

AS: 83.466



REPUBLICA DE COLOMBIA



SUPERINTENDENCIA
DE INDUSTRIA
Y COMERCIO

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES



00 83210

DE
E
V

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
Indicación: 00083210 00000000 Folios: 30
Fecha (MM): 2000-11-01/17:31:39
Inscrito: 002 PATENTES Y REGISTRO/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

DATOS DEL SOLICITANTE

(71) Nombres y Apellidos o Razón Social

BHP MINERALS INTERNATIONAL, INC.

No. de Identificación

Representante Legal (Persona Jurídica)

País de Domicilio

Estados Unidos de América

Departamento o Estado

Nevada

Ciudad

Reno

Dirección

(74) DATOS DEL APODERADO

Nombre

RAMIRO CASTRO DUQUE

Dirección

Cra 7 No. 16-56 Piso 9

DATOS DEL INVENTOR

(72) Nombre del Inventor (es)

J. Carlos Arroyo, David A. Neudorf

Dirección y Domicilio

Sparks, Nevada; Reno, Nevada, Estados Unidos de
América (Respectivamente)

Identificación

DATOS DE LA PATENTE DE INVENCION

(54) Título de la Invención

PROCESO DE LIXIVIACION ATMOSFERICA PARA LA RECUPERACION

DE NIQUEL Y COBALTO DE MENAS DE LIMONITA Y SAPROLITA

PRIORIDAD REIVINDICADA
BAJO EL CONVENIO DE PARIS

SI ☒

NO ☐

(33) País US

(32) Fecha 99-11-03

(31) No. Solicitud 09/432,536

(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL

C 22 B 23/00

RESUMEN CON EL OBJETO Y LA FINALIDAD DE LA INVENCION

2

Suministrar un proceso para lixiviar menas de laterita níquelífera por medio de métodos hidrometalúrgicos a temperaturas por debajo del punto de ebullición de la pasta aguada y a presión atmosférica, de las cuales se obtienen elevadas extracciones totales de níquel y cobalto.

ANEXOS DE LA SOLICITUD

Certificado de Existencia y Representación Legal cuando el solicitante sea Persona Jurídica

☐

Los poderes debidamente otorgados, o mención de su protocolización ante la S.I.C

☐

Recibo de la tasa respectiva \$608.000 (Recibo No.65,597)

☒

Si se reivindica prioridad, el certificado respectivo (copia legalizada)

☐

Traducción oficial

☐

Capítulo descriptivo

☒

Dibujos, planos necesarios

☒

Capítulo reivindicatorio

☒

Tarjeta archivo propietarios según formato

☒

Tarjeta archivo temático según formato

☐

Extracto para resumen o para publicación según formato

☐

Arte final 12 x 12 cms

☐

SOLICITO LA CONCESION DE LA PATENTE DE INVENCION Y DECLARO QUE LA INVENCION ES NUEVA Y DE MI PROPIEDAD

FIRMA DEL APODERADO

Noviembre 01, 2000
CPB/hsr.

CC. 170.322 de Btá TP.No.1003 del C.S.J.

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 65,597
 FECHA : OCTUBRE 20 DE 2000

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO
 Radicación : 00003216 00000000 Folios: 30
 Fecha (HNB): 2000-11-01 17:31:39
 Inscrito : 002 PATENTES D 1 REGISTRO/ 411 PRESENTAC
 Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	SUCURSAL	CUENTA	No. PAGO	Vr. PAGO
BRIGARD & CASTRO LTDA	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	BOGOTA	050-00110-6	2694119	3,648,000.00

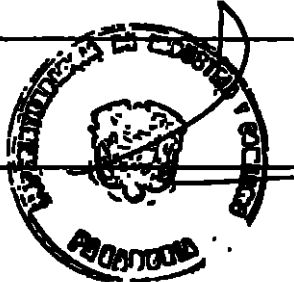
***** C O N C E P T O *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	608,000.00
		TOTAL :	\$ 608,000.00

SON: SEISCIENTOS OCHO MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____



Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
 Conmutador: 334 12 21
 Fax: 281 31 25
 e-mail: info@sic.gov.co
 Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

4

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PATENTE ☒ MODELO DE UTILIDAD ☐ DISEÑO INDUSTRIAL ☐

SOLICITANTE/S. RAZON SOCIAL O APELLIDOS Y NOMBRES BHP MINERALS INTERNATIONAL, INC.

DOMICILIO RENO, NEVADA, ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

APODERADO RAMIRO CASTRO DUQUE

TITULO PROCESO DE LIXIACION ATMOSFERICA PARA LA RECUPERACION DE NIQUEL Y COBALTO DE
MENAS DE ...

CLASIFICACION _____

EXPEDIENTE No. _____ FECHA DE SOLICITUD _____ ROLLO MICROFILM _____

CERTIFICADO No. _____ FECHA DE CONCESION _____ VIGENCIA DESDE _____ HASTA _____

PRORROGA _____ CAMBIO DE NOMBRE _____

TRASPASO A _____

INVENTOR (ES) J. CARLOS ARROYO, DAVID A. NEUDORF

OTROS _____

OFICINA DE COMUNICACIONES

7

5

PROCESO DE LIXIVIACIÓN ATMOSFÉRICA PARA LA RECUPERACIÓN DE NÍQUEL Y COBALTO DE MENAS DE LIMONITA Y SAPROLITA

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La presente invención se relaciona con un proceso hidrometalúrgico para recuperar níquel y cobalto de menas de laterita niquelífera y, en particular, con la lixiviación atmosférica de menas de limonita y saprolita con un ácido mineral para disolver el níquel y el cobalto, en la que el hierro se desecha como jarosita.

Las reservas conocidas de níquel y cobalto en menas de óxido niquelíferas, por ejemplo, las denominadas lateritas que comprenden mena de limonita y saprolita, son mucho más grandes que las correspondientes reservas en menas de sulfuro. Sin embargo, una importante desventaja cuando se procesan menas de laterita es la incapacidad de beneficiar estas menas mediante técnicas convencionales.

Un número de nuevos procesos hidrometalúrgicos se está desarrollando para la extracción de níquel y cobalto a partir de menas de laterita niquelífera. Muchos de estos procesos requieren la disolución de los metales valiosos con ácido sulfúrico a alta temperatura (245°-270°C) y presión (525-785 psig), seguida por separación sólido-líquido y neutralización del ácido libre residual presente a temperatura ambiente. Éste es el "Moa Bay Process" (Proceso de la Bahía de Moa) básico, descrito por J.R. Boldt y P.E. Queneau en "The Winning of Nickel" (La Obtención de Níquel), Methuen, Londres, 1967. En

este proceso, la mena niquelífera se convierte primero en una pasta aguada con un contenido de sólidos de alrededor del 40% antes de la lixiviación a alta temperatura y presión. Durante la lixiviación a presión la mayoría de los metales se disuelven y el hierro y el aluminio se desechan mediante hidrólisis en hematita y alunita, respectivamente. Luego de la lixiviación, la pasta aguada se enfría y se lava mediante decantación a contracorriente y los sólidos se dirigen al tratamiento de desechos de mineral valioso. El ácido sobrante se neutraliza y el hierro y aluminio residuales se precipitan en forma de hidróxidos con la adición de lodo de coral. Posteriormente se recuperan níquel y cobalto mediante precipitación de sulfuro.

Se han ideado algunas variaciones del método de lixiviado con ácido a alta presión (HPAL) con el objeto de mejorar el proceso y los aspectos económicos. Por ejemplo, la Patente de los Estados Unidos 4,044,096 proporciona pautas para optimizar la lixiviación con ácido a alta presión de menas lateríticas niquelíferas mediante una combinación de pasos operacionales para mejorar la economía y la eficiencia de la lixiviación. Los pasos incluyen escalpar mena de laterita para retirar la fracción gruesa (alto magnesio) y, de ese modo, reducir el consumo de ácido.

El proceso HPAL es sumamente manejable para menas de alto hierro que contienen 40% en peso de hierro o más. Las menas lateríticas con un contenido de hierro inferior al 40% en peso contienen por lo general una mayor cantidad de magnesio que consume ácido y, por lo tanto, no son económicamente apropiadas para lixiviación directa a alta presión. La Patente de los Estados Unidos 3,804,613 enseña un método de lixiviación con ácido a

X

alta presión de mena de saprolita con cocientes ácido/mena relativamente bajos, mediante el acondicionamiento previo de la saprolita con licor de lixiviado del paso de lixiviación a alta presión. No se menciona la lixiviación concurrente de limonita.

La Patente de los Estados Unidos 3,991,159 enseña el empleo de mena de saprolita para neutralizar el ácido resultante de la lixiviación con ácido a alta presión de mena de limonita. La lixiviación de la fracción de saprolita se lleva a cabo a alta temperatura (150°-250°C) y presión para un desecho efectivo de hierro y aluminio, pero con extracción de níquel relativamente baja de la mena de saprolita. En otro proceso, la Patente de los Estados Unidos 4,097,575 enseña una mena de saprolita que se tuesta a 500°-750°C bajo condiciones de oxidación para aumentar su capacidad de neutralización antes de la neutralización de los licores HPAL. Este proceso se ve afectado por el alto costo de capital necesario para las plantas de torrefacción.

Aunque los métodos HPAL del arte previo obtienen una elevada extracción de níquel y cobalto, requieren el empleo de equipo costoso y complejos materiales de construcción para resistir el uso de ácido concentrado a las altas temperaturas (200°-300°C) que se necesitan. Más aún, parte del hierro y aluminio desechados se encuentran en la forma de hidróxidos, que son difíciles de tratar. Se han propuesto algunas alternativas al proceso HPAL para recuperar níquel y cobalto a partir de mena de laterita.

Por ejemplo, la Patente de los Estados Unidos 4,062,924 describe un método para lixiviar menas de limonita en medios ácidos con temperaturas hasta 110°C y en la presencia de gas de sulfuro de hidrógeno para precipitar

níquel y cobalto disueltos. No obstante, la mayor parte del hierro disuelto se reduce también al estado de oxidación divalente, consumiendo cantidades muy grandes del gas reductor adicional al alto consumo de ácido. La Patente de los Estados Unidos 4,065,542 enseña un método similar. En este proceso, el hierro ferroso producido por el método ya descrito se emplea para lixiviar metales valiosos a partir de nódulos de mar manganíferos. La Patente de los Estados Unidos 4,511,540 ilustra una forma de recuperar níquel y cobalto de menas con una matriz manganífera mediante lixiviación con ácido sulfúrico en la presencia de gas de bióxido de sulfuro a temperaturas por debajo del punto de ebullición de la solución líquida. Ninguno de estos procesos incluye el tratamiento de menas saprolíticas.

En el proceso de la Patente de los Estados Unidos 3,793,432, se remueve mena de limonita con ácido sulfúrico con un pH por debajo de 1.5, añadiendo simultáneamente agentes alcalinos de precipitación de hierro. El proceso se lleva a cabo a presiones atmosféricas, pero requiere tiempos de lixiviación superiores a 40 horas y, usualmente, desde 60 a 100 horas para una eficiente extracción del níquel y precipitación del hierro. En este proceso no se hace ningún uso de la saprolita. La Patente de los Estados Unidos 4,410,498 enseña un método para lixiviar mena de saprolita con ácido sulfúrico a presión atmosférica, añadiendo al mismo tiempo un agente reductor para mantener el potencial redox (reducción/oxidación) entre 400 y 600 mV. En otro proceso, descrito en la Patente de los Estados Unidos 5,571,308, se remueven níquel y cobalto de mena de saprolita mediante el contacto con un ácido mineral a temperatura ambiente o en el rango de

c

temperatura de 60°-80°C. El modo de lixiviación puede realizarse por lixiviación de pila, cuba o agitación.

Actualmente hemos encontrado un método eficiente y económico para lixiviar menas de limonita y saprolita en un proceso único a presión atmosférica, para obtener una disolución de alto porcentaje de níquel y cobalto y desechar hierro del licor de lixiviado como compuesto de jarosita al mismo tiempo. El método evita los altos costos de capital asociados con autoclaves complejos.

SUMARIO DE LA INVENCION

Es por tanto un objetivo de la presente invención proveer un método metalúrgico para disolver significativamente níquel y cobalto de menas de limonita y saprolita a temperaturas por debajo del punto de ebullición a presión atmosférica. Es otro objetivo de esta invención proporcionar un método para desechar hierro como jarosita de los licores cargados de laterita. Este y otros objetivos se pondrán de manifiesto de manera más clara en la siguiente revelación y dibujos adjuntos.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

FIG. 1 muestra un diagrama esquemático de flujo para la lixiviación atmosférica de mena de limonita con un ácido mineral y un agente reductor. Posteriormente el hierro se desecha de la solución de lixiviado como jarosita insoluble, mediante la adición de iones de metal alcalino o iones de amonio y

la mena de saprolita se remueve con ácido producido por la formación de jarosita.

FIG. 2 es una variación del diagrama de flujo de FIG. 1 en donde se emplea agua de mar para reducir a pasta aguada menas de limonita y saprolita antes de la lixiviación atmosférica con ácido sulfúrico. La disolución del cobalto durante la lixiviación de la limonita se intensifica con adiciones de gas de bióxido de azufre. El sodio presente en el agua de mar se convierte en la fuente principal de agente de precipitación de hierro.

FIG. 3 ilustra el efecto del potencial de oxidación sobre la disolución del cobalto y la reducción del hierro desde el estado de oxidación trivalente al de oxidación divalente durante la lixiviación atmosférica de la limonita.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La presente invención provee un proceso único para efectuar la disolución de níquel y cobalto de lateritas niquelíferas, a saber, menas de limonita y saprolita. El término limonita hace referencia a la fracción de alto hierro (por lo menos 25% en peso Fe) y bajo magnesio con (0.5 a 6% en peso Mg) contenida en menas de laterita niquelífera. Análogamente, el término saprolita denota la fracción de bajo hierro (5-20% en peso Fe) y alto magnesio (por lo menos 8% en peso Mg) contenida en menas de laterita niquelífera. Debe enfatizarse que estos rangos de composición no son en ninguna forma limitantes, sino que representan rangos empleados más ventajosamente en este proceso.

11

Refiriéndonos ahora a la FIG. 1, primero se separan o clasifican 10 las menas de limonita y saprolita. Por ejemplo, las menas pueden clasificarse mediante reducción a pasta aguada y cribado, o extraerse selectivamente para finalizar con dos composiciones distintas de mena (limonita y saprolita) como ya se describió. La mena de limonita se reduce primero a pasta aguada con agua a una concentración de sólidos entre alrededor de 5 y alrededor de 35% en peso y, más ventajosamente, a un contenido de sólidos de cerca de 25% en peso y luego se pone en contacto con ácido sulfúrico (H_2SO_4) 20 a una temperatura por debajo del punto de ebullición de la pasta aguada a presión atmosférica, mientras se mantiene el potencial redox (reducción/oxidación) por debajo de 1000 mV versus un electrodo de hidrógeno patrón ("SHE") y, más ventajosamente, por encima de 900 mV mediante la adición de un agente reductor para aumentar la disolución del cobalto.

La pasta aguada se agita (por ejemplo, revolviendo) durante un período de tiempo a la temperatura especificada para efectuar significativamente la disolución del níquel, el cobalto y el hierro de la mena. Al final del primer período de lixiviación, se introduce un agente de precipitación en la pasta aguada 30 para precipitar todo el hierro. El agente de precipitación se selecciona del grupo conformado por iones de metal alcalino (Na o K), iones de amonio y mezclas de los mismos. El hierro se precipita como jarosita. La cantidad de agente de precipitación es, como mínimo, la cantidad estequiométrica necesaria para precipitar todo el hierro. Opcionalmente, puede reciclarse una porción de la jarosita precipitada agregándola con el agente de precipitación del hierro para actuar como semilla.

12

La pasta aguada se mantiene a una temperatura por encima de 90°C y, preferencialmente, en el punto de ebullición para promover la precipitación del hierro en forma de jarosita, mediante lo cual el ácido resultante se neutraliza con adiciones de mena de saprolita para mantener la concentración de ácido libre en el rango entre 5 y 15 gpl y disolver el magnesio y el níquel de la mena de saprolita. La reacción de precipitación de la jarosita puede describirse como sigue:



en donde M es Na, Li, K ó NH₄. La pasta aguada puede tratarse entonces de acuerdo con métodos convencionales 50 para recuperar el níquel y el cobalto de la solución agotada de hierro.

FIG. 2 muestra otra incorporación de la presente invención. En esta incorporación, la limonita se reduce a pasta aguada en agua de mar en la fase de separación de la mena o luego de la extracción selectiva 10 con una densidad de sólidos de 20% en peso. El lodo de limonita se lixivia 20 a presión atmosférica con una cantidad de ácido sulfúrico para disolver la mayor parte de todo el hierro, níquel, cobalto y magnesio presentes en la mena. Gas de bióxido de azufre como agente reductor se inyecta en la pasta aguada durante el curso de la lixiviación de la limonita para mantener el potencial de redox (reducción/oxidación) por debajo de 1000 mV y, más ventajosamente, por encima de 900 mV para intensificar la disolución del cobalto minimizando simultáneamente la reducción de hierro férrico en hierro ferroso. El contenido de sodio en el agua de mar se convierte en la principal fuente de agente de precipitación del hierro, requiriéndose únicamente una pequeña cantidad de

25
13

agente adicional de precipitación en la precipitación simultánea posterior de la fase 30 de lixiviación de la jarosita y la saprolita. La precipitación de la jarosita se promueve manteniendo la temperatura en el punto de ebullición, o cerca de él, de la pasta aguada y reciclando los cristales de jarosita producidos previamente en el mismo modo para actuar como una superficie de semilla. La pasta aguada puede tratarse entonces de acuerdo con métodos convencionales 50 para recuperar el níquel y el cobalto.

Los siguientes ejemplos ilustran, pero no limitan, la presente invención. A menos que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes son en peso. En todos los experimentos se empleó el mismo aparato, el cual constaba de un reactor de vidrio equipado con deflectores, motor agitador con regulador de velocidad e impulsor marino, camisa calefactora y termostato, termómetro y condensador. Se recogieron muestras con una jeringa de 10 cc según necesidades y el líquido se tituló luego de filtrarlo para determinar la concentración de ácido libre. Las muestras sólidas se devolvieron por lo general al reactor. En la mayoría de los casos, se dispensó gas de bióxido de azufre de un cilindro vía una válvula solenoide y una frita de vidrio dentro del reactor. El potencial redox (reducción/oxidación) en la solución se midió con una sonda de platino versus un electrodo de referencia Ag/AgCl, pero todos los valores reportados son versus el electrodo de hidrógeno patrón.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la lixiviación atmosférica de la mena de limonita con ácido sulfúrico a presión atmosférica. Una mezcla de mena de limonita,

que tiene la composición indicada en la Tabla 1, se redujo a pasta acuosa con 15% en peso de sólidos en agua deionizada y se lixivió con ácido sulfúrico entre 90° y 95°C, mientras se agitaba a 800 rpm. Al comienzo de la lixiviación, se registró el potencial redox (reducción/oxidación) de la solución y se empleó gas de bióxido de azufre para controlar el potencial en el valor especificado.

Tabla 1 – Composición Química de la Muestra de Mena de Limonita (% en Peso).

Ni	Fe	Mg	Co	Al	Cr	Si	Mn	Zn
1.85	35.23	4.1	0.096	3.40	1.52	6.67	0.73	0.05

Tabla 2 – Resultados de la Lixiviación Atmosférica de Mena de Limonita.

ID Ensayo	Tiempo de Lixiviación (horas)	Eh (mV)	Peso (g) Mena Inicial	Pérdida en Peso (%)	Composición del Residuo (%)					Disolución (%)	
					Ni	Fe	Mg	Co	Mn	Ni	Co
1	3	1100*	100	66.2	0.94	18.40	3.40	0.176	1.26	83	37
2	3	900	292	68.5	0.43	13.5	4.48	0.02	0.04	92	93

* No se empleó bióxido de azufre.

Estos resultados muestran que la mena de limonita se lixivia efectivamente con ácido sulfúrico cerca del punto de ebullición de la solución a presión atmosférica. La diferencia en la disolución final de níquel entre el ensayo 1 y el ensayo 2 obedece a la cantidad más pequeña de ácido añadido en el ensayo 1 (1.05 g ácido/g mena) relativa al ensayo 2 (1.15 g ácido/g mena). Estos datos también ilustran el efecto del bióxido de azufre para mantener el potencial redox (reducción/oxidación) por debajo de 1000 mV en la disolución de cobalto. En el ensayo 1, el potencial redox (reducción/oxidación) fue el medido en la solución sin adición de gas de bióxido de azufre y la disolución

final de cobalto fue del orden del 37%. En el ensayo 2, el potencial redox (reducción/oxidación) se controló en alrededor de 900 mV con adiciones de bióxido de azufre, que resultaron en una disolución de cobalto mejor que el 90%. Números de disolución de manganeso muy similares pueden calcularse a partir de los datos en este ejemplo de acuerdo con la noción de que el cobalto se asocia principalmente con minerales (asbolita) de manganeso (IV). La reducción de Mn(IV) a Mn(II) es necesaria para disolver la asbolita en forma eficiente.

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra la lixiviación de mena de limonita seguida por precipitación simultánea de jarosita y lixiviación de saprolita, todas bajo condiciones de presión atmosférica. Mena de limonita (286 g) se mezcló primero con agua de mar sintética que contenía 24.5 gpl NaCl y 4.7 gpl MgCl₂ para formar una pasta aguada con 20% en peso de sólidos. La pasta aguada se lixivió posteriormente con ácido sulfúrico (cociente ácido/mena de 1.2) durante 3 horas a 95°C, agitando al mismo tiempo a 800 rpm. No se agregó gas de bióxido de azufre en este ensayo y el potencial redox (reducción/oxidación) medido fue del alrededor de 1200 mV. Al final de la lixiviación de la limonita, cuando la concentración de ácido sulfúrico libre era del orden de 10 gpl, se añadieron a la pasta aguada 40 g de sólidos que contenían jarosita (empleada como semilla) y 37 g de sulfato de sodio anhidro (agente de precipitación de sodio de relleno). Los sólidos que contenían jarosita se obtuvieron previamente en un ensayo similar y los conformaban

cristales de natro-jarosita, así como residuos de lixiviado de limonita y saprolita. La concentración de ácido sulfúrico libre en solución se controló entre 5 y 15 gpl con adiciones manuales de mena de saprolita seca. La composición química media de la mena de limonita, mena de saprolita y semilla de jarosita empleada en este ensayo se indican en la Tabla 3. Las adiciones de saprolita continuaron hasta que la concentración de ácido libre en solución se situó en alrededor de 5 gpl para un total de 235 g.

Tabla 3 – Composición Química de la Limonita, Saprolita y el Residuo con Contenido de Jarosita que se empleó como Semilla (% en Peso).

Muestra	Ni	Fe	Mg	Co	Al	Cr	Si	Mn	Zn
Limonita	1.85	35.70	4.00	0.091	3.32	1.53	6.55	0.748	0.053
Saprolita	2.01	8.29	16.30	0.025	1.03	0.483	20.5	0.181	0.01
Semilla	0.47	23.5	2.25	0.044	1.47	1.08	10.7	0.322	0.02

Tabla 4 – Resultados de la Lixiviación Atmosférica de Limonita Seguida por Precipitación Simultánea de Jarosita y Lixiviación de Saprolita.

Composición del Residuo Final (% en Peso)					Solución Cargada (g/l)			
Peso (g)	Ni	Fe	Mg	Co		Ni	Fe	Na
600	0.33	19.6	2.5	0.025				
	Disolución Total del Metal (% en Peso)				Después del Lixiviado de Limonita	4.2	82.3	19.7
	Ni	Fe	Mg	Co	Al Final del ensayo	6.7	0.25	7.3
	80	0.2	70	55				

Los resultados de este ensayo, dados en la Tabla 4, muestran que alrededor de 82 gpl de hierro estaban presentes en la solución al final de la lixiviación de la limonita, confirmando que la mena de limonita se lixivió

eficientemente. Las concentraciones de hierro y de sodio decrecieron a alrededor de 0.25 y 7.3 gpl, respectivamente, al final del ensayo debido a la precipitación de natro-jarosita. El ácido liberado por la hidrólisis de hierro se empleó para disolver magnesio y níquel de mena de saprolita. En consecuencia, la disolución total de níquel y cobalto de las dos menas de limonita y saprolita al final del ensayo fue de 80 y 55%, respectivamente. La cantidad de sodio utilizada en el ensayo para precipitación de la jarosita correspondió a aproximadamente una razón molar de 0.6 ó levemente menos que dos veces la cantidad estequiométrica de sodio necesaria para una completa precipitación del hierro. Difracción de rayos X realizada sobre el residuo final confirmó la presencia de natro-jarosita. El tiempo total para la formación de jarosita en este ensayo fue del orden de 15 horas.

Ejemplo 3

Mena de limonita (284 g) se mezcló primero con agua de mar sintética que contenía 24.5 gpl NaCl y 4.7 gpl $MgCl_2$ para formar una pasta aguada con 20% en peso de sólidos. La pasta aguada se lixivió posteriormente con ácido sulfúrico (cociente ácido/mena de 1.2) durante 3 horas a 95°C, agitando al mismo tiempo a 800 rpm. El potencial redox (reducción/oxidación) en la solución se controló entre 900 y 830 mV con adiciones de gas de bióxido de azufre. Al final de la lixiviación de la limonita, cuando la concentración de ácido sulfúrico libre era del orden de 10 gpl, se añadieron a la pasta aguada 40 g de sólidos que contenían jarosita (empleados como semilla) y 5 g de cloruro de sodio (agente de precipitación de sodio de relleno). Los sólidos que

18

contenían jarosita se obtuvieron previamente en un ensayo similar y los conformaban cristales de natro-jarosita, así como residuos de lixiviado de limonita y saprolita. La concentración de ácido sulfúrico libre en solución se controló entre 5 y 15 gpl con adiciones manuales de mena de saprolita seca. La composición química media de la mena de limonita, mena de saprolita y semilla de jarosita empleada en este ensayo se indican en la Tabla 3. Las adiciones de saprolita continuaron hasta que la concentración de ácido libre en solución se situó en alrededor de 5 gpl para un total de 236 g.

Tabla 5 – Resultados de la Lixiviación Atmosférica de Limonita Seguida por Precipitación Simultánea de Jarosita y Lixiviación de Saprolita.

Composición del Residuo Final (% en Peso)					Solución Cargada (g/l)				
Peso (g)	Ni	Fe	Mg	Co		Ni	Fe	Fe ⁺²	Na
545	0.32	20.7	2.7	0.005					
	Disolución Total del Metal (% en Peso)				Después del Lixiviado de Limonita	4.1	82.3	-	11.4
	Ni	Fe	Mg	Co	Al Final del ensayo	6.5	3.8	3.3	0.06
	83	1.7	71	90					

Estos resultados (ver Tabla 5) muestran que el hierro producido durante la lixiviación atmosférica de la mena de limonita se hidrolizó en la segunda parte del ensayo, mediante lo cual el ácido producido de la hidrólisis se utilizó para disolver níquel y magnesio de mena de saprolita. La disolución total de níquel y cobalto de las dos menas de limonita y saprolita fue del orden de 83 y 90%, respectivamente, con la elevada disolución de cobalto en este ensayo debida a la adición de gas de bióxido de azufre durante la lixiviación de la

limonita. Las concentraciones de hierro y sodio disminuyeron a alrededor de 3.8 y 0.06 gpl, respectivamente, al final del ensayo debido a la precipitación de natro-jarosita. El hierro obtenido luego de la lixiviación atmosférica de la mena de limonita se precipitó en este ensayo con aproximadamente la cantidad estequiométrica del sodio necesaria para completar la precipitación del hierro. La única fuente de sodio en el ensayo fue sal de cloruro de sodio y el tiempo total para la precipitación de la jarosita fue de 18 horas. Si bien una concentración relativamente alta de hierro permaneció en la solución al final del ensayo, la mayor parte de este hierro existía en el estado divalente, que no puede precipitarse como jarosita.

Ejemplo 4

Mena de limonita (281 g) se mezcló primero con agua deionizada para formar una pasta aguada con 20% en peso de sólidos. La pasta aguada se lixivió posteriormente con ácido sulfúrico (cociente ácido/mena de 1.2) durante 3 horas a 95°C, agitando al mismo tiempo a 800 rpm. El potencial redox (reducción/oxidación) en la solución se controló a 900 mV con adiciones de gas de bióxido de azufre. Al final de la lixiviación de la limonita, cuando la concentración de ácido sulfúrico libre era del orden de 10 gpl, se añadieron a la pasta aguada 40 g de sólidos que contenían jarosita (empleada como semilla) y 44 g de agente de precipitación de sulfato de sodio. Los sólidos que contenían jarosita se obtuvieron previamente en un ensayo similar y los conformaban cristales de natro-jarosita, así como residuos de lixiviación de limonita y saprolita. La concentración de ácido sulfúrico libre en solución

20

se controló entre 5 y 15 gpl con adiciones manuales de mena de saprolita seca. La composición química media de la mena de limonita, mena de saprolita y semilla de jarosita empleada en este ensayo se indica en la Tabla 3. Las adiciones de saprolita continuaron hasta que la concentración de ácido libre en solución se situó en alrededor de 5 gpl para un total de 236 g.

Tabla 6 – Resultados de la Lixiviación Atmosférica de Limonita Seguida por Precipitación Simultánea de Jarosita y Lixiviación de Saprolita.

Composición del Residuo Final (% en Peso)					Solución Cargada (g/l)				
Peso (g)	Ni	Fe	Mg	Co		Ni	Fe	Fe ⁺²	Na
601	0.29	20.2	2.4	0.007					
	Disolución Total del Metal (% en Peso)				Después del Lixiviado de Limonita	4.0	79	-	12.1
	Ni	Fe	Mg	Co	Al Final del ensayo	6.5	1.43	1.22	3.2
	82	1.2	70	89					

Los resultados de este ensayo muestran que el proceso es igualmente efectivo en agua deionizada fresca y que la precipitación de la jarosita puede llevarse a cabo con sulfato de sodio como la única fuente de sodio. Las concentraciones de hierro y sodio disminuyeron a alrededor de 1.43 y 3.2 gpl, respectivamente, al final del ensayo debido a la precipitación de la natro-jarosita. El hierro obtenido después de la lixiviación atmosférica de la mena de limonita se precipitó en este ensayo con sólo un poco más que la cantidad estequiométrica de sodio necesaria para una completa precipitación del hierro. El tiempo total para la precipitación de jarosita fue de 17 horas. La disolución final de níquel y cobalto a partir de la mena de limonita y saprolita fue de 82 y 89% respectivamente. La razón de la elevada disolución de cobalto fue la

adición de gas de bióxido de sulfuro durante la lixiviación de la limonita. La mayor parte del hierro remanente en la solución al final del ensayo se dio en el estado de oxidación divalente.

Ejemplo 5

Lotes de mena de limonita (280 g) se lixiviaron con suficiente ácido sulfúrico a 90°C y 800 rpm para disolver todo el hierro, magnesio y níquel contenido en la mena. La composición de la mena de alimentación se indica en la Tabla 1. La pasta aguada se lixivió durante 3 horas y el potencial redox (reducción/oxidación) en la solución se monitoreó y ajustó a diferentes valores con adición de gas de bióxido de azufre. Al final del tiempo de lixiviación, los residuos sólidos se analizaron químicamente para determinar su respectiva composición.

La extracción porcentual de cobalto, como se calculó de la composición química de los residuos de sólidos, se graficó como una función del potencial redox (reducción/oxidación) medio en los ensayos. La magnitud de la disolución del cobalto de la mena de limonita se incrementó marcadamente cuando el potencial redox (reducción/oxidación) disminuyó por debajo de 1000 mV, como se muestra en Figura 3. La extracción porcentual de cobalto (Co ext) no aumentó significativamente más por debajo de 1000 mV. Se tomaron muestras líquidas durante los experimentos cuando ocurrieron variaciones en el potencial redox (reducción/oxidación) y la concentración de hierro ferroso en estas muestras se indica también como una función del potencial en Figura 3. Como puede observarse por el gráfico, el hierro

22

disuelto en la solución empezó a reducirse por el gas de bióxido de azufre por debajo de alrededor de 900 mV. Por consiguiente, se prefiere mantener el potencial redox (reducción/oxidación) durante la lixiviación de la limonita entre alrededor de 900 y alrededor de 1000 mV para maximizar la disolución del cobalto, sin reducir el hierro al estado de oxidación divalente, lo cual consume gas de bióxido de azufre en forma innecesaria y evita la precipitación del hierro como jarosita en el paso posterior.

Aunque se han descrito las que actualmente se cree que son incorporaciones preferidas de la invención, aquellas personas con habilidades en el arte se darán cuenta de que se pueden hacer cambios y modificaciones a las mismas sin apartarse del espíritu de la invención. Es la intención reivindicar todos aquellos cambios y modificaciones que caen dentro de la verdadera órbita de la invención.

Lo que se reivindica es:

1. Un proceso hidrometalúrgico para extraer níquel y cobalto de una mena de laterita que incluye por lo menos una mena de limonita y saprolita, proceso que comprende

a. producir una pasta aguada de mena de limonita que contiene menos de alrededor de 6% en peso de Mg con densidades de sólidos entre 5 y 35% en peso;

b. lixiviar la pasta aguada a una temperatura por debajo del punto de ebullición y a presión atmosférica mezclando con ácido sulfúrico para formar una solución de lixiviado, en donde el hierro y el níquel se disuelven en solución y se consume sustancialmente todo el ácido sulfúrico,

c. agregar un agente de precipitación de hierro seleccionado del grupo conformado por iones de sodio, potasio, amonio, y mezclas de los mismos;

d. mantener la temperatura entre alrededor de 85°C y el punto de ebullición de la pasta aguada y mantener la concentración de ácido libre entre alrededor de 5 y alrededor de 15 gpl, en donde la concentración final de hierro en solución es menor que 3 gpl, de manera que el hierro se precipite en forma de compuesto de jarosita; y

e. agregar mena de saprolita en la forma de una pasta aguada para formar una solución cargada, en donde el magnesio y el níquel se disuelven de la mena de saprolita.

2. El proceso de la reivindicación 1 en donde la densidad de sólidos de la pasta aguada de mena de limonita es de alrededor del 25% en peso de sólidos.

3. El proceso de la reivindicación 1 en donde el pH final de la solución de lixiviado está entre alrededor del 1.0 y alrededor del 1.8.

4. El proceso de la reivindicación 1 en donde la concentración final del hierro en solución es menor que 0.5 gpl. unidades.

5. El proceso de la reivindicación 1 en donde las menas de limonita y saprolita se convierten en pasta aguada en agua de mar.

6. El proceso de la reivindicación 5 en donde el agua de mar es la fuente principal de agentes de precipitación de hierro.

7. El proceso de la reivindicación 1 en donde el potencial redox (reducción/oxidación) en la solución durante el paso de lixiviado de la limonita se mantiene por debajo de 1000 mV versus un electrodo de hidrógeno patrón (SHE).

8. El proceso de la reivindicación 7 en donde el potencial redox (reducción/oxidación) se controla agregando un agente reductor en donde se intensifica la disolución del cobalto.

25

9. El proceso de la reivindicación 5 en donde el potencial redox (reducción/oxidación) en solución durante el lixiviado de limonita se mantiene por debajo de 1000 mV versus un electrodo de hidrógeno patrón (SHE).

10. El proceso de la reivindicación 9 en donde el potencial redox (reducción/oxidación) se controla agregando un agente reductor en donde se intensifica la disolución del cobalto.

11. El proceso de la reivindicación 8 en donde se emplea gas de bióxido de azufre como el agente reductor.

12. El proceso de la reivindicación 10 en donde se emplea gas de bióxido de azufre como el agente reductor.

13. El proceso de la reivindicación 1 en donde el potencial redox (reducción/oxidación) en la solución se mantiene entre alrededor de 1000 y alrededor de 900 mV versus SHE, en donde se evita sustancialmente la reducción de óxido férrico.

14. El proceso de la reivindicación 1 en donde una porción de los compuestos de jarosita se remueve y agregan posteriormente al agente añadido de precipitación del hierro para servir como una superficie de siembra para intensificar la precipitación del hierro como jarosita.

15. El proceso de la reivindicación 1 que comprende además someter el lodo de lixiviado a separación sólido-líquido.

16. El proceso de la reivindicación 15 en donde la separación sólido-líquido se lleva a cabo por un proceso seleccionado del grupo conformado por decantación de contracorriente, filtración o una combinación de las mismas.

17. El proceso de la reivindicación 16 que comprende separar níquel y cobalto de la solución cargada.

18. El proceso de la reivindicación 17 en donde la separación se realiza mediante un proceso seleccionado del grupo conformado por precipitación de sulfuro con gas de sulfuro de hidrógeno, extracción con solventes, intercambio de iones, o una combinación de los mismos.

19. El proceso de la reivindicación 18 en donde el intercambio de iones comprende un proceso de separación resina-en-pasta aguada.

2X

EXTRACTO

Se provee un proceso para lixiviar menas de laterita níquelífera por medio de métodos hidrometalúrgicos a temperaturas por debajo del punto de ebullición de la pasta aguada y a presión atmosférica, de las cuales se obtienen elevadas extracciones totales de níquel y cobalto. La fracción de alto hierro de la laterita, denominada limonita, se pone primero en contacto con un ácido mineral concentrado para disolver parcial o completamente el hierro y el níquel en la solución. Durante este proceso, se utiliza un agente reductor para mantener el potencial redox (reducción/oxidación) en la solución por debajo de 1000 mV para intensificar la disolución del cobalto y, más ventajosamente, entre 1000 y 900 mV para evitar la reducción de hierro férrico. Un mezclado adicional del lodo de lixiviado en la presencia de sodio, potasio o amonio permitirá la formación de jarosita de hierro a temperatura ambiente. El ácido resultante de la hidrólisis del hierro se neutraliza con la fracción de bajo hierro de la mena de laterita (saprolita) disolviendo níquel en la solución. El lodo resultante puede tratarse entonces para recuperar níquel y cobalto de la solución.

2.2

FIGURE 1

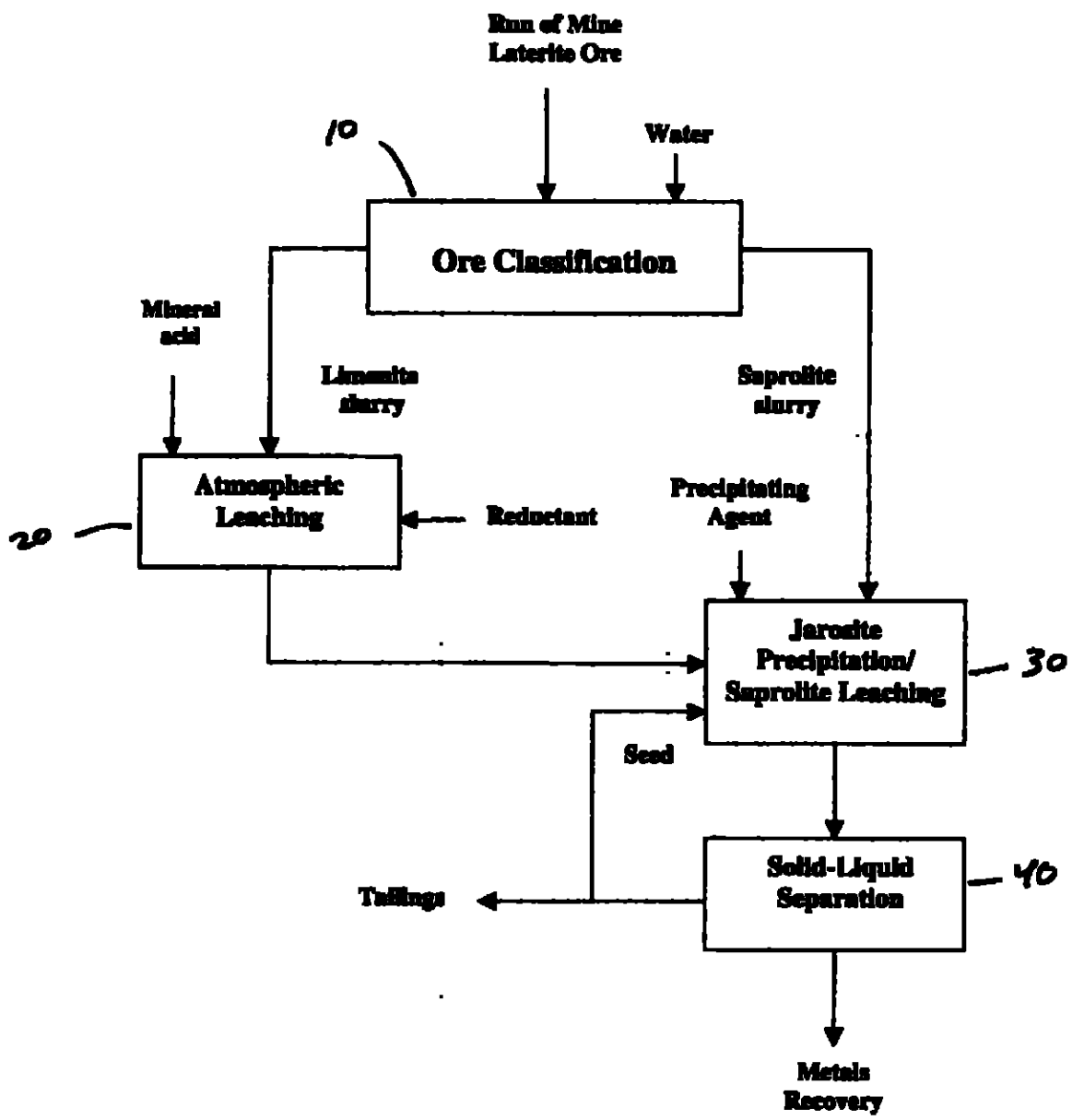
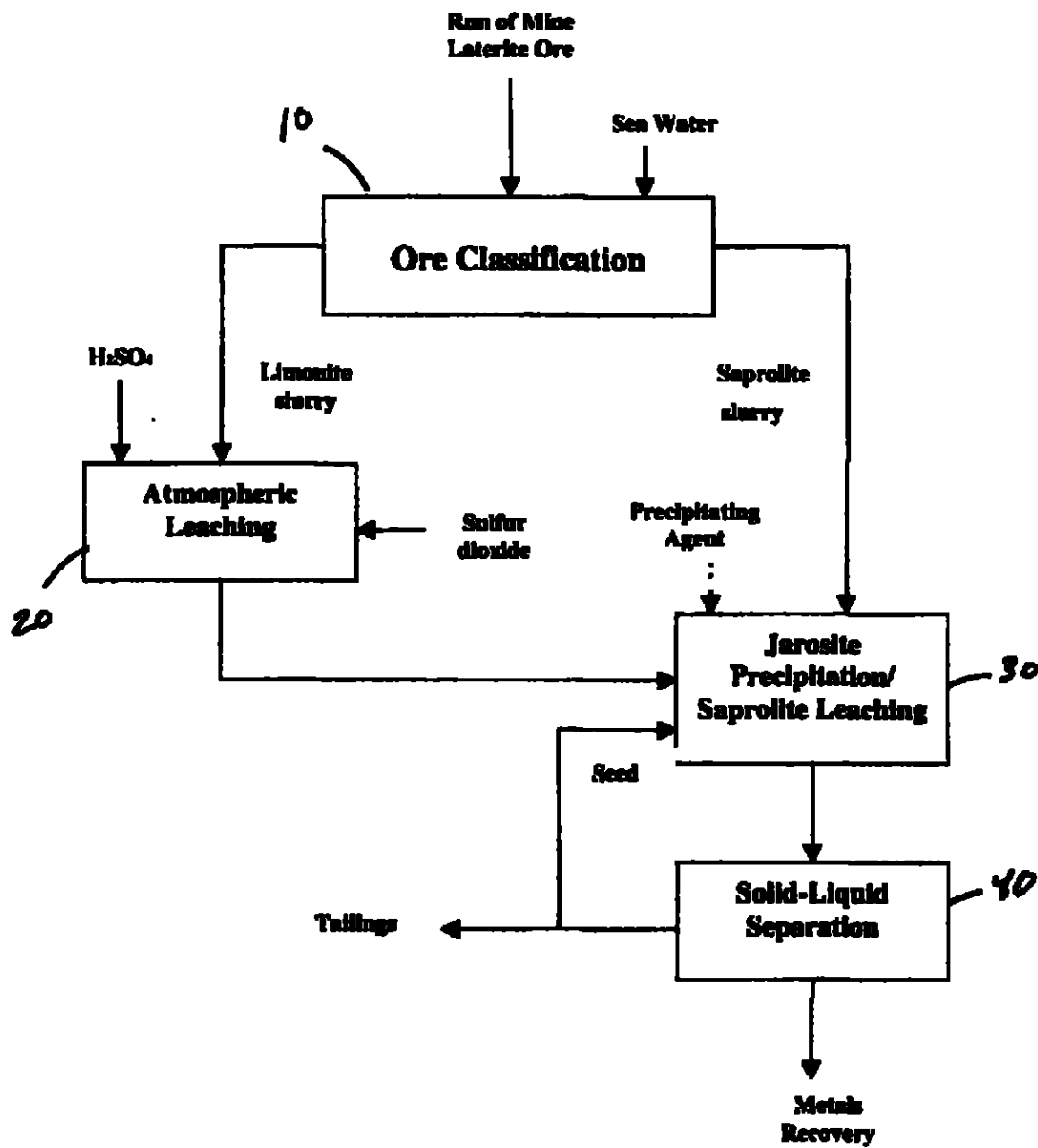
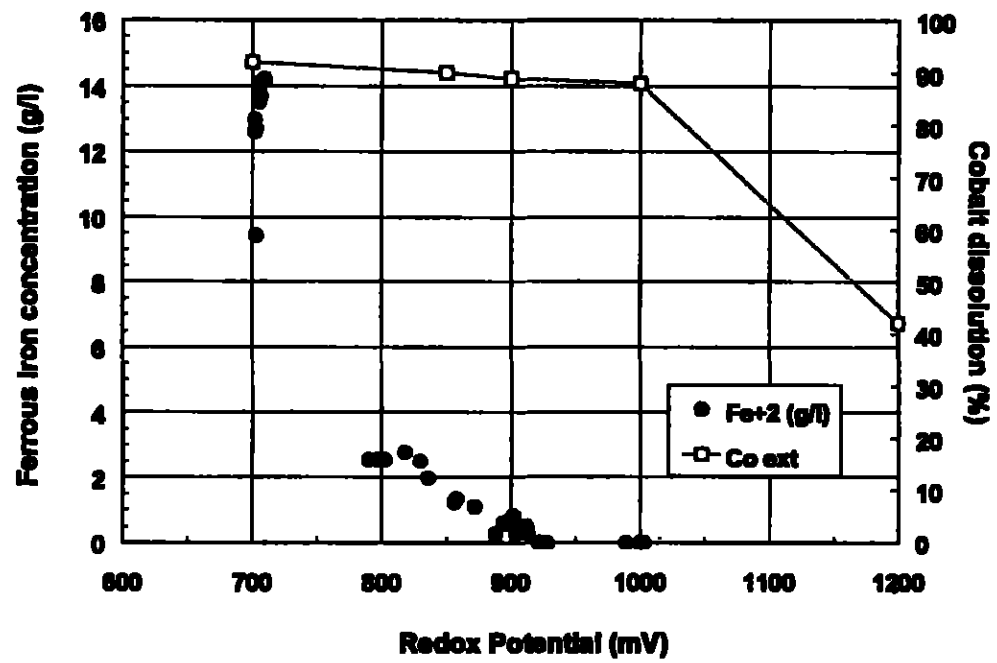


FIGURE 2



~~INGLES~~

FIGURE 3





Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

REQUISITOS MINIMOS PARA ADM

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO

Radicacion : 00003210 00000000

Folios: 20

Fecha (MBO): 2000-11-01 17:31:39

Tramite : 002 PATENTES D 1 REGISTR/ 411 PRESENTAC

Dependencia: 2020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION [☒]

- Nombre e identificación del Solicitante []
- Nombre e identificación del Inventor []
- Título o nombre de la Invención []
- Descripción []
- Reivindicaciones []
- Resumen []
- Comprobante de Pago []
- Poder, cuando proceda []
- Copia de la primera solicitud de patente, si reivindica prioridad, señalándola expresamente []
- Firma del solicitante o apoderado []

COMPLETA [☒]

INCOMPLETA []

DISEÑO INDUSTRIAL []

- Nombre e identificación del peticionario []
- Nombre e identificación del inventor o diseñador []
- Indicación del género de productos para los cuales debe utilizarse []
- Representación gráfica []
- Comprobante de pago []
- Poder, cuando proceda []
- Firma del solicitante o apoderado []

COMPLETA [☒]

INCOMPLETA []


Firma Responsable

Fecha: _____

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5 y 10
Conmutador: 334 12 21-2-3-4
Fax: 281 31 25 e-mail: info@sic.gov.co
Santa Fe de Bogotá D.C. - Colombia



32

Industria y Comercio

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES R I N T E N D E N C I A
PRIMER EXAMEN DE FORMA

EXPEDIENTE 00-83210

Practicado el examen jurídico de acuerdo con lo establecido en el art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

- SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó los poderes necesarios en forma correcta (Decisión 344, art. 14-a).
- SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Acreditó, en forma correcta, la existencia y representación de la persona jurídica solicitante (art. 14-c de la Decisión 344; literal g) del art. 4 del Decreto 117/94).
- SI ☒ NO ☐ NO APLICABLE ☐ Presentó, en forma correcta, el comprobante de pago por la tasa de presentación establecida (art. 13-f de la Decisión 344 y la Resolución 02 del 4 de Enero del 2000)
- SI ☒ NO ☐ EXTEMPORANEAMENTE ☐ Reivindicó prioridad, dentro del plazo y de acuerdo con lo previsto en el Artículo 4 del Convenio de París.
- SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó copia, certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, al momento de radicar la solicitud nacional.
- SI ☐ NO ☒ NO APLICABLE ☐ Presentó la traducción del capítulo reivindicatorio de la solicitud de la cual se reivindica prioridad (Art. 4, D-3 Convenio de París; Concepto: 5 de enero de 1999 S.I.C.).
- SI ☐ NO ☒ CUMPLE LOS REQUISITOS JURIDICOS

OBSERVACIONES JURÍDICAS CONVENIO DE PARIS: Deberá presentar copia certificada su conformidad por la Administración que recibió la solicitud de la cual reivindica prioridad, en cualquier momento dentro del plazo de tres (3) meses, contados a partir de la fecha de depósito de la solicitud posterior. La omisión de esta formalidad implicará la pérdida del derecho de prioridad.

En consecuencia, se conceptúa que esta solicitud:

- SI ☐ NO ☒ Se ajusta a los aspectos FORMALES indicados en la Decisión 344 y por tanto,
- SI ☐ NO ☒ Se recomienda PUBLICAR el extracto correspondiente.

Bogotá, D.C., 7 de Noviembre del 2000

EXAMINADOR JURIDICO.

202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia

PRIMER EXAMEN DE FORMA

RADICACIÓN N°

00-83210

CONCEPTO TÉCNICO N°

197A

Clasificación Internacional de Patentes:

C 22 B 23/00 .

Practicado el examen de acuerdo a lo establecido en el Art. 21 de la Decisión 344 se determinó que esta solicitud de Patente de Invención:

- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del inventor (Art.8, Art.13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la identificación correcta del solicitante (Artículo 13-a).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el resumen con el objeto y finalidad de la invención en forma correcta (Art.13-e).
- SI ☒ NO ☐ Contiene el título o nombre de la invención en forma correcta (Art.13b).
- SI ☒ NO ☐ Contiene la descripción clara y completa de la invención (Art.13-c).
- SI ☐ NO ☒ Contiene los dibujos correctos (Art.14-c junto con el literal d) del Art. 4 del Dto. 117 del 94).
- SI ☐ NO ☒ Contiene las unidades de medida en el sistema exigido (Art.14-c junto con el Decreto 3464 del 26 de diciembre de 1980).
- SI ☐ NO ☒ Contiene una o más reivindicaciones, en forma correcta, que precisen la materia para la cual se solicita la protección mediante la patente (Art.13-d).
- SI ☐ NO ☒ Contiene el extracto de acuerdo con el literal c) del artículo 4 del Dto. 117 /94.
- SI ☐ NO ☒ Contiene el arte final del dibujo característico de acuerdo con el literal c) del artículo 4 y el artículo 27 del Dto. 117 /94.
- SI ☐ NO ☒ Contiene la tarjeta del Archivo Temático [formato P-104] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).
- SI ☐ NO ☒ Contiene la tarjeta del Archivo de Propietarios [formato P-105] en forma correcta (Art.14-c junto con el literal b) del artículo 4 del Dto. 117 /94).

SI ☐ NO ☒ CUMPLE LOS REQUISITOS TÉCNICOSOBSERVACIONES Y OTROS: SI ☒ NO ☐ ver hoja(s) anexa(s)

Bogotá, D. C., 20 de noviembre de 2000 .

EXAMINADOR TÉCNICO
202003

1^{er} EXAMEN DE FORMA

RADICACIÓN N° 00-83210

CONCEPTO TÉCNICO N° 1974

C 22 B 23/00

Las siguientes son observaciones que se desprenden del primer examen de forma:

1. Capítulo reivindicatorio.

1.1. Palabras como "... aproximadamente..." o "... alrededor de ..." o "... una cantidad efectiva..." no deben ser empleadas en el capítulo reivindicatorio porque generan ambigüedad. Las reivindicaciones deben ser claras y precisas.

Debe anexarse nuevo capítulo reivindicatorio completo y con las correcciones pedidas.

2. Dibujos

2.1. Los dibujos no se encuentran presentados de acuerdo a lo establecido en el Decreto Reglamentario 117 de 1994. Deben presentarse en original, en tinta negra indeleble, en tamaño oficio y siguiendo las normas del dibujo técnico. Además, no deben tener ninguna palabra en inglés.

2.2. Anexar copia de la figura característica en papel fotográfico o mantequilla en tamaños de 12 cm * 12 cm (duplicado) y 6 cm * 6 cm.

3. Anexar extracto para publicación y tarjeta de archivo temático diligenciados de forma completa con las correcciones aquí pedidas.

4. Las unidades de medida deben estar de acuerdo al Sistema Internacional lo mismo que sus abreviaturas. Modificar en todos los sitios del escrito las unidades que no correspondan al sistema.

Examinador técnico de Patentes

202003**20 de noviembre de 2000**

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

EXPEDIENTE 00-83210

AUTO 3936

DISPONE

ARTICULO PRIMERO: Conforme lo establece el artículo 22 de la Decisión 344 de la Comisión del Acuerdo de Cartagena, regúlrese al solicitante, para que dentro del plazo de treinta (30) días hábiles siguientes a la fecha de notificación del auto, presente respuesta a las observaciones o complemente los antecedentes señalados en el examen de forma.

ARTICULO SEGUNDO: Notificar por estado el presente auto, advirtiéndolo que contra el no procede recurso alguno en la vía gubernativa.

NOTIFIQUESE Y CUMPLASE 28 NOV 2002
Dado en Bogotá D.C., a los _____

EL JEFE DE LA DIVISION DE NUEVAS CREACIONES,


ALIX CARMENZA CESPEDES DE VERGEL

NOTIFICADO POR ESTADO

Bogotá D.C., 28 NOV 2002 Notificado por anotación en estado de esta misma fecha.

VENCIMIENTO NOTIFICACION ESTADO

SOLICITO PRORROGA TERMINO SI ____ NO ____

VENCIMIENTO TERMINO PRORROGA

202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5 y 10
Conmutador: 334 12 21
Fax: 281 31 25
Santa Fe de Bogotá, D.C., Colombia