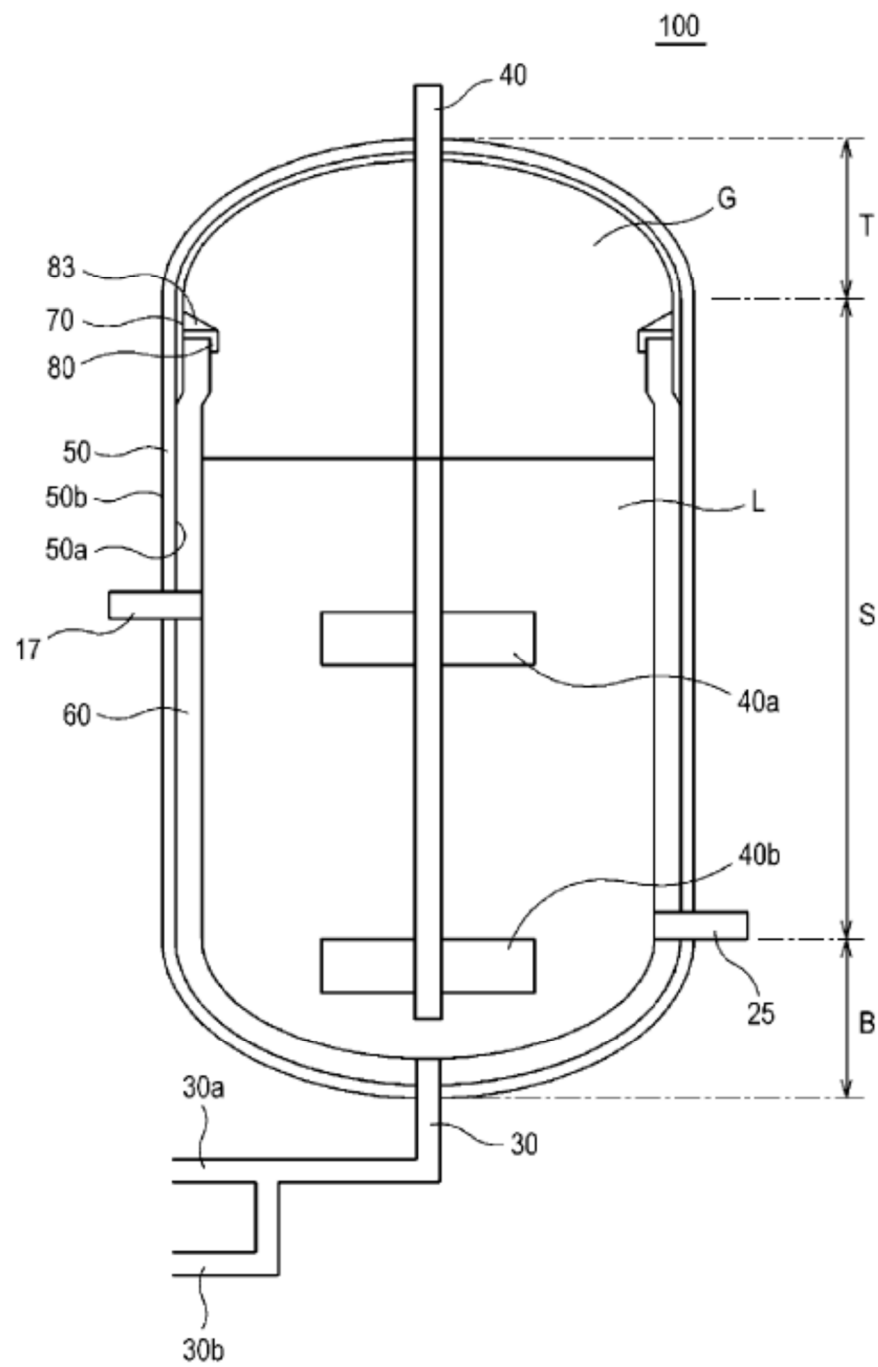
[Fig. 1B]



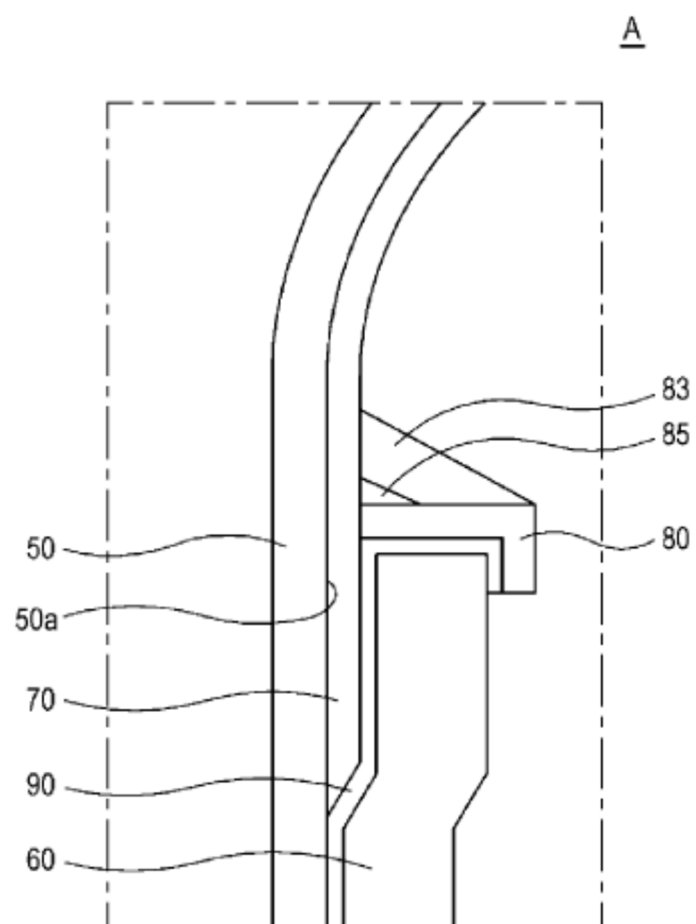
[Fig. 1C]



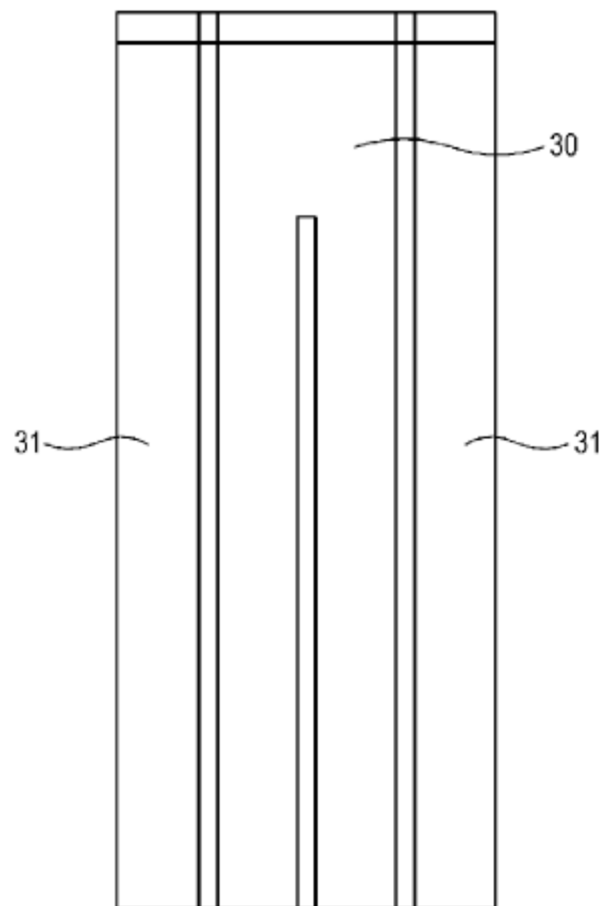
[Fig. 1D]



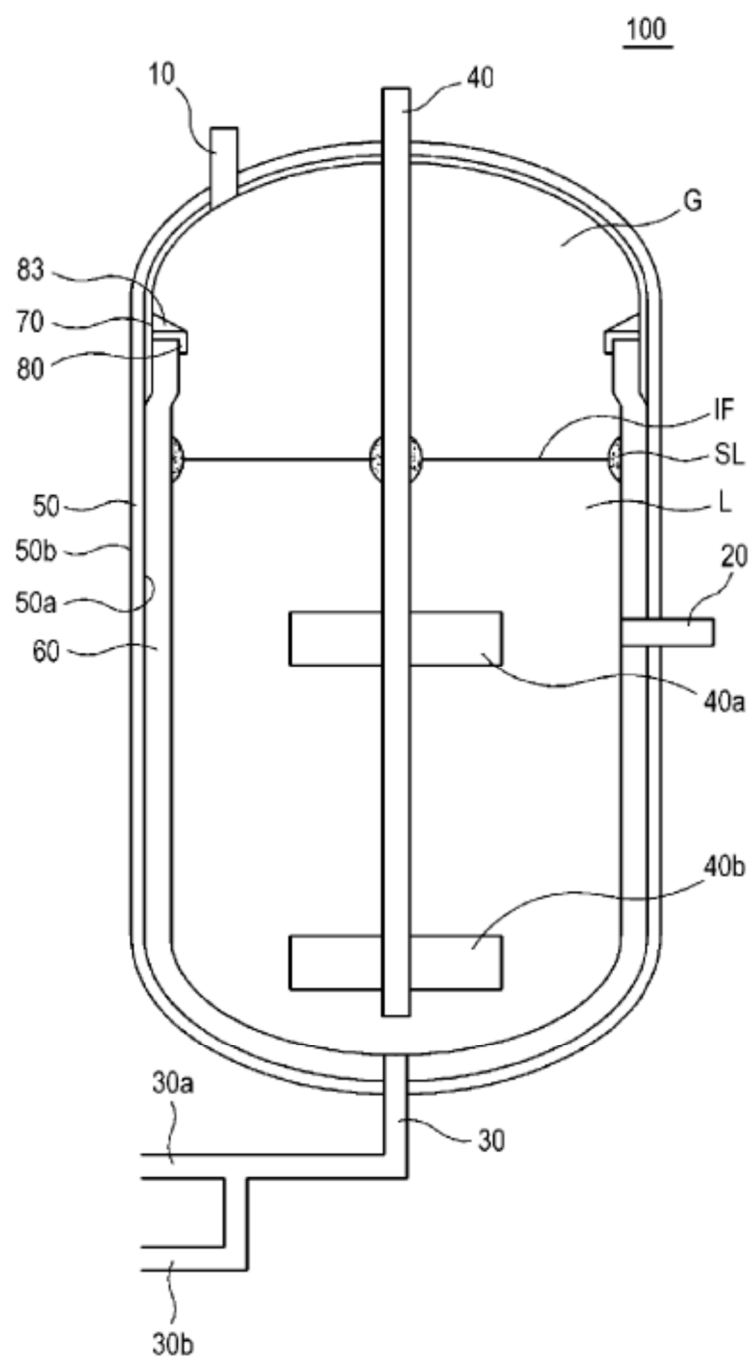
[Fig. 2]



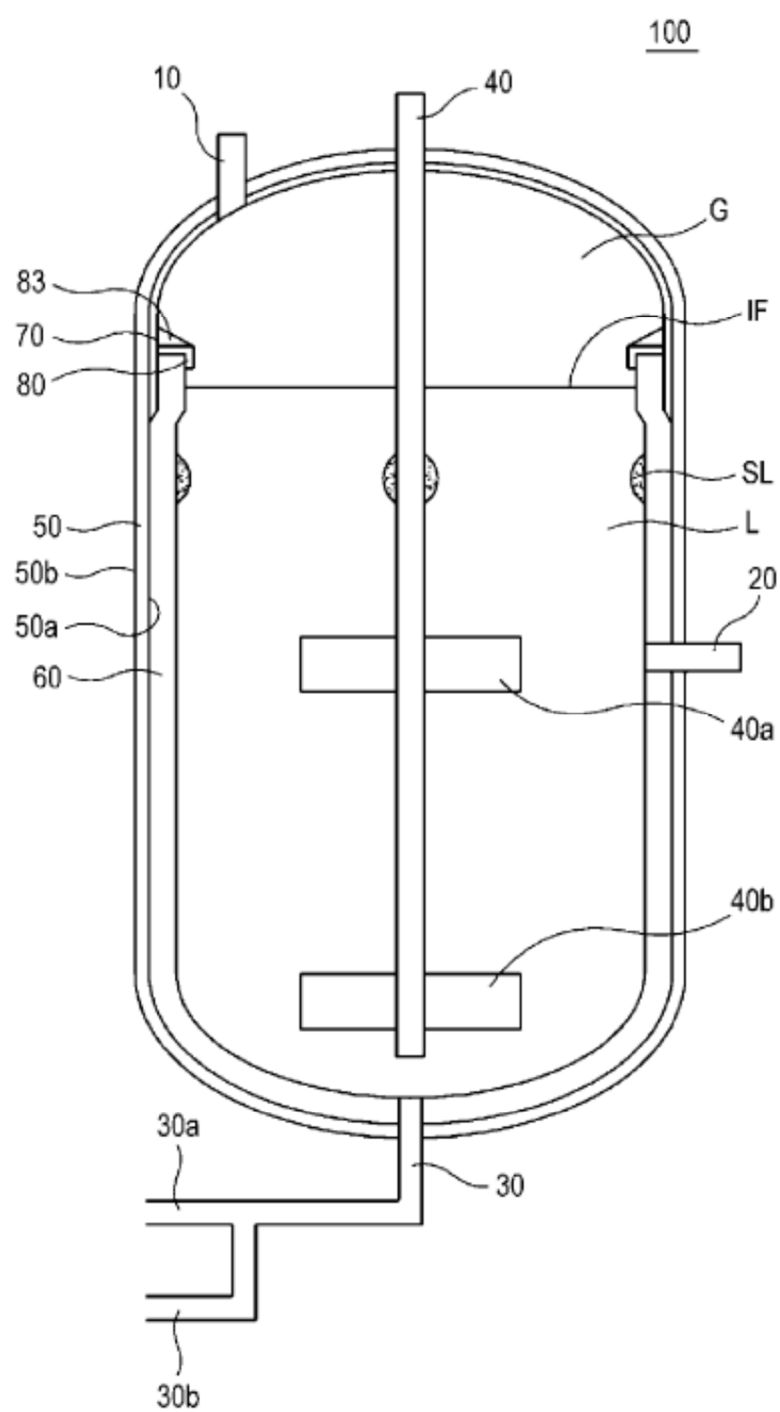
[Fig. 3]



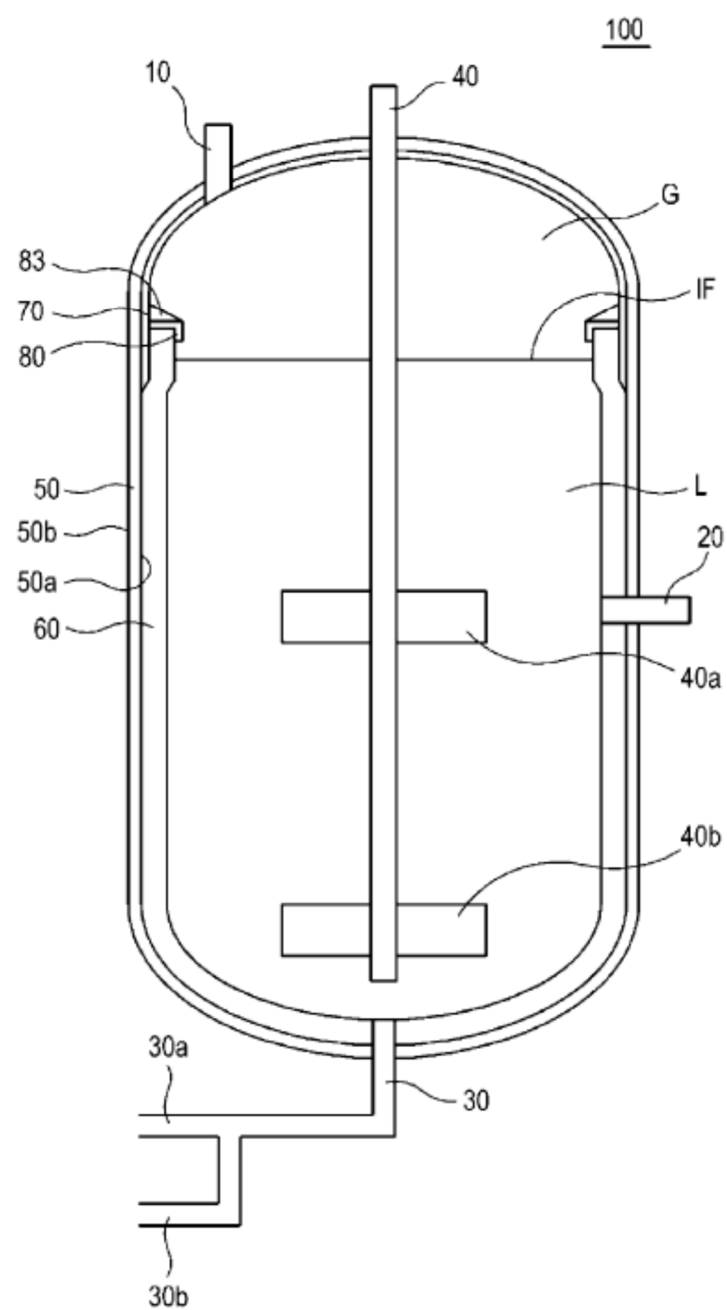
[Fig. 4A]



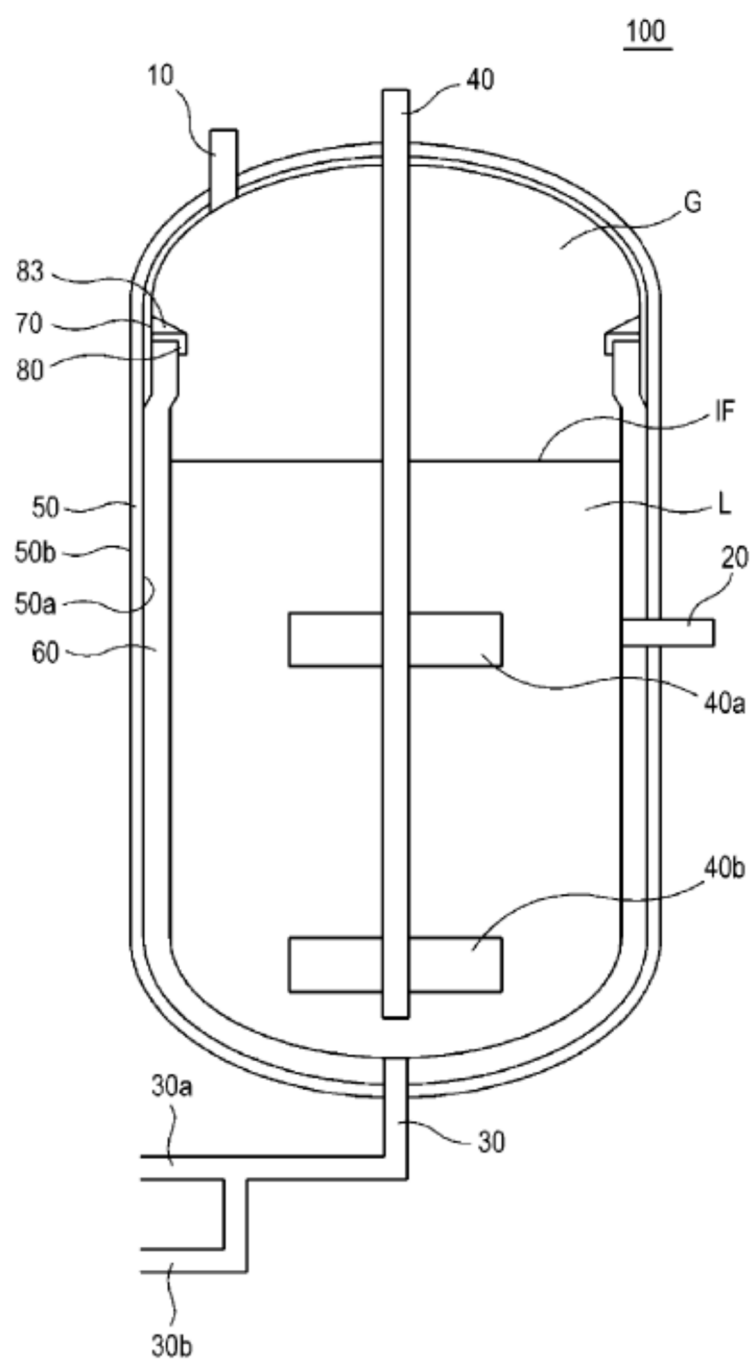
[Fig. 4B]



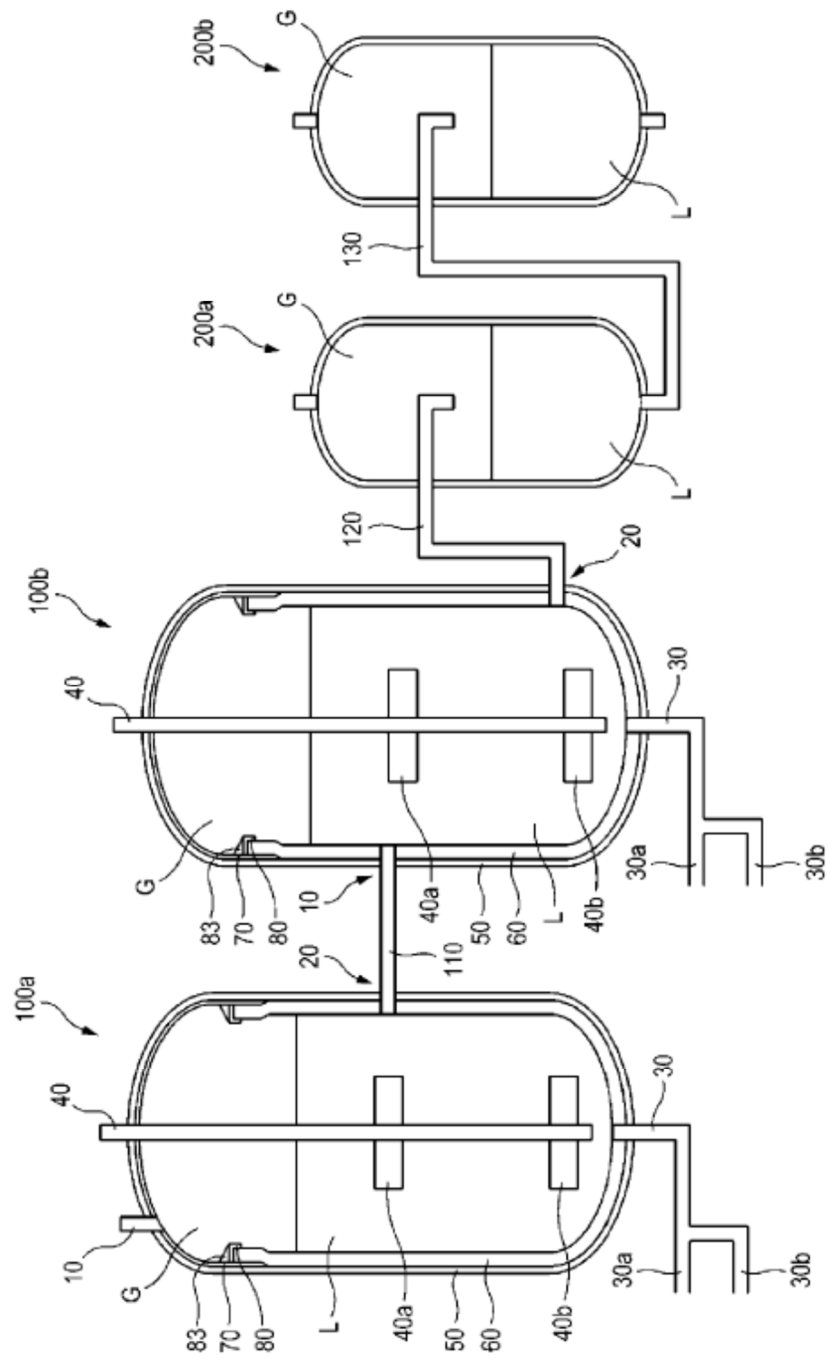
[Fig. 4C]



[Fig. 4D]

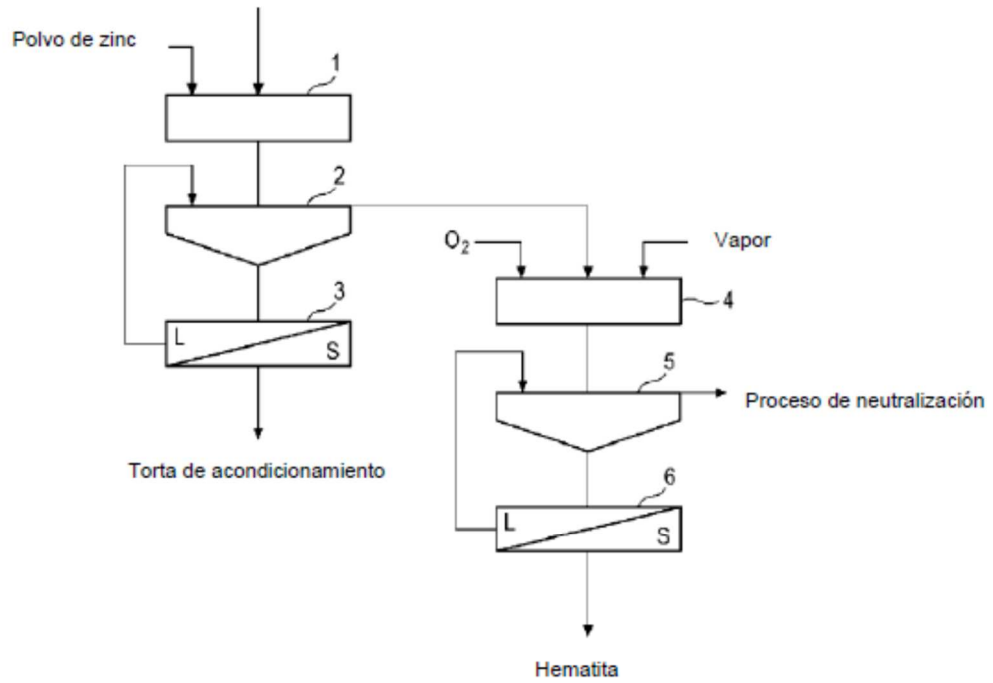


[Fig. 5]

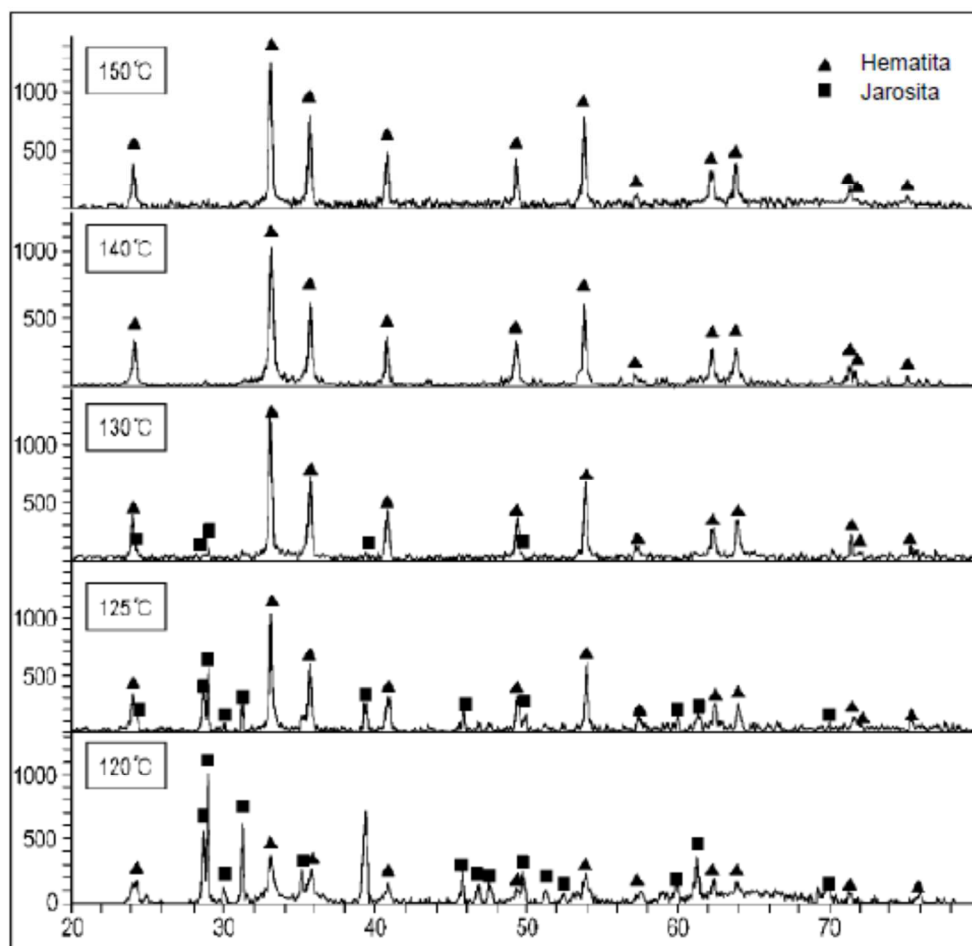


[Fig. 6]

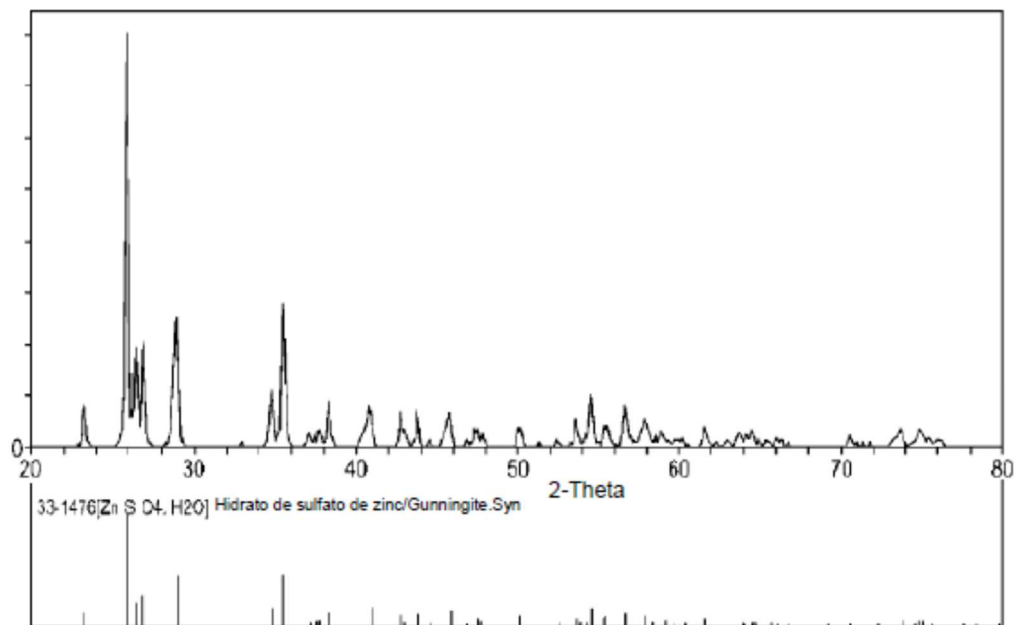
Solución de entrada de proceso de acondicionamiento



[Fig. 7]



[Fig. 8]



[Fig. 9]

