

PLUFORMIO

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

REPÚBLICA DE COLOMBIA
Ministerio de Industria y Comercio
Fecha: 2004-10-20 14:32:47
Trámite: 402 PATENTES 3 1-INDUSTRIAL/ 411 PRESENTAC
Dependencia: 3020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE

PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

REPÚBLICA DE COLOMBIA

Educación: 44101003 05000200 Eñllos: 31
Fecha [IMP]: 2004-10-20 14:32:47
Trámite: 001 PCT-ENTRADA 379 FASE NACL 411 PRESENTAC
Dependencia: 3020 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

1

SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención.

☐ Patente de Modelo de Utilidad.

☐ Capítulo I

☒ Capítulo II

2

SOLICITANTE (71)

Nombre: QM TECHNOLOGY PTY LTD.

(Folio 89)

Dirección: Level 14 Riverside Centre, 123 Eagle Street, Brisbane, Queensland 4000 - AUSTRALIA

Nacionalidad o Domicilio: Brisbane, Queensland - AUSTRALIA

Lugar de Constitución: Brisbane, Queensland - AUSTRALIA

Teléfono: Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☐ NT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Cual: _____

Número: _____

3

REPRESENTANTE
O APODERADO (74)

Nombre: MARGARITA CASTELLANOS A.

Dirección: CARRERA 9 No. 93-08

Teléfono: 410 74 80 Fax: 610 07 06

E-mail: mcastell@compart.net.co

IDENTIFICACIÓN

C.C. ☒ NT ☐

C.E. ☐ Otro ☐

Número: 30770.664 TPA 70.818

4

INVENTOR (ES) (72)

Nombre: (VER ANEXO # 1)

Dirección:

Nacionalidad o Domicilio: (VER ANEXO # 1)

5

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/AU03/00300

Fecha: 14/03/2003

Publicación Internacional No. WO 03083517 A1

Fecha: 13/11/2003

6

Título (54)

"PROCESO DE LIXIVIACION A PRESION ATMOSFERICA PARA MINERAL DE NIQUEL LATENTIGO"

7

Clasificación Internacional (51)

C22B 23/00, 3/03

8

Prioridad

(30) País de Origen

(30) Fecha

(31) Número de Solicitud

SI ☒ NO ☐

AU

20/04/2002

PR 2019

9

Comprobante de pago No.

04-82.981

Fecha: Octubre 19 de 2004

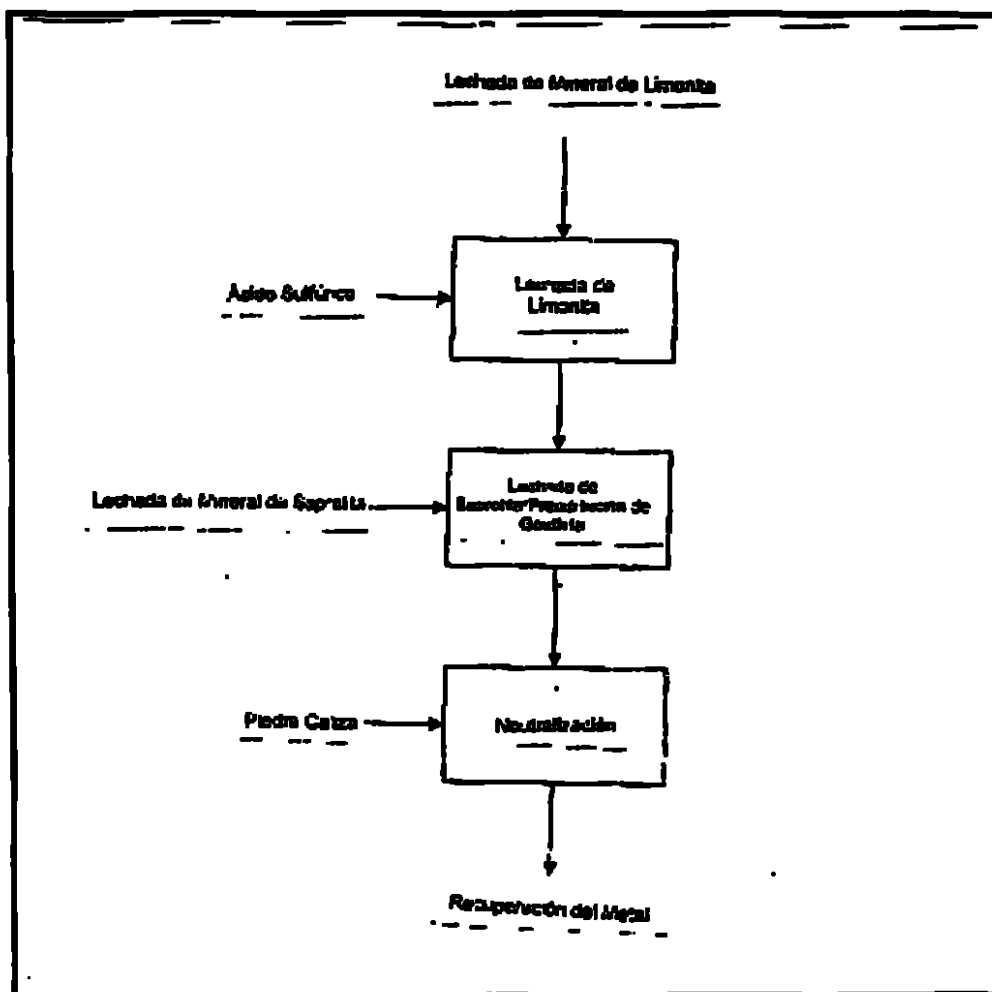
Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página

10

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☐ Declaraciones.
- ☒ Copia de la solicitud internacional (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Traducción de la solicitud internacional al castellano (Resumen, descripción, reivindicaciones, dibujos).
- ☒ Copia del examen preliminar internacional efectuado por la Autoridad Internacional de Examen Preliminar (IPEA).
- ☒ Traducción del examen preliminar internacional efectuado por la IPEA.
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico.
- ☒ Ato final 12x12
- ☐ De ser el caso, información sobre otras solicitudes de patente o títulos obtenidos en el extranjero por el mismo titular o su causante, relacionadas parcial o totalmente con la invención de esta solicitud.
- ☐ De ser el caso, modificaciones efectuadas a la solicitud internacional.
- ☐ Otros

11 FIGURA CARACTERISTICA:



12 Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO

FIRMA:

Margarita Castellanos

C.O. No. 38.779.854 Usaquén - TPA 70.819 C.S.J.

28 JUL. 2004

04-108608

ALVARO CASTELLANOS M. & CIA.
A B O G A D O S
Carrera 5 No. 83-00
Apartado 5149
Bogotá, D.C. - COLOMBIA

ANEXO No. 1

INVENTORES

NOMBRE	DIRECCION	NACIONALIDAD
1. LIU HOUYUAN	Unit 4, 36A Mewson Street, Shortland, New South Wales 2307 - AUSTRALIA	ESTADOUNIDENSE
2. GILLASPIE JAMES D.	1179 Gitzel Street, Yellowknife, Northwest Territories X1A 2C7 - CANADA	ESTADOUNIDENSE
3. LEWIS CORALIE ADELE	P.M.B. 224 Black Hill Road, Black Hill, New South Wales 2322 - AUSTRALIA	AUSTRALIANO
4. NEUDORF DAVID	1386 Greeneagle Drive, Oakville, Ontario L6M 2N3 CANADA	CANADIENSE
5. BARNETT STEVEN	17 Manson Street, Hendrie, Queensland 4011 - AUSTRALIA	INGLES

SUPERINTENDENCIA Y EJERCICIO
Radicación : 04102630 00002300 Folios: 01
Fecha (AMB): 2024-10-28 14:32:47
Trámite : 002 PATENTES D : REGISTRO/ 411 PRESENTAR
Dependencia: 2023 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

ACT : 809174005-2

RECIBO OFICIAL DE CASH : 04 - 32,381
FECHA : OCTUBRE 19 DE 2024

SUPERINTENDENCIA Y EJERCICIO (COPIA)
Radicación : 04102630 00013002 Folios: 01
Fecha (AMB): 2024-10-28 14:32:47
Trámite : 011 PCT-PATENT 319 CASE RACI 411 PRESENTAR
Dependencia: 2023 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

***** CONSIGNACION *****

SEMPREANTE	TIPO PASO	BANCO	CUENTA	No. PASO	FECHA PAG	Gr. PASO
ALVARO CASTELLANO	CONSIGNACION	BANCO PICHILIN	050-00110-4	24010720	19/10/2024	9,543.030.70

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

CANT. RECIBIDA	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50795-01-01 SOLICITUD	1 TRÁMITES DE SOL. DE PATENTE DE 14	422,000.00
	TOTAL :	422,000.00

SOL: CUATROCIENTOS VEINTIDOS MIL PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CASH APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



INTERNATIONAL BUREAU OF PATENT COOPERATION
35, rue de la Harpe, 1205 Yverdon, Suisse
P.O. Box 6859, 1211 CH-68, Genève, Suisse
P.O. Box 17, 1100, Santiago, République de Chili

(43) International Publication Date
13 November 2003 (13.11.2003)

PCT

(10) International Publication Number
WO 03/093517 A1

(51) International Patent Classification: C22B 23/00, 1/08

(21) International Application Number: PCT/AU03/00309

(22) International Filing Date: 14 March 2003 (14.03.2003)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
PS 2019 27 April 2003 (29.04.2003) AU

(71) Applicant (for all designated States except US): QNI
TECHNOLOGY PTY LTD [AU/AU]; Level 14 River-
side Centre, 123 Eagle Street, Brisbane, Queensland 4000
(AU).

(72) Inventors; and

(73) Inventors/Applicants (for US only): LEE, Hongwan
[AU/AU]; Unit 4 Maxwell Street, Shortland, New South
Wales 1585

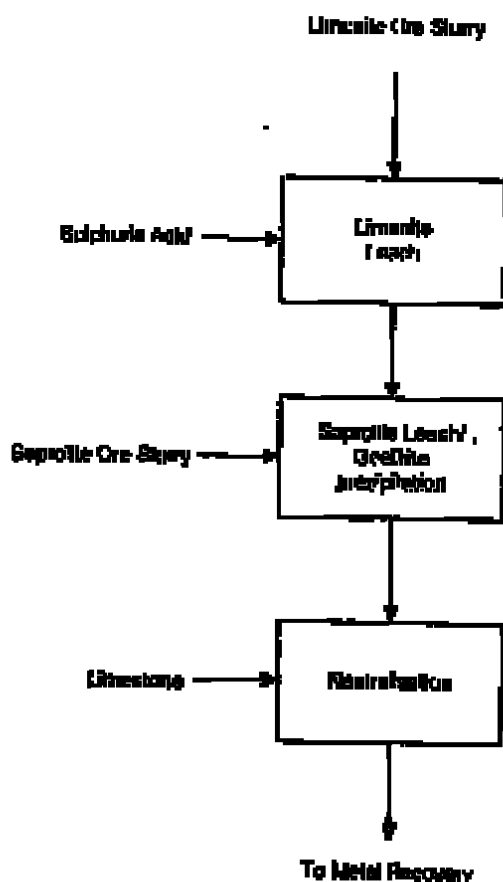
Wales 2307 (AU); GILLASPIE, James, D. [US/CA];
1179 Chisel Street, Yellowknife, Northwest Territories
X1A 3C7 (CA); LEWIS, Camille, Adele [AU/AU];
R.M.B. 224 Black Hill Road, Black Hill, New South
Wales 2322 (AU); NEUDORF, David [CA/CA]; 1386
Greenangle Drive, Oakville, Ontario L6M 2N3 (CA);
HARNETT, Steven [GB/AU]; 17 Manning Street, Ipswich,
Queensland 4011 (AU).

(74) Agent: PHILLIPS ORMONDE & FITZPATRICK; 367
Collins Street, Melbourne, Victoria 3000 (AU).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, all states): AE, AG, AI, AM, AT, AU,
AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU,
CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, FR, GB, GR, GT,
GM, GU, HK, HN, IL, IN, IS, IT, KE, KG, KP, KR, KZ, LC,
LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, MY, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, RO,
RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TR, TM, TN, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

[Continued on next page]

(54) Title: ATMOSPHERIC PRESSURE LEACH PROCESS FOR LATERITIC NICKEL ORE



(57) Abstract: An atmospheric leach process in the recovery of nickel and cobalt from laterite ores, said processing including the steps of: a) separating the laterite ore into a low magnesium containing ore fraction, and a high magnesium containing ore fraction by selective mining or post mining classification; b) separately storing the separated ore fractions; c) leaching the low magnesium containing ore fraction with concentrated sulphuric acid as a primary leach step; and d) introducing the high magnesium content ore slurry following substantial completion of the primary leach step and precipitating iron as goethite or another low sulphate containing form of iron oxide or iron hydroxide, wherein sulphuric acid consumed during iron precipitation is used to leach the high magnesium ore fraction as a secondary leach step.

ATMOSPHERIC PRESSURE LEACH PROCESS FOR LATERITIC NICKEL ORE**INTRODUCTION**

5 The present invention resides in a process for the atmospheric pressure acid leaching of laterite ores to recover nickel and cobalt products.

More specifically the invention resides in the sequential and joint acid leaching of laterite ore fractions to recover nickel and cobalt and discard the iron residue material, substantially free of the iron rich jarosite solid, eg $\text{NaFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$.
10 In a preferred form, the process of recovery of nickel and cobalt involves the sequential reactions of first, leaching the low magnesium containing ore fractions such as limonite, with sulphuric acid at atmospheric pressure and temperatures up to the boiling point, sequentially followed by the leaching of the high magnesium containing ore fractions such as saprolite. The leached solids
15 contain iron precipitated during leaching, preferably in the goethite form, eg FeOOH , or other relatively low sulphate-containing forms of iron oxide or iron hydroxide, and substantially free of the jarosite form.

20 The process can also be applied to highly smectitic or nontronitic ores, which typically have iron and magnesium contents between those of typical limonite and saprolite ores. These ores usually leach easily at atmospheric pressure conditions.

BACKGROUND OF THE INVENTION

25 Laterite ores are oxidised ores and their exploitation requires essentially whole ore processing as generally there is no effective method to beneficiate the ore to concentrate the valuable metals nickel and cobalt.

30 As shown in Table 1, the iron/nickel ratio is variable being high in the limonite fraction and lower in the saprolite fraction, therefore the separation of solubilized nickel and cobalt from dissolved iron is a key issue in any recovery process.

Ore Type	Fe wt. %	Mg wt. %	Ni wt. %	Co wt. %	Fe/Ni ratio
Indonesia limonite	40.8	1.30	1.53	0.10	27
Indonesia saprolite	8.5	14.60	3.37	0.03	3
Indonesia saprolite with high Fe content	18.5	11.10	2.18	0.14	9
New Caledonia limonite	47.1	0.40	1.33	0.16	35
New Caledonia saprolite	7.7	23.3	1.00	0.02	8
Western Australian low-Mg ore	25.4	4.80	2.60	0.07	10
Western Australian high-Mg ore	10.0	18.6	1.38	0.02	7
Cuban low-Mg nontronite ore	21.6	2.00	1.80	0.05	12
Cuban high-Mg nontronite ore	18.8	8.30	1.17	0.04	16

Table 1 Iron, Nickel and Cobalt Content in Various Laterite Ore Sample

In the acid leaching of lateritic ore, the high pressure acid leaching (HPAL) process was developed to dissolve nickel and cobalt and convert the major portion of solubilized iron to insoluble hematite. This was achieved in autoclaves operated at high temperatures (250-300°C) and associated pressures. HPAL methods recover high percentages of nickel and cobalt but require expensive, sophisticated equipment to withstand the high pressure and temperature operating conditions.

In order to avoid the use of expensive equipment, alternatives to the HPAL process have been disclosed. These generally operate at temperatures up to 110°C at atmospheric pressure. One such disclosure is US Patent 6,261,527, which describes the sequential leaching of limonite and saprolite fractions of laterite ore with sulphuric acid at atmospheric pressure and temperatures below the boiling point, discarding most of the dissolved iron as insoluble jarosite solids.

There are environmental concerns with this iron removal process as the jarosite compounds are thermodynamically unstable. Jarosite may decompose slowly to iron hydroxides releasing sulphuric acid. The released acid may redissolve traces of precipitated heavy metals, such as Mn, Ni, Co, Cu and Zn, present in the leach residue tailing, thereby mobilizing these metals into the ground or surface water around the tailings deposit.

Another disadvantage of this process is that jarosite contains sulphate, and this increases the acid requirement for leaching significantly. Sulphuric acid is usually the single most expensive input in acid leaching processing, so there is also an economic disadvantage in the jarosite process.

5

US Patent 6,379,637 in the name of Walter Curlook describes an atmospheric acid leach process for leaching nickel and cobalt from highly serpentized saprolitic fractions of nickel laterite ores. This process involves the leaching of the highly serpentized saprolitic ore by the direct addition of sulphuric acid solutions to the ore at atmospheric pressure. The acid consumption in this process is suggested to be 800 to 1000 kg per tonne of dry ore.

10

UK Patent GB 2086872 in the name of Falconbridge Nickel Mines Ltd, relates to an atmospheric leaching process of lateritic nickel ores whereby nickel and cobalt are solubilized from high -magnesia nickeliferous serpentine ores by leaching the ore with an aqueous solution of sulphuric acid. A reducing agent is also added to the solution in large quantities to maintain the redox potential of the solution at a value of between 200 and 400 mV measured against the saturated calomel electrode.

15

20

Such processes utilize direct addition of acid in the leaching process where acid is used to leach the whole content of the ore being processed. With sulphuric acid being an expensive input in the acid leaching process there are economic as well as environment disadvantages to such processes.

25

The present invention aims to overcome or alleviate one or more of the problems associated with prior art processes.

30

The discussion of documents, acts, materials, devices, articles and the like is included in this specification solely for the purpose of providing a context for the present invention. It is not suggested or represented that any or all of these matters formed part of the prior art base or were common general knowledge in the field relevant to the present invention as it existed in Australia before the priority date of each claim of this application.

DESCRIPTION OF THE INVENTION

The present invention resides in a process for the atmospheric acid leaching of lateritic ores to recover nickel and cobalt products. In particular, the present invention resides in the acid leaching of separate fractions of the lateritic ore sequentially and jointly to recover nickel and cobalt at atmospheric pressure and temperatures up to the boiling point of the acid.

In one embodiment, the present invention resides in an atmospheric leach process in the recovery of nickel and cobalt from lateritic ores, said processing including the steps of:

- a) separating the lateritic ore into a low magnesium containing ore fraction, and a high magnesium containing ore fraction by selective mining or post mining classification;
- b) separately slurring the separated ore fractions;
- c) leaching the low magnesium containing ore fraction with concentrated sulphuric acid as a primary leach step; and
- d) introducing the high magnesium content ore slurry following substantial completion of the primary leach step and precipitating iron as goethite or another low sulphate containing form of iron oxide or iron hydroxide, wherein sulphuric acid released during iron precipitation is used to leach the high magnesium ore fraction as a secondary leach step.

The present invention provides an atmospheric pressure leach wherein most of the iron is discarded as solid goethite, or another relatively low sulphate-containing form of iron oxide or iron hydroxide, which contain little or no sulphate moieties, and avoids the disadvantage of precipitating the iron as jarosite. The general reaction is expressed in reaction (1):

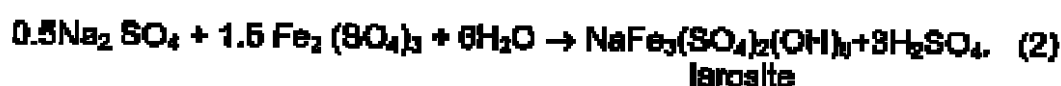


(1)

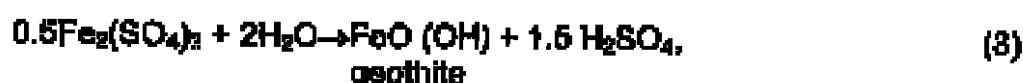
This general reaction is a combination of the primary limonite leach step and the secondary saprolite leach step.

5 In the removal of iron as jarosite from the reaction mixture, one mole of acid is produced per mole of iron precipitated. However, when the iron is precipitated as goethite, 1.5 mole of acid is produced per mole of iron precipitated. This is shown in the reactions (2) and (3) below.

10 The removal of iron as jarosite from the reaction mixture is according to the following reaction:



15 The removal of iron as goethite from the reaction mixture is according to the following reaction:



20 From these reactions, it is demonstrated that removal of iron as jarosite from the reaction mixture results in the loss of 0.5 mole of H_2SO_4 per mole of iron compared to the removal of iron as, for example, in the goethite form.

25 At the critical stage of saprolite leaching, when this loss occurs, less acid remains for the recovery of nickel and cobalt from the saprolite fraction being processed. Therefore, the present invention resides in an improvement on the prior art with respect to the nature and quality of solids discharged and more effective use of the sulphuric acid leachate, which provides economical and
30 environmental advantages.

During the second leach step, the iron is most preferably precipitated as goethite, that is $\text{FeO}(\text{OH})$, which results in a higher level of acid being available for the secondary leach step than if the iron was precipitated as, for example,
35 jarosite. A particular feature of the process of the present invention is that as sulphuric acid is released during iron precipitation of the secondary leach step,

there is, in general, no need for additional sulphuric acid to be added during this step.

The low magnesium containing ore fraction includes the limonite fraction of the laterite ore (Mg wt % approximately less than 8). This fraction may also include low to medium level magnesium content smectite or nontronite ores which generally have a magnesium content of about 4 wt. % to 8 wt. %. The high magnesium containing ore fraction includes the saprolite fraction of the laterite ore (Mg wt % greater than approximately 8). This fraction may also include smectite or nontronite ores. The slurring of both the low magnesium and high magnesium containing ore fractions is generally carried out in sodium, alkali metal and ammonium free water at solids concentration from approximately 20 wt % and above, limited by slurry rheology.

The primary leach step is carried out with low-Mg ore for example low magnesium containing limonite ore slurry or low to medium-Mg containing smectite or nontronite ore slurry, and concentrated sulphuric acid at a temperature up to 105°C or the boiling point of the leach reactants at atmospheric pressure. Most preferably the reaction temperature is as high as possible to achieve rapid leaching at atmospheric pressure. The nickel containing mineral in limonite ore is goethite, and the nickel is distributed in the goethite matrix. The acidity of the primary leach step therefore should be sufficient to destroy the goethite matrix to liberate the nickel. The dose of sulphuric acid is preferably 100 to 140% of the stoichiometric amount to dissolve approximately over 90% of nickel, cobalt, iron, manganese and over 80% of the aluminium and magnesium in the ore.

The ratio of the high magnesium ore, for example saprolite, and the low magnesium ore, for example limonite, is ideally in a dry ratio range of from about 0.6 to 1.3. The saprolite/limonite ratio largely depends on the ore composition. Theoretically, the amount of saprolite added during the secondary leach step should approximately equal the sum of the residual free acid in the primary leach step, and the acid released from the iron precipitation as goethite. Generally about 20-30 g/L of residual free acid remains from the primary leach

step while 210-260 g/L sulphuric acid (equivalent to 80 - 100 g/L Fe^{3+}) is released during goethite precipitation.

5 In order to liberate the cobalt content of asbolane, or other similar Mn (III or IV) minerals, a reductant, eg sulphur dioxide gas or sodium-free metabisulphite or sulphite, is injected into the low magnesium containing ore slurry to control the redox potential to preferably less than 1000mV (SHE), preferably between 800 and 1000 mV (SHE), and most preferably about 835 mV (SHE) for the primary leach step. At about 835 mV (SHE), cobalt is almost completely released from
10 the asbolane while almost no ferric ion (Fe^{3+}) is reduced to the ferrous ion (Fe^{2+})

During the secondary leach step the redox potential is preferably controlled to be between 700 and 900 mV (SHE), most preferably about 720 and 800 mV (SHE). The preferred redox potential in the secondary leach step is slightly less than that of the primary leach step because saprolite contains ferrous ion and the release of ferrous ions decreases the redox potential in the secondary leach step. Therefore, generally no reductant is needed to control the redox potential in this stage of the process. The need for a reductant during the
20 secondary leach step is largely dependant on the content of the saprolite ore and some reductant may be required if, for example, there is a high content of cobalt in asbolane or some oxidant, such, as dichromate is present during the saprolite leach.

25 The completion of reduction and leaching following the secondary leach step is indicated by the formation of 0.5 to 1.0 g/L ferrous ion (Fe^{2+}) and steady acid concentration under these reaction conditions. The weight loss of low magnesium ore is typically over 80% and the extraction of nickel and cobalt is over 90%.

30 The secondary-stage of leaching includes the simultaneous leaching of the high-Mg ore such as saprolite, and iron precipitation, preferably as goethite or other relatively low sulphate-containing forms of iron oxide or iron hydroxide.

The high-Mg ore, eg saprolite slurry, (which may optionally be preheated) and which may also include or consist of medium to high magnesium content nontronite or smectite ore, is added to the reaction mix after the completion of the primary leaching step. The reaction is carried out at the temperature preferably up to 106°C or the boiling point of the leach reactants at atmospheric pressure. The reaction temperature is most preferably as high as possible to achieve rapid leaching and iron precipitation kinetics. The secondary leach step is generally carried out in a separate reactor from that of the primary leach step.

The dose of high magnesium ore is determined by the free acid remaining from the primary-stage of leaching, the acid released during iron precipitation as goethite and the unit stoichiometric acid-consumption of high-Mg ore at given extractions of nickel, cobalt, iron, magnesium, aluminium and manganese in the ore.

Immediately after the introduction of the high magnesium ore, "seeds" that dominantly contain goethite, hematite or gypsum are preferably added to the reactor, allowing the leaching of high magnesium ore and the iron precipitation as goethite, or other relatively low sulphate-containing form of iron oxide or iron hydroxide, to occur simultaneously.

Simultaneous saprolite leaching and the precipitation of goethite or other relatively low sulphate-containing forms of iron oxide or iron hydroxide, is surprising because, whereas jarosite will form at an acidity range of approximately 5 to 30 g/L free sulphuric acid, goethite will only form at an acidity range of approximately 0 to 10 g/L free sulphuric acid. This is because the hydrolysis pH of goethite is higher than that of jarosite (appropriate pH 3.0 for goethite versus approximate pH 1.5 for natrojarosite at room temperature and unit activities of all species other than protons). It would be expected that little saprolite leaching would occur at such low acidity but the current invention shows that this is not the case.

The dose of seeds is typically 0-20 wt% of the sum of low-Mg ore and high-Mg ore weight. The addition of seed is to either initiate or control the rate of iron

precipitation. After the addition of the high magnesium ore, the acidity of the leach slurry firstly drops to approximately 0 g/L H_2SO_4 , then rebounds to a level of 1-10 g/L H_2SO_4 . The iron concentration is sharply reduced from 80-90 g/L to less than 40 g/L within 3 hours, then slowly decreases to the equilibrium level of 5-40 g/L. In parallel, the dissolution of nickel and cobalt increases. This indicates that the acid released from the iron precipitation is used as a lixiviant to leach the high-Mg ore, for example, saprolite. The total reaction time is typically 10-12 hours.

The present invention also resides in the recovery of nickel and cobalt following the leaching stage. The leach solution, which may still contain a proportion of the ore iron content as ferric iron after the second leach step, can be prepared for nickel recovery by a number of means, which include the following. Firstly, neutralisation with limestone slurry to force iron precipitation as goethite substantially to completion may be employed, as shown in the examples that follow. The end point of neutralisation is pH 1.5 to 3.0, as measured at ambient temperature. The final pregnant leachate typically contains 2-5 g/L H_2SO_4 and 0-6 g/L total iron, including 0.5-1 g/L ferrous ion. A simplified flowsheet for this process option is shown in Figure 1.

Secondly excess ferric iron remaining in solution at the end of the secondary leaching stage can be precipitated as jarosite by adding a jarosite-forming ion, eg Na^+ , K^+ , NH_4^+ , and jarosite seed material to the leach slurry. In this case, the additional acid liberated during jarosite precipitation can be used to leach additional high-Mg ore. The flowsheet for this option is shown in Figure 2.

Thirdly, excess ferric iron can be reduced to the ferrous state with a reductant such as sulphur dioxide, as shown in the following reaction:



Reaction (4) also generates additional sulphuric acid that can be used to leach additional high magnesium ore. The flowsheet for this process is shown in Figure 3. Nickel and cobalt can be recovered from the resulting solution by, for

example, sulphide precipitation using hydrogen sulphide or other sulphide source. Ferrous iron will not interfere with this process and will not contaminate the sulphide precipitate. Alternatively mixed hydroxide precipitation, ion exchange or liquid-liquid extraction can be used to separate the nickel and cobalt from the ferrous iron and other impurities in the leach solution.

It will be clear to those skilled in the art that other process options for completing the separation of nickel and cobalt from iron in solution may be employed.

EXAMPLES

Comparative Example 1

For purpose of comparison this test simulated the conditions claimed in US patent 6,261,527 to leach nickel and cobalt from laterite ore and precipitate iron as jarosite. The weight ratio of saprolite and limonite for this test was 0.90. The weight ratio of sulfuric acid to limonite ore was 1.43. Therefore the weight ratio of sulfuric acid to ore (limonite and saprolite) was 0.75. In this test 190 grams limonite ore and 171 grams saprolite ore with high iron content ($\text{Fe} > 10\text{wt}\%$) were mixed with synthetic seawater to form 20 wt% and 25 wt% solids slurry, respectively. The limonite slurry was mixed with 277g 98 wt% sulphuric acid in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 140 minutes. The leachate contained 18 g/L H_2SO_4 , 3.1 g/L Ni, 88 g/L Fe, 1.8 g/L Mg and 0.22 g/L Co. The redox potential was controlled between 870 to 910 mV (SHE) by adding sodium metabisulphite. After the acidity stabilised around 20 g/L H_2SO_4 the saprolite slurry and 80 grams jarosite containing seeds were consecutively added into the reactor. The total reaction time was 10 hours. The leachate contained 20 g/L H_2SO_4 , 4.3 g/L Ni, 2.0 g/L Fe, 15.7 g/L Mg and 0.30 g/L Co. Finally 32 grams limestone in 25 wt% slurry was added to the reactor at 95 to 105°C to neutralise the acidity from 23 g/L to pH 1.8. The final leachate contained 2 g/L H_2SO_4 , 4.3 g/L Ni, 0.2 g/L Fe, 15.9 g/L Mg and 0.30 g/L Co. The weight of leaching residue was 508 grams. Table 2 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions. The results were similar to the results reported in Example 3 of US patent 6,261,527. The existence of

natro (sodium) jarosite in leaching residue was verified by the sodium content and the XRD pattern of the residue (see Table 2 and Figure 4).

Table 2 Results of Example 1

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.49	40.1	1.64	0.150	<0.01
Saprolite, wt%	1.89	13.8	14.65	0.140	0.16
Seeds, wt%	0.12	29.4	0.58	<0.005	0.65
Residue, wt%	0.23	25.9	0.84	0.013	1.83
Overall Extraction, %	81.1	0	85.1	85.0	

Example 2

The low magnesium laterite ore (Mg wt%<6), eg limonite slurry and high-Mg (Mg wt%>8) laterite ore eg saprolite slurry, were separately prepared with potable water. The iron content of the saprolite ore used was 18 wt%. The solid concentrations of limonite and saprolite slurry were 20 wt% and 25 wt% respectively. The weight ratios of sulfuric acid/limonite, saprolite/limonite and sulfuric acid/ore (limonite and saprolite) were 1.36, 0.88 and 0.72 respectively. In this test 934 grams 20 wt% limonite slurry was mixed with 267 grams 98 wt% H₂SO₄ in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 2.6 hours. The leachate contained 23 g/L H₂SO₄, 3.0 g/L Ni, 84 g/L Fe, 1.9 g/L Mg and 0.24 g/L Co. The redox potential was controlled between 835 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity was stabilised around 26 g/L H₂SO₄, 673 grams 25 wt% saprolite slurry and 80 grams of goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 10 hours. The redox potential was 720 to 800 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. The leachate contained 8 g/L H₂SO₄, 3.6 g/L Ni, 20.6 g/L Fe, 14.3 g/L Mg and 0.34 g/L Co. Finally 69 grams limestone in 25 wt% slurry was added into the reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH1.7. The final leachate contained 8 g/L H₂SO₄, 3.9 g/L Ni, 4.7 g/L Fe including 3.0 g/L Fe¹², 15.0 g/L

Mg and 0.33 g/L Co. The weight of leaching residue was 384 grams. Table 3 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions. The iron precipitation into leaching residue as goethite was verified by the undetectable sodium content and XRD/SEM examination of the residue (see Table 3 and Figure 4).

Table 3 Results of Example 2					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.55	40.8	1.47	0.12	<0.01
Saprolite, wt%	2.17	18.0	11.6	0.14	<0.01
Seeds, wt%	0.41	27.9	1.17	0.088	<0.01
Residue, wt%	0.35	28.7	0.96	0.007	<0.01
Overall Extraction, %	80.8	6.5	82.0	94.8	

Example 3

In this test the weight ratios of sulfuric acid/limonite, saprolite/limonite and sulfuric acid/ore (limonite and saprolite) were 1.37, 0.69 and 0.81 respectively. 936 grams 20 wt% limonite slurry described in Example 2 was mixed with 267 grams 98 wt% H_2SO_4 in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 24 g/L H_2SO_4 , 2.8 g/L Ni, 77 g/L Fe, 1.9 g/L Mg and 0.21 g/L Co. The redox potential was controlled between 835 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity stabilised around 26 g/L H_2SO_4 , 524 grams 25 wt% saprolite slurry described in Example 2 and 80 grams goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 10 hours. The redox potential was 720 to 800 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. The leachate containing 3 g/L H_2SO_4 , 3.5 g/L Ni, 27.4 g/L Fe, 12.2 g/L Mg and 0.30 g/L Co. Finally 95 grams limestone in 25 wt% slurry was added into a reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH 1.7. The final leachate contained 3 g/L H_2SO_4 , 3.6 g/L Ni, 4.2 g/L Fe including 1.7 g/L Fe^{+2} , 13.1 g/L Mg and 0.32 g/L Co. The weight of leaching residue was 402 grams. Table 4 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions. The iron precipitation into leaching

residue as goethite was verified by the undetectable sodium content and XRD/SEM examination of the residue (see Table 4 and Figure 4).

5

Table 4 Results of Example 3					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.53	40.9	1.46	0.110	<0.01
Saprolite, wt%	2.18	18.4	12.40	0.140	<0.01
Seeds, wt%	0.41	26.7	1.27	0.074	<0.01
Residue, wt%	0.27	23.8	0.98	0.006	<0.01
Overall Extraction, %	82.2	6.5	80.8	94.7	

Example 4

10 In this test the weight ratios of sulfuric acid/limonite, saprolite/limonite and sulfuric acid/ore (limonite and saprolite) were 1.37, 0.58 and 0.87 respectively. 935 grams 20 wt % limonite slurry described in Example 2 was mixed with 267 grams 98 wt % H₂SO₄ in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 24 g/L H₂SO₄, 3.3 g/L Ni, 92 g/L Fe, 2.1 g/L Mg and 0.24 g/L Co. The redox potential was controlled between 840 to 850 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity stabilised around 25 g/L H₂SO₄, 440 grams 25 wt % saprolite slurry described in Example 2 and 80 grams goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 11 hours. The redox potential was 800 to 840 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. The leachate contained 4 g/L H₂SO₄, 3.5 g/L Ni, 35.1 g/L Fe, 11.4 g/L Mg and 0.31 g/L Co. Finally, 93 grams limestone in 25 wt % slurry was added into a reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH 1.4. The final leachate contained 5 g/L H₂SO₄, 3.6 g/L Ni, 6.8 g/L Fe including 0.8 g/L Fe⁺², 12.1 g/L Mg and 0.32 g/L Co. The weight of leaching residue was 388 grams. The iron precipitation into leaching residue as goethite was verified

25

by the undetectable sodium content and XRD/SEM examination of the residue (see Table 5 and Figure 4).

5

Table 5 Results of Example 4

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.48	39.6	1.41	0.110	<0.01
Saprolite, wt%	2.20	18.5	11.30	0.140	<0.01
Seeds, wt%	0.43	28.6	1.16	0.072	<0.01
Residue, wt%	0.24	24.5	0.85	0.007	<0.01
Overall Extraction, %	84.2	7.5	80.5	93.9	

Example 5

- 10 The low magnesium laterite ore slurry (Mg wt%<8), eg limonite slurry and high-Mg (Mg wt%>8) laterite ore slurry eg saprolite slurry, were separately prepared with potable water. The iron content of saprolite was 9 wt%. The solid concentrations of limonite and saprolite slurry were 21 wt% and 25 wt% respectively. In this test 817 grams limonite slurry was mixed with 233 grams 98
- 15 wt% H_2SO_4 in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 2.5 hours. The leachate contained 21 g/L H_2SO_4 , 3.0 g/L Ni, 84 g/L Fe, 2.0 g/L Mg and 0.22 g/L Co. The redox potential was controlled between 835 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity was stabilised around 20 g/L H_2SO_4 , 849 grams saprolite slurry and 40 grams of
- 20 goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The weight ratio of sulfuric acid/limonite, Saprolite/limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) for this test was 1.32, 1.25 and 0.59. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 10 hours. The redox potential was 720 to 800 mV
- 25 (SHE) without adding the sodium free sulphite. The leachate contained 7 g/L H_2SO_4 , 5.5 g/L Ni, 5.9 g/L Fe, 18.9 g/L Mg and 0.14 g/L Co. Finally 23 grams limestone in 26 wt% slurry was added into the reactor at 95 to 105°C and

atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH1.8. The final leachate contained 2.5 g/L H_2SO_4 , 5.5 g/L Ni, 5.9 g/L Fe including 3.7 g/L Fe^{+2} , 19.4 g/L Mg and 0.14 g/L Co. The weight of leaching residue was 319 grams. Table 6 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

5

Table 6 Results of Example 5

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.59	41.4	1.45	0.12	<0.01
Saprolite, wt%	3.43	8.46	15.2	0.034	<0.01
Seeds, wt%	0.37	23.8	1.30	0.006	<0.01
Residue, wt%	0.56	26.1	1.94	0.006	<0.01
Overall Extraction, %	82.7	16.4	82.8	91.0	

Example 6

10

The low magnesium laterite ore slurry (Mg wt%<8), eg limonite slurry and high-Mg (Mg wt%>8) laterite ore slurry eg saprolite slurry, were separately prepared with potable water. The iron content of saprolite was 9 wt%. The solid concentrations of limonite and saprolite slurry were 21 wt% and 25 wt% respectively. In this test 1050 grams limonite slurry was mixed with 300 grams 98 wt% H_2SO_4 in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 2.5 hours. The leachate contained 23 g/L H_2SO_4 , 3.0 g/L Ni, 83 g/L Fe, 2.0 g/L Mg and 0.22 g/L Co. The redox potential was controlled between 035 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity was stabilised around 23 g/L H_2SO_4 , 546 grams saprolite slurry and 40 grams of goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The weight ratio of sulfuric acid/limonite, saprolite/limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) for this test was 1.32, 0.61 and 0.82. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 10 hours. The redox potential was 720 to 800 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. The leachate contained 7 g/L H_2SO_4 , 5.3 g/L Ni, 24.8 g/L Fe, 17.0 g/L Mg and 0.16 g/L Co. Finally 90 grams

15

20

25

limestone in 25 wt% slurry was added into the reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH1.7. The final leachate contained 2 g/L H₂SO₄, 5.8 g/L Ni, 4.3 g/L Fe including 3.3 g/L Fe²⁺, 16.8 g/L Mg and 0.20 g/L Co. The weight of leaching residue was 413 grams. Table 7 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

Table 7 Results of Example 6					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.53	40.3	1.46	0.110	<0.01
Saprolite, wt%	3.43	8.7	15.2	0.032	<0.01
Seeds, wt%	0.37	23.8	1.30	0.006	<0.01
Residue, wt%	0.21	23.6	0.67	<0.005	<0.01
Overall Extraction, %	89.5	12.5	88.6	>95	

Example 7

The low magnesium laterite ore slurry (Mg wt%<8), eg limonite slurry and high-Mg (Mg wt%>8) laterite ore slurry eg saprolite slurry, were separately prepared with potable water. The iron content of saprolite was 11wt%. The solid concentrations of limonite and saprolite slurry were 20 wt% and 25 wt% respectively. In this test 1001 grams limonite slurry was mixed with 286 grams 98 wt% H₂SO₄ in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 2.5 hours. The leachate contained 28 g/L H₂SO₄, 2.8 g/L Ni, 74 g/L Fe, 1.9 g/L Mg and 0.20 g/L Co. The redox potential was controlled between 835 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity was stabilised around 28 g/L H₂SO₄, 720 grams saprolite slurry and 40 grams of goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The weight ratio of sulfuric acid/limonite, saprolite/limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) for this test was 1.40, 0.90 and 0.74. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 10 hours. The redox potential was 720 to 800 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. The leachate contained 11 g/L H₂SO₄, 4.3 g/L Ni, 14.8 g/L Fe, 16.6 g/L Mg and 0.16 g/L Co. Finally 80 grams

limestone in 25 wt% slurry was added into the reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH1.7. The final leachate contained 1.7 g/L H₂SO₄, 4.3 g/L Ni, 2.1 g/L Fe , 17.3 g/L Mg and 0.18 g/L Co. The weight of leaching residue was 381 grams. Table 5 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

Table 8 Results of Example 7					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.57	42.3	1.40	0.120	<0.01
Saprolite, wt%	2.73	11.4	14.4	0.041	<0.01
Seeds, wt%	0.37	23.8	1.30	0.006	<0.01
Residue, wt%	0.30	25.5	1.21	<0.005	<0.01
Overall Extraction, %	86.1	15.8	84.3	>95	

Example 8

This test simulated the process shown on Figure 2. The weight ratio of sulfuric acid/limonite, Saprolite/limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) for this test was 1.31, 1.19 and 0.60. 817 grams 21 wt% limonite slurry described in Example 2 was mixed with 233 grams 98 wt% H₂SO₄ in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 20 g/L H₂SO₄, 3.2 g/L Ni, 87 g/L Fe, 2.1 g/L Mg and 0.24 g/L Co. The redox potential was controlled between 835 to 840 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity stabilised around 20 g/L H₂SO₄, 828 grams 25 wt% saprolite slurry described in Example 2 and 80 grams goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 3.4 g/L H₂SO₄, 3.3 g/L Ni, 18.3 g/L Fe, 12.8 g/L Mg and 0.32 g/L Co. Then 12 g NaCl as sea salt was added into slurry to precipitate the residual iron as jarosite for another 6 hours. The leachate containing 11 g/L H₂SO₄, 3.7 g/L Ni, 1.4 g/L Fe, 17.8 g/L Mg and 0.32 g/L Co. The redox potential of saprolite leach was 720 to 800 mV

(SHE) without adding the sodium-free sulphite. Finally 15.5 grams limestone in 26 wt% slurry was added into a reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH 1.6. The final leachate contained 4 g/L H_2SO_4 , 3.9 g/L Ni, 0.6 g/L Fe including 0.5 g/L Fe^{+2} , 17.8 g/L Mg and 0.32 g/L Co. The weight of leaching residue was 403 grams. Table 9 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

Table 9 Results of Example 8

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.53	40.3	1.46	0.110	<0.01
Saprolite, wt%	2.16	18.4	12.40	0.140	<0.01
Seeds, wt%	0.27	22.9	1.11	0.074	<0.01
Residue, wt%	0.4	28.1	1.12	0.005	<0.01
Overall Extraction, %	78.4	10.7	83.1	95.9	

10 Example 9

This test simulated the process shown in Figure 3. The weight ratio of sulfuric acid/limonite, Saprolite/limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) for this test was 1.32, 1.20 and 0.60. 817 grams 21 wt % limonite slurry described in Example 2 was mixed with 233 grams 98 wt % H_2SO_4 in a reactor at the temperature of 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 20 g/L H_2SO_4 , 3.1 g/L Ni, 82 g/L Fe, 2.1 g/L Mg and 0.23 g/L Co. The redox potential was controlled between 840 to 850 mV (SHE) by adding sodium-free sulphite. After the acidity stabilised around 20 g/L H_2SO_4 , 828 grams 25 wt % saprolite slurry described in Example 2 and 80 grams goethite containing seeds were consecutively added into the reactor. The reaction of saprolite leaching and iron precipitation as goethite was carried out at 95 to 105°C and atmospheric pressure for 3 hours. The leachate contained 3.4 g/L H_2SO_4 , 3.5 g/L Ni, 19.8 g/L Fe, 13.4 g/L Mg and 0.32 g/L Co. The redox potential was 780 to 840 mV (SHE) without adding the sodium-free sulphite. Then SO_2 gas was sparged into slurry for 8 hours. The redox potential was decreased to 590 to 620 mV (SHE). The leachate contained 14 g/L H_2SO_4 , 4.2

g/L Ni, 27.7 g/L Fe including 25.2 g/L Fe^{+2} , 18.3 g/L Mg and 0.32 g/L Co. Finally, 42 grams limestone in 25 wt % slurry was added into a reactor at 95 to 105°C and atmospheric pressure to neutralise the acidity to pH 1.8. The final leachate contained 2 g/L H_2SO_4 , 4.1 g/L Ni, 25 g/L Fe including 24.4 g/L Fe^{+2} , 18 g/L Mg and 0.31 g/L Co. The conversion from Fe^{+3} to Fe^{+2} closed 100%. The weight of leaching residue was 332 grams. Table 10 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

Table 10 Results of Example 9

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.57	41.2	1.45	0.120	<0.01
Saprolite, wt%	2.20	19.0	11.30	0.140	<0.01
Seeds, wt%	0.28	26.1	1.04	0.007	<0.01
Residue, wt%	0.45	26.1	1.40	0.009	<0.01
Overall Extraction, %	80.4	33.4	81.8	84.2	

Example 10 - Pilot Plant Operation

In a 96-hour pilot plant operation 2972 kilograms 20 wt% limonite slurry and 825 kilograms 98 wt% H_2SO_4 were continuously pumped into a series of Complete Stirred Tank Reactors (CSTR) at the temperature of 95° to 105°C and atmospheric pressure. The redox potential was controlled between 835 to 940 mV (SHE) by sparging SO_2 gas. The retention time of limonite leach was 4 hours. The leachate contained 29 g/L H_2SO_4 , 2.4 g/L Ni, 70 g/L Fe, 1.8 g/L Mg and 0.13 g/L Co. The limonite leaching slurry was mixed with the saprolite slurry with the solid concentration of 25 wt% in another series of CSTR at 95 to 105°C and atmospheric pressure for the simultaneous reactions of saprolite leaching and iron precipitation as goethite. The retention time of saprolite leach and iron precipitation as goethite was 10 hours. There was no SO_2 - sparge in this section. The total weight of 25 wt% saprolite slurry used was 1978 kilograms. Therefore the weight ratios of sulfuric acid/Limonite, Saprolite/Limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) were 1.36, 0.83 and 0.74 respectively. The leachate containing 5 g/L H_2SO_4 , 3.8 g/L Ni, 18.8 g/L Fe, 14.1 g/L Mg and 0.15

g/L Co. The leaching slurry was consecutively neutralized at 95° to 105°C and atmospheric pressure to pH 1.5-2.0 or the acidity of 5 - 10 g/L H₂SO₄ with 20 wt% limestone slurry. The retention time was 2-3 hours. The total weight of limestone slurry was 884 kg. The final leachate contained 5 g/L H₂SO₄, 3.0 g/L Ni, 3.5 g/L Fe including 0.2 g/L Fe⁺², 12.1 g/L Mg and 0.13 g/L Co. Table 11 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

Table 11 Results of Example 10

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.54	41.5	1.38	0.114	0.08
Saprolite, wt%	2.72	11.81	14.33	0.040	0.03
Residue, wt%	0.33	21.8	1.22	<0.005	0.08
Overall Extraction, %	80.8	2.83	80.6	>95	

10 Example 11 – Pilot Plant Operation

In a 89-hour pilot plant operation 2538 kilograms 30 wt% limonite slurry and 1052 kilograms 98 wt% H₂SO₄ were continuously pumped into a series of Complete Stirred Tank Reactors (CSTR) at the temperature of 95° to 105°C and atmospheric pressure. The redox potential was controlled between 835 to 940 mV (SHE) by sparging SO₂ gas. The retention time of limonite leach was 5 hours. The leachate of limonite leaching section contained 20 g/L H₂SO₄, 4.8 g/L Ni, 136 g/L Fe, 3.2 g/L Mg and 0.25 g/L Co. The limonite leaching slurry was mixed with saprolite slurry with the solid concentration of 30 wt% in another series of CSTR at 95° to 105°C and atmospheric pressure for the simultaneous reactions of saprolite leaching and iron precipitation as goethite. The retention time of saprolite leach and iron precipitation as goethite was 11 hours. There was no SO₂ - sparge in this section. The total weight of saprolite slurry used was 2052 kilograms. Therefore the weight ratios of sulfuric acid/Limonite, Saprolite/Limonite and sulfuric acid/(limonite+saprolite) were 1.35, 0.81 and 0.75 respectively. The leachate containing 5 g/L H₂SO₄, 5.1 g/L Ni, 6.4 g/L Fe, 16.4 g/L Mg and 0.19 g/L Co. The leaching slurry was consecutively neutralized at 95° to 105°C and atmospheric pressure to pH 1.5-2.0 or the acidity of 5 - 10 g/L H₂SO₄ with 20 wt% limestone slurry. The retention time

was 2-3 hours. The total weight of limestone slurry was 1248 kg. The final leachate contained 5 g/L H_2SO_4 , 5.1 g/L Ni, 6.4 g/L Fe including 0.2 g/L Fe^{+2} , 18.4 g/L Mg and 0.19 g/L Co. Table 12 illustrates the feed and residue composition and the leaching extractions.

5

Table 12 Results of Example 11					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonite, wt%	1.54	42.7	1.49	0.117	0.08
Saprolite, wt%	3.12	10.95	13.35	0.039	0.02
Residue, wt%	0.35	22.02	1.58	0.006	0.05
Overall Extraction, %	81.5	9.3	72.7	91.8	

10

DESCRIPTION OF THE FIGURES

Figure 1 is a flowsheet showing the introduction of limonite ore slurry and saprolite ore slurry sequentially allowing the elimination of approximately 70% of the solubilized iron as solid goethite during saprolite leaching and most of the remainder by neutralisation with limestone or other suitable alkali.

15

Figure 2 shows a flowsheet in which, following the simultaneous leaching of saprolite and precipitation of most of the iron as goethite, the remainder of the iron is precipitated as jarosite by the addition of a jarosite-forming ion, for example by sodium chloride addition. Additional saprolite may be leached during this stage.

20

Figure 3 shows a flowsheet in which, following the simultaneous leaching of saprolite and precipitation of most of the iron as goethite, the remainder of the iron is reduced to the ferrous state by the addition of sulphur dioxide or other suitable reductant. Again, additional saprolite may be leached during this stage.

25

Figure 4 shows the XRD patterns for the leach residues from comparative Example 1 and Example 2 to 4. The pattern for Comparative Example 1 is at the top of the figure and Example 4 pattern is at the base.

- 5 The presence of peaks for goethite and absence of peaks for jarosite are evident in patterns 2, 3 and 4.

The above description of the invention is illustrative of the preferred
10 embodiments of the invention. Variations without departing from the spirit or
ambit of the invention described herein are to be considered to form part of the
invention.

15

20

25

30

Claims defining the invention are as follows:

- 5 1. An atmospheric leach process in the recovery of nickel and cobalt from lateritic ores, said processing including the steps of:
 - 10 a) separating the lateritic ore into a low magnesium containing ore fraction, and a high magnesium containing ore fraction by selective mining or post mining classification;
 - b) separately slurring the separated ore fractions;
 - c) leaching the low magnesium containing ore fraction with concentrated sulphuric acid as a primary leach step; and
 - 15 d) introducing the high magnesium content ore slurry following substantial completion of the primary leach step and precipitating iron as goethite or another low sulphate containing form of iron oxide or iron hydroxide, wherein sulphuric acid released during iron precipitation is used to leach the high magnesium ore fraction as a secondary leach step.
- 20 2. A process according to claim 1 wherein the iron is precipitated as goethite.
- 25 3. A process according to claim 1, wherein the low magnesium containing ore fraction includes limonite ore containing less than about 6 weight % magnesium.
- 30 4. A process according to claim 1, wherein the high magnesium containing ore fraction includes saprolite ore having greater than about 8 weight % magnesium.
5. A process according to claim 3, wherein the low magnesium containing ore fraction also includes medium level magnesium content smectite or nontronite ore.

6. A process according to claim 4, wherein the high magnesium containing ore fraction also includes medium level magnesium content smectite or nontronite ore.

6

7. A process according to claim 1, wherein the separated ore fractions are slurried in sodium, alkali metal and ammonium free water at solids concentration greater than approximately 20 weight %.

10

8. A process according to claim 1, wherein the primary leach step is carried out in a first reactor at a temperature of up to 105° C or the boiling point of the leach reactants at atmospheric pressure.

15

9. A process according to claim 8, wherein the sulphuric acid is preferably in a concentration of from 100 to 140% of stoichiometric proportions.

20

10. A process according to claim 1 wherein the high magnesium content ore slurry is introduced in a second reactor for completion of the secondary leach step at a temperature of up to 105°C or boiling point of the leach reactants at atmospheric pressure.

25

11. A process according to claim 10, wherein goethite, hematite or gypsum containing seeds are added to the second reactor immediately after the introduction of the high magnesium containing ore to initiate or assist iron precipitation.

30

12. A process according to claim 11, wherein the dose of seeds is added in an amount of up to 20 weight % of the total of the low magnesium containing ore and high magnesium containing ore weight.

13. A process according to claim 1, wherein the redox potential during the primary leach step is controlled to between 800 mV and 1000 mV (SHE).

14. A process according to claim 13 wherein the redox potential in the primary leach step is about 835 mV (SHE).

15. A process according to claim 13 or 14, wherein the redox potential is controlled by injecting either sulphur dioxide gas, or sodium-free metabisulphite or sulphite into the slurry.

16. A process according to claim 13 wherein the redox potential in the secondary leach step is between 700 and 900 mV (SHE).

17. A process according to claim 1, wherein the dry ratio between the high magnesium ore and low magnesium ore is from about 0.5 to 1.3.

18. A process according to claim 1, including the further step of neutralisation of the leach solution after the secondary leach step by the addition of a limestone slurry to complete iron precipitation as goethite.

19. A process according to claim 18, wherein the end point of neutralisation is to raise the pH to 1.5 to 3.0 as measured at ambient temperature.

20. A process according to claim 1, including the further step of precipitating the remaining iron after the secondary leach step as jarosite by the addition of a jarosite forming ion.

21. A process according to claim 20, wherein the jarosite forming ion is sodium, potassium or ammonium ion.

22. A process according to claim 1, including the further step of reducing the remaining iron after the secondary leach step, to the ferrous state by the addition of a suitable reductant.

23. A process according to claim 22, wherein the reductant is sulphur dioxide.

24. A process according to claim 1, wherein the nickel and cobalt is recovered by way of either sulphide precipitation using hydrogen sulphide or other sulphide source, mixed hydroxide precipitation, ion exchange or liquid-liquid extraction.

5

10

15

20

25

30

1/4

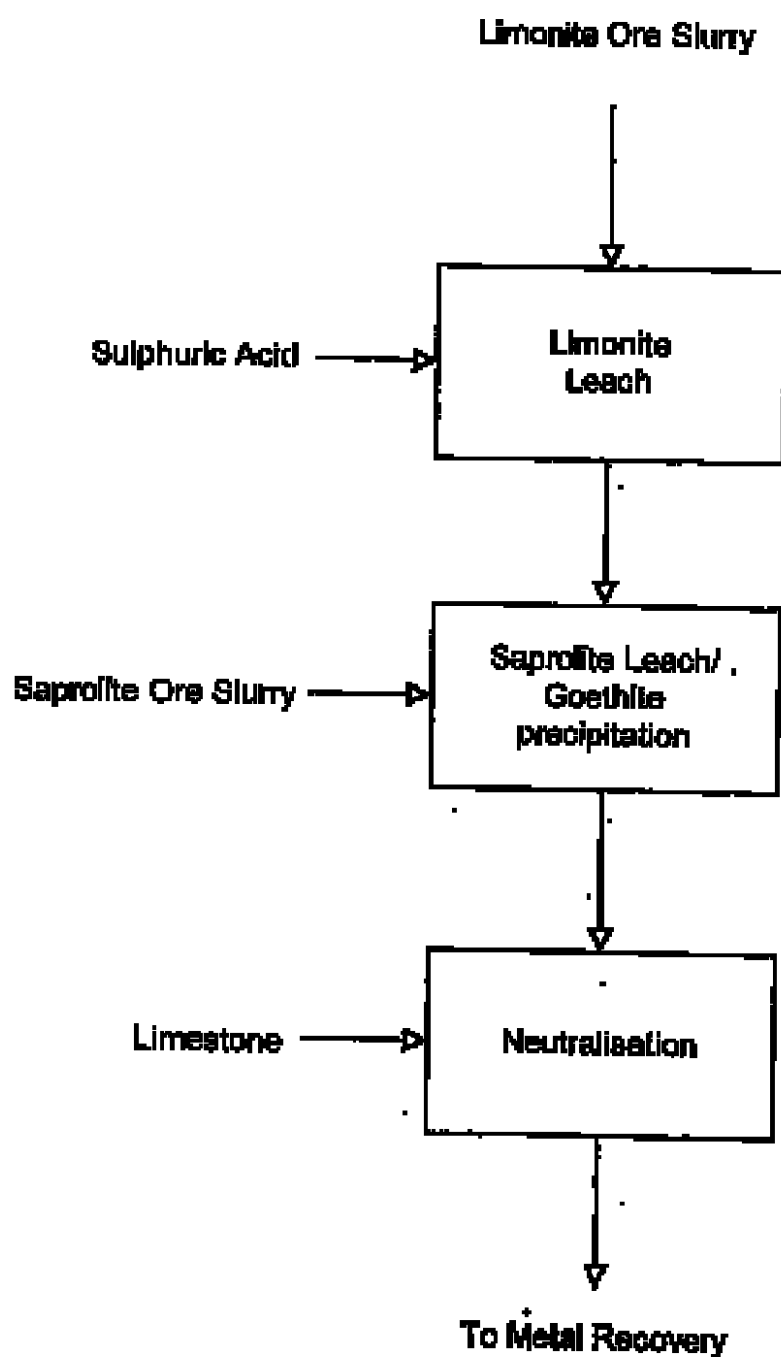


FIG 1

2/4

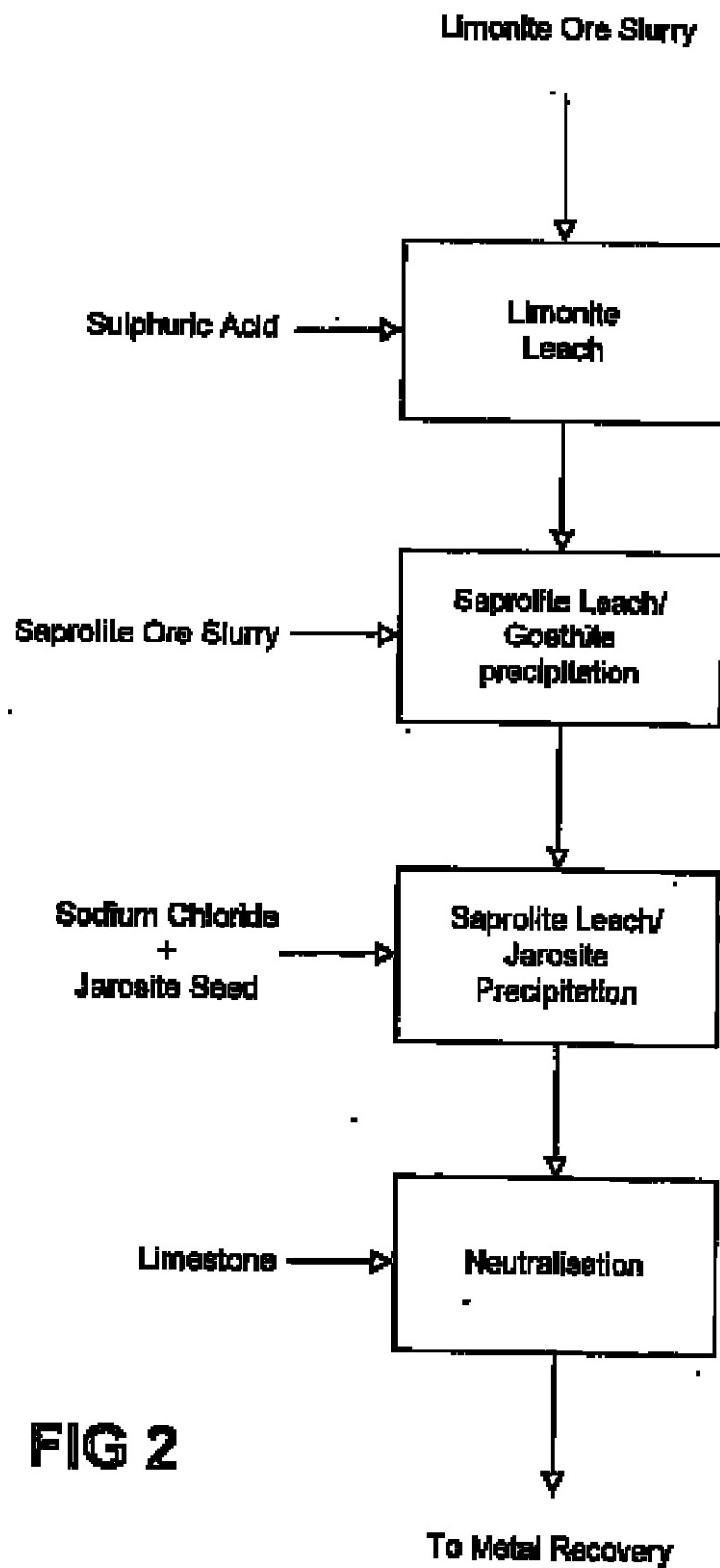


FIG 2

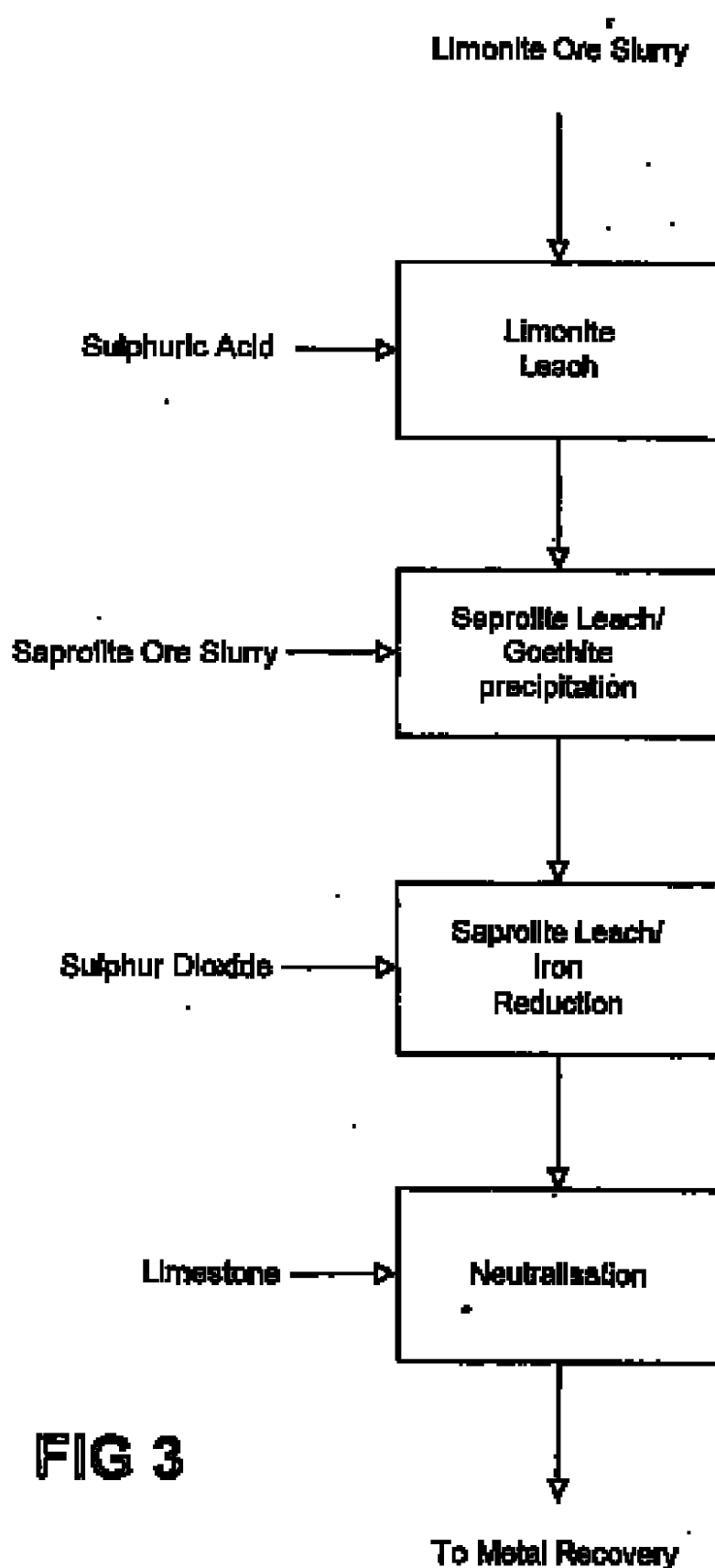


FIG 3

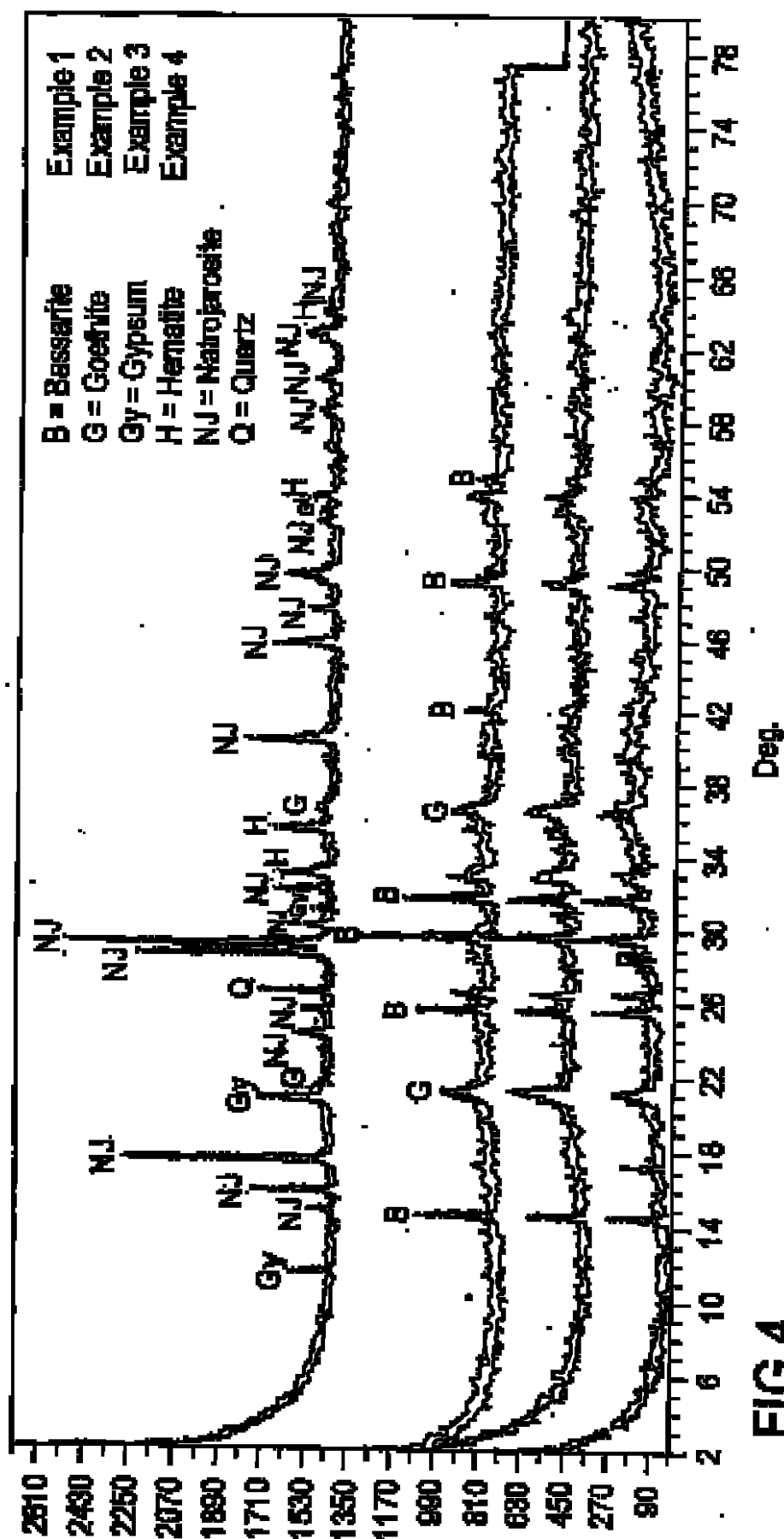


FIG 4

PROCESO DE LIXIVIACIÓN A PRESIÓN ATMOSFÉRICA PARA MINERAL DE NIQUEL LATERÍTICO

INTRODUCCIÓN

La presente invención reside en un proceso para la lixiviación ácida a presión atmosférica de minerales de laterita para recuperar productos de níquel y cobalto.

Más específicamente la invención reside en la lixiviación ácida secuencial y conjunta de fracciones de mineral de laterita para recuperar níquel y cobalto y desechar el material residuo de hierro, sustancialmente libre de sólido de jarosita rico en hierro, p. ej., $\text{NaFe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6$. En una forma preferida, el proceso de recuperación del níquel y del cobalto, involucra las reacciones secuenciales de primero: la lixiviación de las fracciones de mineral que contienen bajo magnesio, tal como limonita, con ácido sulfúrico a presión atmosférica y a temperaturas hasta el punto de ebullición, secuencialmente a continuación la lixiviación de las fracciones de mineral que contienen alto magnesio tal como saprolita. Los sólidos lixiviados contienen hierro precipitado durante la lixiviación, preferiblemente en la forma de goethita, p. ej., FeOOH , u otras formas de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contienen sulfato relativamente bajo y sustancialmente libre de la forma de jarosita.

El proceso también puede ser aplicado a minerales altamente esmectómicos o nontroníticos, que típicamente poseen contenidos de hierro y magnesio entre aquellos, los minerales típicos de limonita y saprolita. Estos minerales normalmente se lixivian fácilmente a condiciones de temperatura atmosférica.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Los minerales de laterita son minerales oxidados y su explotación esencialmente requiere el procesamiento del mineral completo, así generalmente no existe un método efectivo para beneficiar el mineral para concentrar los metales valiosos de níquel y cobalto.

Tal como se muestra en la Tabla 1, la proporción hierro/níquel es variable al ser alta en la fracción de limonita y baja en la fracción de saprolita, por lo tanto, la separación del níquel y el cobalto solubilizados del hierro disuelto, es una cuestión clave en cualquier proceso de recuperación.

Tipo de Mineral	Fe % en peso	Mg % en peso	Ni % en peso	Co % en peso	Proporción Fe/Ni
Limonita de Indonesia	40.8	1.30	1.53	0.10	27
Saprolita de Indonesia	8.5	14.60	3.37	0.03	3
Saprolita de Indonesia con alto contenido de Fe	18.5	11.10	2.18	0.14	9
Limonita de Nueva Caledonia	47.1	0.40	1.33	0.16	35
Saprolita de Nueva Caledonia	7.7	23.3	1.00	0.02	8
Mineral con bajo Mg. del Oeste de Australia	25.4	4.90	2.50	0.07	10
Mineral con Alto Mg del Oeste de Australia.	10.0	18.6	1.38	0.02	7
Mineral con bajo Mg de nontronita de Cuba	21.6	2.60	1.80	0.05	12
Mineral con alto Mg de nontronita de Cuba	18.8	8.30	1.17	0.04	16

Tabla 1 contenido de Hierro, Níquel y Cobalto en Varias Muestras de Mineral de Laterita

En la lixiviación ácida del mineral de laterita, el proceso de lixiviación ácida a alta presión (HPAL, su sigla en inglés), se desarrolló para disolver níquel y cobalto y convertir la porción principal de hierro solubilizado a hematita insoluble. Esto se logra en autoclaves operados a altas temperaturas (250-300°C) y presiones asociadas. Los métodos de HPAL recuperan altos porcentajes de níquel y cobalto, pero requieren equipos caros y sofisticados para resistir las condiciones de operación a alta presión y temperatura.

A fin de evitar el uso de equipos caros, se revelan alternativas al proceso de HPAL. Estos generalmente operan a temperaturas de hasta 110°C a presión atmosférica. Uno de tales, se revela en la Patente US 6,261,527, la cual describe la lixiviación secuencial de las fracciones de limonita y saprolita del mineral de laterita con ácido sulfúrico a presión atmosférica y temperaturas por debajo del punto de ebullición que descarta la mayoría del hierro disuelto como sólidos de jarosita insoluble.

Existen preocupaciones ambientales con este proceso de remoción de hierro como compuestos de jarosita ya que son termodinámicamente inestables. La jarosita puede descomponerse lentamente hasta hidróxidos de hierro que liberan ácido sulfúrico. El ácido liberado puede re-disolver trazas de metales pesados precipitados, tales como Mn, Ni, Co, Cu y Zn, presentes en el residuo de desecho de residuo de lixiviación, de este modo, se movilizan estos materiales en el suelo o en el agua superficial que circundan los depósitos de desechos.

Otra desventaja de este proceso es el contenido de sulfato en la jarosita y éste incrementa significativamente el requerimiento de ácido para la lixiviación.

Normalmente, el ácido sulfúrico es la entrada sencilla más costosa en el proceso de lixiviación ácida, entonces, también existe una desventaja económica en el proceso de la jarosita.

5 La Patente US 6,379,637 en nombre de Walter Curlook, describe un proceso de lixiviación ácida atmosférica para lixiviación del níquel y cobalto de fracciones saprolíticas altamente serpentinosas de minerales de laterita de níquel. Este proceso involucra la lixiviación de mineral saprolítico altamente serpentinoso mediante la adición directa de soluciones de ácido sulfúrico al mineral a presión
10 atmosférica. El consumo de ácido en este proceso es sugerido para ser de 800 a 1000 kg por tonelada de mineral seco.

La Patente UK GB 2086872 en nombre de Falconbridge Nickel Mines Ltd, se refiere a un proceso de lixiviación atmosférico de minerales de níquel laterítico, de
15 modo que el níquel y el cobalto son solubilizados de minerales serpentinosos de alto níquel ferroso de magnesio, mediante la lixiviación del mineral con solución acuosa de ácido sulfúrico. También se adiciona un agente reductor a la solución en grandes cantidades para mantener el potencial de reducción-oxidación de la solución en un valor entre 200 y 400 mV, medido contra el electrodo de calomel
20 saturado.

Tal proceso utiliza la adición directa de ácido en el proceso de lixiviación, donde el ácido es usado para lixiviar el contenido total del mineral a ser procesado. Al ser el ácido sulfúrico una entrada costosa en el proceso de lixiviación ácida, existen
25 desventajas económicas como también ambientales en tales procesos.

La presente invención está dirigida a superar o aliviar uno o más de los problemas asociados con los procesos de la técnica anterior.

La discusión de documentos, actas, materiales, dispositivos, artículos y similares, se incluye en esta descripción únicamente con el propósito de proporcionar un contexto para la presente invención. Esto no sugiere ni representa que cualquiera o todas de estas materias formen parte de la base de la técnica anterior o sean del conocimiento común general en el campo relacionado con la presente invención, así, existe en Australia antes de la fecha de prioridad de cada reivindicación de esta solicitud.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

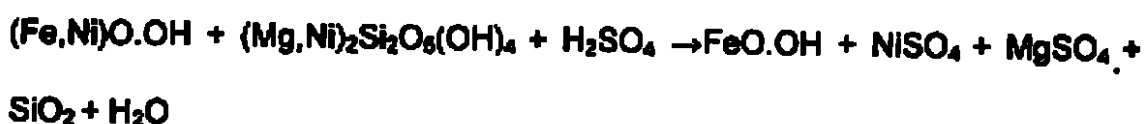
La presente invención reside en un proceso para la lixiviación ácida atmosférica de minerales lateríticos para recuperar productos de níquel y cobalto. En particular, la presente invención reside en la lixiviación ácida de fracciones separadas del mineral laterítico secuencialmente y conjuntamente para recuperar níquel y cobalto a presión atmosférica y temperaturas de hasta el punto de ebullición del ácido.

En una realización, la presente invención reside en un proceso de lixiviación atmosférica en la recuperación de níquel y cobalto de minerales lateríticos, dicho proceso incluye las etapas de:

- a) separar el mineral laterítico en una fracción de mineral que contiene bajo magnesio, y una fracción de mineral que contiene alto magnesio mediante el mineraje selectivo o clasificación post mineraje;
- b) la lechada separadamente de las fracciones separadas de mineral;

- c) la lixiviación de la fracción de mineral que contiene bajo magnesio con ácido sulfúrico concentrado como una etapa de lixiviación primaria; y,
- d) introducir la lechada de mineral que contiene alto magnesio a continuación de la finalización sustancial de la etapa de lixiviación primaria y la precipitación del hierro como goethita u otra forma de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene bajo sulfato, donde el ácido sulfúrico liberado durante la precipitación del hierro, es utilizado para la lixiviación de la fracción de mineral con alto magnesio como una etapa de lixiviación secundaria.

La presente invención proporciona una lixiviación a presión atmosférica, en donde la mayoría del hierro se desecha como goethita sólida, u otra forma de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene sulfato relativamente bajo, la cual contiene pocas o ninguna de las partes de sulfato, y evita la desventaja de precipitar el hierro como jarosita. La reacción general se expresa en la reacción (1):



Goethita que Saprolita Goethita
contiene Ni

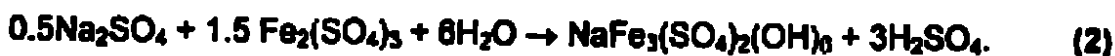
(1)

Esta reacción general es una combinación de la etapa de lixiviación primaria de limonita y la etapa de lixiviación secundaria.

En la remoción del hierro como jarosita de la mezcla de reacción, una mol de ácido se produce por mol de hierro precipitado. Sin embargo, cuando el hierro es precipitado como goethita, se producen 1.5 mol de ácido por mol de hierro precipitado. Esto se muestra en las reacciones (2) y (3) más abajo.

5

La remoción del hierro como jarosita de la mezcla de reacción está de acuerdo con la siguiente reacción:



Jarosita

10 La remoción del hierro como goethita de la mezcla de reacción está de acuerdo con la siguiente reacción:



Goethita

15 A partir de estas reacciones, se demuestra que la remoción del hierro como jarosita de la mezcla de reacción, resulta en la pérdida de 0.5 mol de H_2SO_4 por mol de hierro, comparada con la remoción del hierro, por ejemplo como en la forma de goethita.

20 En la etapa crítica de la lixiviación de saprolita, cuando sucede esta pérdida, queda menos ácido para la recuperación del níquel y del cobalto al ser procesada la fracción de saprolita. Por lo tanto, la presente invención reside en una mejora sobre la técnica anterior, respecto a la naturaleza y calidad de los sólidos vertidos

y uso más eficaz del lixiviado de ácido sulfúrico, lo cual proporciona ventajas económicas y ambientales.

5 Durante la segunda etapa de lixiviación, el hierro es precipitado más preferiblemente como goethita, que es $\text{FeO}(\text{OH})$, lo cual resulta en un nivel más alto de ácido al ser disponible para la etapa de lixiviación secundaria, que si el hierro fuese precipitado, por ejemplo como jarosita. Una característica particular del proceso de la presente invención es que así, el ácido sulfúrico es liberado durante la precipitación del hierro en la etapa de lixiviación secundaria, no hay
10 necesidad, en general, de agregar durante esta etapa, ácido sulfúrico adicional.

Las fracciones del mineral que contienen bajo magnesio, incluyen la fracción de limonita del mineral de laterita (Mg % en peso aproximadamente menos de 6). Esta fracción también puede incluir minerales de esmectita nontronita con
15 contenido bajo a medio de magnesio, el cual tiene generalmente un contenido de magnesio de aproximadamente 4 % en peso hasta 8 % en peso. La fracción de mineral que contiene alto magnesio, incluye la fracción de saprolita del mineral de laterita (Mg % en peso mayor aproximadamente de 8). Esta fracción también puede incluir minerales de esmectita o nontronita. La lechada de ambas: de las
20 fracciones de mineral que contienen bajo magnesio y alto magnesio, se lleva a cabo generalmente en agua libre de sodio, metal alcalino y amonio, en concentración de sólidos desde aproximadamente 20% en peso y superior, limitada por la reología de la lechada.

25 La etapa de lixiviación primaria se lleva a cabo con mineral con bajo Mg por ejemplo lechada de mineral de limonita que contienen bajo magnesio o lechada de

esmeclita o nontronita que contiene bajo o medio magnesio, y ácido sulfúrico concentrado a una temperatura de hasta 105°C o el punto de ebullición de los reactivos de la lixiviación a presión atmosférica. La temperatura de reacción, más preferiblemente es tan alta como sea posible para lograr la lixiviación rápida a presión atmosférica. El níquel que contiene el mineral en el mineral de limonita es goethita, y el níquel está distribuido en la matriz de la goethita. Por lo tanto, la acidez de la etapa de lixiviación primaria debe ser la suficiente para destruir la matriz de goethita para liberar el níquel. Preferiblemente, la dosis de ácido sulfúrico es de 100 a 140% de la cantidad estequiométrica para disolverse aproximadamente sobre el 90% del níquel, cobalto, hierro, manganeso y sobre el 80% del aluminio y el magnesio en el mineral.

La proporción del mineral con alto magnesio, por ejemplo saprolita, y del mineral con bajo magnesio, por ejemplo limonita, idealmente es en una proporción seca que oscila de desde aproximadamente 0.5 a 1.3. La proporción de saprolita/limonita depende en gran parte de la composición del mineral. Teóricamente, la cantidad de saprolita adicionada durante la etapa de lixiviación secundaria, debe ser aproximadamente igual a la suma del ácido libre residual en la etapa de lixiviación primaria, y al ácido liberado de la precipitación del hierro como goethita. En general, aproximadamente 20 - 30 g/L del ácido libre residual queda de la etapa de lixiviación primaria, en tanto que es liberado 210 - 260 g/L de ácido sulfúrico (Equivalente al 80 - 100g/L de Fe^{3+}) durante la precipitación de goethita.

A fin de liberar el contenido de cobalto de asbolano u otros minerales de Mn (III ó IV) similares, se inyecta un reductor p. ej., dióxido de azufre gaseoso o

metabisulfito libre de sodio o sulfito, en la lechada de mineral que contiene bajo magnesio para controlar el potencial de reducción-oxidación a preferiblemente menos de 1000mV (SHE), preferiblemente entre 800 y 1000 mV (SHE), y más de preferencia aproximadamente 835 mV (SHE) para la etapa de lixiviación primaria.

5 A aproximadamente 835 mV (SHE), el cobalto es casi completamente liberado del asbolano, en tanto que no se reduce casi nada del ión férrico (Fe^{3+}) al ión ferroso (Fe^{2+}).

10 Durante la etapa de lixiviación secundaria, el potencial de reducción-oxidación se controla preferiblemente para estar entre 700 y 900 mV (SHE), más de preferencia aproximadamente 720 y 800 mV (SHE). El potencial de reducción-oxidación preferido en la etapa de lixiviación secundaria es ligeramente menor que el de la etapa de lixiviación primaria, debido a que la saprolita contiene ion ferroso y la liberación de los iones ferrosos disminuye el potencial de reducción-oxidación en

15 la etapa de lixiviación secundaria. En consecuencia, generalmente no se requiere reductor para controlar el potencial de reducción-oxidación en esta etapa del proceso. La necesidad de un reductor durante la etapa de lixiviación secundaria es en gran parte dependiente del contenido del mineral de saprolita y se puede requerir algún reductor por ejemplo, si existe un contenido alto de cobalto en el

20 asbolano u algún oxidante, tal como dicromato presente durante la lixiviación de saprolita.

La finalización de la reacción y la lixiviación a continuación de la etapa de lixiviación secundaria, está indicada mediante la formación de 0.5 a 1.0 g/L del ion ferroso (Fe^{2+}) y la concentración del ácido constante, bajo estas condiciones de

25

reacción. La pérdida de peso del mineral con bajo magnesio está típicamente sobre el 80% y la extracción del níquel y del cobalto está sobre el 90%.

La etapa secundaria de lixiviación incluye la lixiviación simultánea del mineral con alto Mg tal como saprolita y la precipitación del hierro, preferiblemente como goethita u otras formas de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contienen relativamente bajo sulfato.

El mineral con alto Mg, p. ej., lechada de saprolita, (que puede ser opcionalmente precalentada) y que también puede incluir o consistir de un mineral de nontronita o esmectita de contenido medio a alto de magnesio, se agrega a la mezcla de reacción luego de la finalización de la etapa de lixiviación primaria. La reacción se lleva a cabo a la temperatura preferiblemente de hasta 105°C o el punto de ebullición de los reactivos de la lixiviación a presión atmosférica. La temperatura de reacción más preferiblemente es tan alta como sea posible, para lograr la lixiviación rápida y la cinética de precipitación del hierro. La etapa de lixiviación secundaria, generalmente es llevada a cabo en un reactor separado del de la etapa de lixiviación primaria.

La dosis del mineral con alto magnesio, se determina mediante el ácido libre que queda de la etapa primaria de lixiviación. El ácido liberado durante la precipitación del hierro como goethita y la unidad estequiométrica del ácido consumido del mineral con alto Mg en las extracciones dadas de níquel, cobalto, hierro, magnesio, aluminio y manganeso en el mineral.

13

Inmediatamente luego de la introducción del mineral con alto magnesio, se agregan al reactor preferiblemente "semillas" que contiene de manera dominante goethita, hematina o yeso, que permitan que la lixiviación del mineral con alto magnesio y la precipitación del hierro como goethita u otra forma de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene sulfato relativamente bajo, suceda de manera simultánea.

La lixiviación simultánea de saprolita y la precipitación de goethita u otras formas de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene sulfato relativamente bajo, es sorprendente, debido a que mientras que la jarosita se forma en un rango de acidez de aproximadamente 5 a 30 g/L de ácido sulfúrico libre, la goethita únicamente se formará a un rango de acidez de aproximadamente 0 a 10 g/L de ácido sulfúrico libre. Esto es debido a que el pH de hidrólisis de la goethita es más alto que el de la jarosita (pH apropiado de 3.0 para la goethita, versus el pH aproximado de 1.5 para la natrojarosita a temperatura ambiente y actividades de unidad de todas las especies excepto protones). Se esperaba que ocurriese una pequeña lixiviación de saprolita a tal acidez baja, pero la presente invención demuestra que éste no es el caso.

La dosis de semillas es típicamente 0 - 20 % en peso de la suma del peso del mineral con bajo Mg y del mineral con alto magnesio. La adición de semilla es para iniciar o controlar la velocidad de precipitación del hierro. Luego de la adición del mineral con alto magnesio, la acidez de la lechada de lixiviación disminuye primero hasta aproximadamente 0 g/L de H_2SO_4 , después rebota hasta un nivel de 1-10 g/L de H_2SO_4 . La concentración de hierro repentinamente es reducida desde 80 - 90 g/L a menos de 40 g/L en menos de 3 horas, luego disminuye lentamente

14

hasta el nivel de equilibrio de 5 – 40 g/L. En paralelo, se incrementa la disolución de níquel y cobalto. Esto indica que el ácido liberado de la precipitación del hierro se utiliza como un lixiviante para la lixiviación el mineral con alto Mg, por ejemplo saprolita. El tiempo de reacción total es típicamente 10 -12 horas.

5

La presente invención también reside en la recuperación de níquel y cobalto a continuación de la etapa de lixiviación. La solución de lixiviación, la cual puede contener aún una proporción del contenido de hierro en el mineral como ión férrico después de la etapa de lixiviación secundaria, puede ser preparada para recuperar níquel mediante un número de modos que incluye el siguiente. En primer lugar, se puede emplear la neutralización con lechada de piedra caliza para forzar la precipitación del hierro como goethita sustancialmente hasta finalizar, como se muestra en los ejemplos que siguen. El punto final de la neutralización es de pH 1.5 a 3.0, así medido a temperatura ambiente. El lixiviado madre final contiene típicamente 2 - 5 g/L de H_2SO_4 y 0 – 6 g/L de hierro total, que incluye 0.5 – 1 g/L del ión ferroso. Un diagrama de circulación de materiales simplificado para esta opción de proceso se muestra en la Figura 1.

10

15

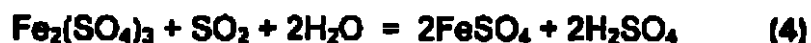
20

25

En segundo lugar, el exceso de hierro férrico que queda en la solución al final de la etapa de lixiviación secundaria, se puede precipitar como jarosita mediante la adición de un ión formador de jarosita, p. ej., Na^+ , K^+ , NH_4^+ , y de material de semilla de jarosita a la lechada de lixiviación. En este caso, el ácido adicional liberado durante la precipitación de jarosita se puede utilizar para la lixiviación del mineral con alto Mg adicional. El diagrama de circulación de materiales para esta opción se muestra en la figura 2.

15

En tercer lugar, el exceso de hierro férrico se puede reducir al estado ferroso con un reductor tal como dióxido de azufre, como se muestra en la siguiente reacción:



5 La reacción (4) también genera ácido sulfúrico adicional que puede ser utilizado para la lixiviación del mineral con alto magnesio adicional. El diagrama de circulación de materiales para este proceso se muestra en la Figura 3. El níquel y el cobalto se pueden recuperar de la solución resultante por ejemplo, mediante la precipitación del sulfuro, al utilizar sulfuro de hidrógeno u otra fuente de sulfuro. El
10 ión ferroso no interferirá con este proceso y no contaminará el precipitado de sulfuro. Alternativamente a la precipitación del hidróxido mezclado, se puede utilizar el intercambio iónico o la extracción líquido-líquido para separar el níquel y el cobalto del hierro ferroso y otras impurezas en la solución de lixiviación.

15 Será claro para aquellos versados en la materia, que se pueden emplear otras opciones de proceso para completar la separación del níquel y del cobalto del hierro en solución.

EJEMPLOS

20 Ejemplo Comparativo 1

Con el propósito de comparar, esta prueba simula las condiciones reivindicadas en la Patente US 6,261,527 para la lixiviación del níquel y el cobalto del mineral de laterita y precipitar el hierro como jarosita. La proporción en peso de saprolita y limonita para esta prueba fue de 0.90. La proporción en peso del ácido sulfúrico al
25 mineral de limonita fue de 1.43. Por lo tanto, la proporción en peso del ácido sulfúrico al mineral (limonita y saprolita) fue de 0.75. Se mezclaron en esta prueba

190 gramos de mineral de limonita y 171 gramos de mineral de saprolita con alto contenido de hierro (Fe >10% en peso), con agua de mar sintética, para formar lechadas de sólidos de 20% en peso y 25% en peso, respectivamente. La lechada de limonita se mezcló con 277 g de ácido sulfúrico al 98% en peso en un reactor a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 140 minutos. El lixiviado contenía 18 g/L de H₂SO₄, 3.1 g/L de Ni, 88 g/L de Fe, 1.8 g/L de Mg y 0.22 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 870 a 910 mV (SHE) mediante la adición de metabisulfito de sodio. Después de estabilizada la acidez, se adicionó al reactor de manera consecutiva, alrededor de 20 g/L de H₂SO₄, lechada de saprolita y 80 gramos de jarosita que contenía semillas. El tiempo total de reacción fue de 10 horas. El lixiviado contenía 20 g/L de H₂SO₄, 4.3 g/L de Ni, 2.0 g/L de Fe, 15.7 g/L de Mg y 0.30 g/L Co. Finalmente se adicionaron al reactor 32 gramos de piedra caliza en lechada al 25% en peso de 95 a 105°C para neutralizar la acidez de 23g/L a pH de 1.8. El lixiviado final contenía 2 g/L de H₂SO₄, 4.3 g/L de Ni, 0.2 g/L de Fe, 15.9 g/L de Mg y 0.30 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 508 gramos. La Tabla 2 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación. Los resultados fueron similares a los resultados reportados en el Ejemplo 3 de la Patente US 6,261,257. La existencia de natro (sodio) jarosita en el residuo de lixiviación se verificó mediante el contenido de sodio y el patrón de XDR del residuo (véase Tabla 2 y Figura 4).

Tabla 2. Resultados del Ejemplo 1					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.49	40.1	1.64	0.150	<0.01
Saprolita, % en peso	1.89	13.8	14.65	0.140	0.16
Semillas, % en peso	0.12	29.4	0.58	<0.005	0.65
Residuo, % en peso	0.23	25.9	0.84	0.013	1.83
Extracción total, %	81.1	0	85.1	85.0	

Ejemplo 2

El mineral de laterita con bajo magnesio (Mg % en peso <6), p. ej. lechada de limonita y el mineral de laterita con alto magnesio (Mg % en peso >8), p. ej., lechada de saprolita, se prepararon separadamente con agua potable. El contenido de hierro del mineral de saprolita utilizado fue de 18 % en peso. Las concentraciones de sólidos de lechada de limonita y saprolita fueron del 20 % en peso y 25% en peso respectivamente. Las proporciones en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/mineral (limonita y saprolita) fueron de 1.36, 0.88 y 0.72 respectivamente. En esta prueba 934 gramos lechada de limonita al 20% en peso, se mezclaron en un reactor con 267 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 2.5 horas. El lixiviado contenía 23 g/L de H_2SO_4 , 3.0 g/L de Ni, 84 g/L de Fe, 1.9 g/L de Mg y 0.24 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 26 g/L de H_2SO_4 , se agregó consecutivamente en el reactor 673 gramos de lechada de saprolita al 25% en peso y 80 gramos de goethita que contenía semillas. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 10 horas. El potencial de reducción-oxidación fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenía 8 g/L de H_2SO_4 , 3.6 g/L de Ni, 20.6 g/L de Fe, 14.3 g/L de Mg y 0.34 g/L de Co. Finalmente, se adicionaron en el reactor 69 gramos de piedra caliza en lechada al 25% en peso a 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.7. El lixiviado final contenía 9 g/L de H_2SO_4 , 3.9 g/L de Ni, 4.7 g/L de Fe que incluída 3.0 g/L de Fe^{+2} , 15.0 g/L de Mg y 0.33 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 384 gramos. La tabla 3, ilustra la alimentación y la composición del residuo y las

extracciones de lixiviación. La precipitación del hierro en el residuo de lixiviación como goethita, se verificó mediante el contenido no detectable de sodio y el examen de XRD/SEM del residuo (Véase la Tabla 3 y la Figura 4).

Tabla 3. Resultados del Ejemplo 2					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.55	40.8	1.47	0.12	<0.01
Saprolita, % en peso	2.17	18.0	11.6	0.14	<0.01
Semillas, % en peso	0.41	27.9	1.17	0.068	<0.01
Residuo, % en peso	0.35	28.7	0.96	0.007	<0.01
Extracción total, %	80.8	8.5	82.0	94.9	

Ejemplo 3

En esta prueba, las proporciones en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/mineral (limonita y saprolita) fueron de 1.37, 0.69 y 0.81 respectivamente. Se mezclaron en un reactor 935 gramos de lechada de limonita al 20% en peso descrita en el Ejemplo 2, con 287 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso, a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 3 horas. El lixiviado contenía 24 g/L de H_2SO_4 , 2.8 g/L de Ni, 77 g/L de Fe, 1.9 g/L de Mg y 0.21 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 26 g/L de H_2SO_4 , se adicionaron consecutivamente en el reactor 524 gramos de lechada de saprolita al 25% en peso descrita en el Ejemplo 2 y 80 gramos de goethita que contenía semillas. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 10 horas. El potencial de reducción-oxidación fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenía 3 g/L de H_2SO_4 , 3.5 g/L de Ni, 27.4 g/L de Fe, 12.2 g/L de Mg y 0.30 g/L de Co. Finalmente

se adicionaron al reactor 95 gramos de lechada de piedra caliza al 25% en peso, de 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.7. El lixiviado final contenía 3 g/L de H_2SO_4 , 3.6 g/L de Ni, 4.2 g/L de Fe que incluía 1.7 g/L de Fe^{+2} , 13.1 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 402 gramos. La Tabla 4 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación. La precipitación del hierro en el residuo de lixiviación como goethita, se verificó mediante el contenido no detectable de sodio y el examen de XRD/SEM del residuo (véase la Tabla 4 y la Figura 4).

Tabla 4. Resultados del Ejemplo 3					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.53	40.3	1.46	0.110	<0.01
Saprolita, % en peso	2.18	18.4	12.40	0.140	<0.01
Semillas, % en peso	0.41	26.7	1.27	0.074	<0.01
Residuo, % en peso	0.27	23.8	0.86	0.006	<0.01
Extracción total, %	82.2	5.5	80.8	94.7	

Ejemplo 4

En esta prueba, las proporciones en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/mineral (limonita y saprolita) fueron de 1.37, 0.58 y 0.87 respectivamente. Se mezclaron en un reactor 935 gramos de lechada de limonita al 20% en peso descrita en el Ejemplo 2, con 267 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso, a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 3 horas. El lixiviado contenía 24 g/L de H_2SO_4 , 3.3 g/L de Ni, 92 g/L de Fe, 2.1 g/L de Mg y 0.24 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 840 a 850 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 25 g/L de H_2SO_4 . Se adicionaron consecutivamente en el reactor 440 gramos de lechada de saprolita al 25% en peso descrita en el Ejemplo

2 y 80 gramos de goethita que contenia semillas. La reacci3n de lixiviaci3n de saprolita y la precipitaci3n del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presi3n atmosf3rica por 11 horas. El potencial de reducci3n-oxidaci3n fue de 800 a 840 mV (SHE) sin la adici3n de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenia 4 g/L de H₂SO₄, 3.5 g/L de Ni, 35.1 g/L de Fe, 11.4 g/L de Mg y 0.31 g/L de Co. Finalmente se adicionaron al reactor 93 gramos de lechada de piedra caliza al 25% en peso, de 95 a 105°C y a presi3n atmosf3rica para neutralizar la acidez hasta pH 1.4. El lixiviado final contenia 5 g/L de H₂SO₄, 3.6 g/L de Ni, 5.8 g/L de Fe que incluia 0.8 g/L de Fe⁺², 12.1 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviaci3n fue de 368 gramos. La precipitaci3n del hierro en el residuo de lixiviaci3n como goethita, se verific3 mediante el contenido no detectable de sodio y el examen de XRD/SEM del residuo (v3ase la Tabla 5 y la Figura 4).

Tabla 5. Resultados del Ejemplo 4					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.48	39.6	1.41	0.110	<0.01
Saprolita, % en peso	2.20	18.5	11.30	0.140	<0.01
Semillas, % en peso	0.43	28.6	1.16	0.072	<0.01
Residuo, % en peso	0.24	24.5	0.85	0.007	<0.01
Extracci3n total, %	84.2	7.5	80.5	93.9	

Ejemplo 5

La lechada de mineral de laterita con bajo magnesio (Mg % en peso <6), p. ej. lechada de limonita y la lechada de mineral de laterita con alto magnesio (Mg % en peso >8), p. ej., lechada de saprolita, se prepararon separadamente con agua potable. El contenido de hierro de saprolita fue de 9% en peso. Las concentraciones s3lidas de lechada de limonita y saprolita fueron del 21 % en peso y 25% en peso respectivamente. En esta prueba se mezclaron en un reactor

817 gramos de lechada de limonita con 233 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 2.5 horas. El lixiviado contenía 21 g/L de H_2SO_4 , 3.0 g/L de Ni, 84 g/L de Fe, 2.0 g/L de Mg y 0.22 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 20 g/L de H_2SO_4 , se agregaron consecutivamente en el reactor 849 gramos de lechada de saprolita y 40 gramos de goethita que contenía semillas. La proporción en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) para esta prueba fue de 1.32, 1.25 y 0.59. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 10 horas. El potencial de reducción-oxidación fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenía 7 g/L de H_2SO_4 , 5.5 g/L de Ni, 5.9 g/L de Fe, 18.9 g/L de Mg y 0.14 g/L de Co. Finalmente, se adicionaron en el reactor 23 gramos de piedra caliza en lechada al 25% peso a 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.6. El lixiviado final contenía 2.5 g/L de H_2SO_4 , 5.5 g/L de Ni, 5.9 g/L de Fe que incluía 3.7 g/L de Fe^{+2} , 19.4 g/L de Mg y 0.14 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 319 gramos. La Tabla 6, ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 6. Resultados del Ejemplo 5

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.58	41.4	1.45	0.12	<0.01
Saprolita, % en peso	3.43	8.48	15.2	0.034	<0.01
Semillas, % en peso	0.37	23.8	1.30	0.008	<0.01
Residuo, % en peso	0.56	26.1	1.94	0.008	<0.01
Extracción total, %	82.7	16.4	82.8	91.0	

Ejemplo 6

La lechada de mineral de laterita con bajo magnesio (Mg % en peso <6), p. ej. lechada de limonita y la lechada de mineral de laterita con alto magnesio (Mg % en peso >8), p. ej., lechada de saprolita, se prepararon separadamente con agua potable. El contenido de hierro de saprolita fue de 9% en peso. Las concentraciones de sólidos de lechada de limonita y saprolita fueron del 21 % en peso y 25% en peso respectivamente. En esta prueba se mezclaron en un reactor 1050 gramos de lechada de limonita con 300 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 2.5 horas. El lixiviado contenía 23 g/L de H_2SO_4 , 3.0 g/L de Ni, 83 g/L de Fe, 2.0 g/L de Mg y 0.22 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 23 g/L de H_2SO_4 , se agregaron consecutivamente en el reactor 546 gramos de lechada de saprolita y 40 gramos de goethita que contenía semillas. La proporción en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/(limonita+saprolita) para esta prueba fue de 1.32, 0.61 y 0.82. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 10 horas. El potencial de reducción-oxidación fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenía 7 g/L de H_2SO_4 , 5.3 g/L de Ni, 24.8 g/L de Fe, 17.0 g/L de Mg y 0.18 g/L de Co. Finalmente, se adicionaron en el reactor 80 gramos de piedra caliza en lechada al 25% peso a 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.7. El lixiviado final contenía 2 g/L de H_2SO_4 , 5.8 g/L de Ni, 4.3 g/L de Fe que incluía 3.3 g/L de Fe^{+2} , 18.8 g/L de Mg y 0.20 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 413 gramos. La Tabla 7, ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

123

Tabla 7. Resultados del Ejemplo 6					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.53	40.3	1.46	0.110	<0.01
Saprolita, % en peso	3.43	8.7	15.2	0.032	<0.01
Semillas, % en peso	0.37	23.8	1.30	0.008	<0.01
Residuo, % en peso	0.21	23.6	0.67	<0.006	<0.01
Extracción total, %	89.5	12.5	88.6	>95	

Ejemplo 7

La lechada de mineral de laterita con bajo magnesio (Mg % en peso <8), p. ej. lechada de limonita y la lechada de mineral de laterita con alto magnesio (Mg % en peso >8), p. ej., lechada de saprolita, se prepararon separadamente con agua potable. El contenido de hierro de saprolita fue de 11% en peso. Las concentraciones de sólidos de lechada de limonita y saprolita fueron del 20 % en peso y 25% en peso respectivamente. En esta prueba se mezclaron en un reactor 1001 gramos de lechada de limonita con 286 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 2.5 horas. El lixiviado contenía 28 g/L de H_2SO_4 , 2.6 g/L de Ni, 74 g/L de Fe, 1.9 g/L de Mg y 0.20 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 28 g/L de H_2SO_4 , se agregaron consecutivamente en el reactor 720 gramos de lechada de saprolita y 40 gramos de goethita que contenía semillas. La proporción en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) para esta prueba fue de 1.40, 0.90 y 0.74. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 10 horas. El potencial de reducción-oxidación fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. El lixiviado contenía 11 g/L de H_2SO_4 , 4.3 g/L de Ni, 14.8 g/L de Fe, 16.6 g/L de Mg y 0.16 g/L

de Co. Finalmente, se adicionó en el reactor 80 gramos de piedra caliza en lechada al 25% peso a 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.7. El lixiviado final contenía 1.7 g/L de H₂SO₄, 4.3 g/L de Ni, 2.1 g/L de Fe, 17.3 g/L de Mg y 0.16 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 381 gramos. La Tabla 8, ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 8. Resultados del Ejemplo 7					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.57	42.3	1.40	0.120	<0.01
Saprolita, % en peso	2.73	11.4	14.4	0.041	<0.01
Semillas, % en peso	0.37	23.8	1.30	0.008	<0.01
Residuo, % en peso	0.30	25.5	1.21	<0.005	<0.01
Extracción total, %	86.1	15.5	84.3	>95	

Ejemplo 8

Esta prueba simuló el proceso mostrado en la Figura 2. La proporción en peso de ácido sulfúrico/limonita, Saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) para esta prueba fue de 1.31, 1.19 y 0.60. Se mezclaron en un reactor 817 gramos de lechada de limonita al 21% en peso descrita en el Ejemplo 2, con 233 gramos de H₂SO₄ al 98% en peso, a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 3 horas. El lixiviado contenía 20 g/L de H₂SO₄, 3.2 g/L de Ni, 87 g/L de Fe, 2.1 g/L de Mg y 0.24 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 840 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 20 g/L de H₂SO₄. Se adicionaron consecutivamente en el reactor 828 gramos de lechada de saprolita al 25% en peso descrita en el Ejemplo 2 y 80 gramos de goethita que contenía semillas. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo

de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 3 horas. El lixiviado contenía 3.4 g/L de H_2SO_4 , 3.3 g/L de Ni, 18.3 g/L de Fe, 12.8 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. Entonces, se adicionaron 12 g de NaCl como sal de mar en la lechada para precipitar el hierro residual como jarosita por otras 6 horas. El lixiviado contenía 11 g/L de H_2SO_4 , 3.7 g/L de Ni, 1.4 g/L de Fe, 17.3 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación del lixiviado de saprolita fue de 720 a 800 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. Finalmente se adicionaron al reactor 15.5 gramos de piedra caliza en lechada al 25% en peso, de 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.6. El lixiviado final contenía 4 g/L de H_2SO_4 , 3.9 g/L de Ni, 0.6 g/L de Fe que incluía 0.5 g/L de Fe^{+2} , 17.8 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. El peso del residuo de lixiviación fue de 403 gramos. La Tabla 9 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 9. Resultados del Ejemplo 8					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.53	40.3	1.48	0.110	<0.01
Saprolita, % en peso	2.18	18.4	12.40	0.140	<0.01
Semillas, % en peso	0.27	22.9	1.11	0.074	<0.01
Residuo, % en peso	0.4	28.1	1.12	0.005	<0.01
Extracción total, %	78.4	10.7	83.1	95.9	

Ejemplo 9

Esta prueba simuló el proceso mostrado en la Figura 3. La proporción en peso de ácido sulfúrico/limonita, Saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) para esta prueba fue de 1.32, 1.20 y 0.60. Se mezclaron en un reactor 817 gramos de lechada de limonita al 21% en peso descrita en el Ejemplo 2, con 233 gramos de H_2SO_4 al 98% en peso, a la temperatura de 95 a 105°C y a presión atmosférica

por 3 horas. El lixiviado contenía 20 g/L de H_2SO_4 , 3.1 g/L de Ni, 82 g/L de Fe, 2.1 g/L de Mg y 0.23 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 840 a 850 mV (SHE) mediante la adición de sulfito libre de sodio. Después la acidez se estabilizó alrededor de 20 g/L de H_2SO_4 . Se adicionaron consecutivamente en el reactor 828 gramos de lechada de saprolita al 25% en peso descrita en el Ejemplo 2 y 80 gramos de goethita que contenía semillas. La reacción de lixiviación de saprolita y la precipitación del hierro se llevaron a cabo de 95 a 105°C y a presión atmosférica por 3 horas. El lixiviado contenía 3.4 g/L de H_2SO_4 , 3.5 g/L de Ni, 19.8 g/L de Fe, 13.4 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. El potencial de reducción-oxidación fue de 780 a 840 mV (SHE) sin la adición de sulfito libre de sodio. Entonces, se roció SO_2 gaseoso en la lechada por 8 horas. El potencial de reducción-oxidación disminuyó de 590 a 620 mV (SHE). El lixiviado contenía 14 g/L de H_2SO_4 , 4.2 g/L de Ni, 27.7 g/L de Fe, que incluía 25.2 g/L de Fe^{+2} , 18.3 g/L de Mg y 0.32 g/L de Co. Finalmente se adicionaron al reactor 42 gramos de lechada de piedra caliza al 25% en peso, de 95 a 105°C y a presión atmosférica para neutralizar la acidez hasta pH 1.8. El lixiviado final contenía 2 g/L de H_2SO_4 , 4.1 g/L de Ni, 25 g/L de Fe que incluía 24.4 g/L de Fe^{+2} , 18 g/L de Mg y 0.31 g/L de Co. La conversión de Fe^{+3} a Fe^{+2} cercana al 100%. El peso del residuo de lixiviación fue de 332 gramos. La Tabla 10 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 10. Resultados del Ejemplo 9					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.57	41.2	1.45	0.120	<0.01
Saprolita, % en peso	2.26	19.0	11.30	0.140	<0.01
Semillas, % en peso	0.28	26.1	1.04	0.007	<0.01
Residuo, % en peso	0.45	26.4	1.46	0.009	<0.01
Extracción total, %	80.4	33.4	81.9	94.2	

Ejemplo 10 – Operación en Planta Piloto

En una operación de planta piloto de 96 horas, se bombearon continuamente 2972 Kilogramos de lechada de limonita al 20% en peso y 825 kilogramos de H_2SO_4 al 98% en peso, en una serie de Reactores de Tanque con Agitación Total (CSTR) (Complete Stirred Tank Reactors) a la temperatura de 95° a 105°C y a presión atmosférica. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 940 mV (SHE) mediante el rocío de SO_2 gaseoso. El tiempo de retención de lixiviación de limonita fue de 4 horas. El lixiviado contenía 29 g/L de H_2SO_4 , 2.4 g/L de Ni, 70 g/L de Fe, 1.9 g/L de Mg y 0.13 g/L de Co. La lechada de lixiviación de limonita se mezcló con lechada de saprolita con la concentración de sólidos de 25% en peso en otra serie de CSTR de 95 a 105°C y a presión atmosférica para las reacciones simultáneas de lixiviación de saprolita y precipitación del hierro como goethita. El tiempo de retención de la lixiviación de saprolita y de la precipitación del hierro como goethita fue de 10 horas. No hubo rocío de SO_2 en esta sección. El peso total de la lechada de saprolita al 25% en peso utilizada fue de 1978 kilogramos. Por lo tanto, las proporciones en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) fueron de 1.36, 0.83 y 0.74 respectivamente. El lixiviado contenía 5 g/L de H_2SO_4 , 3.6 g/L de Ni, 18.6 g/L de Fe, 14.1 g/L de Mg y 0.15 g/L de Co. La lechada de lixiviación se neutralizó consecutivamente de 95° a 105°C y a presión atmosférica hasta pH 1.5 – 2.0 o la acidez de 5 – 10 g/L de H_2SO_4 con lechada de piedra caliza al 20% en peso. El tiempo de retención fue de 2 a 3 horas. El peso total de la lechada de piedra caliza fue de 884 Kg. El lixiviado final contenía 5 g/L de H_2SO_4 , 3.0 g/L de Ni, 3.5 g/L de Fe, que incluía 0.2 g/L de Fe^{+2} , 12.1 g/L de Mg y 0.13 g/L de Co. La Tabla 11 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 11. Resultados del Ejemplo 10					
	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.54	41.5	1.38	0.114	0.06
Saprolita, % en peso	2.72	11.31	14.33	0.040	0.03
Residuo, % en peso	0.33	21.8	1.22	<0.005	0.06
Extracción total, %	80.8	2.83	80.6	>95	

Ejemplo 11 – Operación en Planta Piloto

En una operación de planta piloto de 89 horas, se bombearon continuamente 2538 Kilogramos de lechada de limonita al 30% en peso y 1052 kilogramos de H_2SO_4 al 98% en peso, en una serie de Reactores de Tanque con Agitación Total (CSTR) a la temperatura de 95° a 105°C y a presión atmosférica. El potencial de reducción-oxidación se controló entre 835 a 940 mV (SHE) mediante el rocío de SO_2 gaseoso. El tiempo de retención de lixiviación de limonita fue de 5 horas. El lixiviado de la sección de lixiviación de limonita contenía 20 g/L de H_2SO_4 , 4.8 g/L de Ni, 136 g/L de Fe, 3.2 g/L de Mg y 0.25 g/L de Co. La lechada de lixiviación de limonita se mezcló con lechada de saprolita con la concentración de sólidos de 30% en peso en otra serie de CSTR de 95 a 105°C y a presión atmosférica para las reacciones simultáneas de lixiviación de saprolita y precipitación del hierro como goethita. El tiempo de retención de la lixiviación de saprolita y de la precipitación del hierro como goethita fue de 11 horas. No hubo rocío de SO_2 en esta sección. El peso total de la lechada de saprolita utilizada fue de 2052 kilogramos. Por lo tanto, las proporciones en peso de ácido sulfúrico/limonita, saprolita/limonita y ácido sulfúrico/ (limonita+saprolita) fueron de 1.35, 0.81 y 0.75 respectivamente. El lixiviado contenía 5 g/L de H_2SO_4 , 5.1 g/L de Ni, 6.4 g/L de Fe, 16.4 g/L de Mg y 0.19 g/L de Co. La lechada de lixiviación se neutralizó consecutivamente a 95° a 105°C y a presión atmosférica hasta pH 1.5 – 2.0 o la

acidez de 5 – 10 g/L de H_2SO_4 con lechada de piedra caliza al 20% en peso. El tiempo de retención fue de 2 a 3 horas. El peso total de la lechada de piedra caliza fue de 1248 Kg. El lixiviado final contenía 5 g/L de H_2SO_4 , 5.1 g/L de Ni, 6.4 g/L de Fe, que incluía 0.2 g/L de Fe^{+2} , 16.4 g/L de Mg y 0.19 g/L de Co. La Tabla 12 ilustra la alimentación y la composición del residuo y las extracciones de lixiviación.

Tabla 12. Resultados del Ejemplo 11

	Ni	Fe	Mg	Co	Na
Limonita, % en peso	1.54	42.7	1.49	0.117	0.06
Saprolita, % en peso	3.12	10.95	13.35	0.039	0.02
Residuo, % en peso	0.35	22.02	1.58	0.006	0.05
Extracción total, %	81.5	9.3	72.7	91.6	

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 es un diagrama de circulación de materiales que muestra secuencialmente la introducción de lechada de mineral de limonita y lechada de mineral de saprolita, que permite la eliminación de aproximadamente el 70% del hierro solubilizado como goethita sólida, durante la lixiviación de saprolita y la mayoría del remanente mediante la neutralización con piedra caliza u otro álcali adecuado.

La Figura 2 muestra un diagrama de circulación de materiales en el cual, a continuación de la lixiviación simultánea de saprolita y la precipitación de la mayoría del hierro como goethita, el remanente del hierro se precipita como jarosita mediante la adición del ión formador de jarosita, por ejemplo mediante la adición de cloruro de sodio. La saprolita adicional se puede lixiviar durante esta etapa.

La figura 3 muestra un diagrama de circulación de materiales en el cual, a continuación de la lixiviación simultánea de saprolita y la precipitación de la mayoría del hierro como goethita, el remanente de hierro se reduce al estado ferroso mediante la adición de dióxido de azufre u otro reductor adecuado. De nuevo, la saprolita adicional se puede lixiviar durante esta etapa.

La figura 4 muestra los patrones de XRD para los residuos de lixiviación del Ejemplo Comparativo 1 y los Ejemplos 2 a 4. El patrón para el Ejemplo Comparativo 1, está en la parte superior de la figura y patrón del Ejemplo 4 se encuentra en la base.

La presencia de picos para goethita y la ausencia de picos para jarosita son evidentes en los patrones 2, 3 y 4.

La descripción anterior de la invención es ilustrativa de las realizaciones preferidas de la invención. Las variaciones sin desviarse de la esencia o el ámbito de la invención descrita aquí, son consideradas para formar parte de la invención.

34

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de lixiviación atmosférica en la recuperación de níquel y cobalto de minerales lateríticos, dicho proceso incluye las etapas de:

- a) separar el mineral laterítico en una fracción de mineral que contiene bajo magnesio, y una fracción de mineral que contiene alto magnesio mediante el mineraje selectivo o clasificación post mineraje;
- b) la lechada separadamente de las fracciones separadas de mineral;
- c) la lixiviación de la fracción de mineral que contiene bajo magnesio con ácido sulfúrico concentrado como una etapa de lixiviación primaria; y,
- d) introducir la lechada de mineral que contiene alto magnesio a continuación de la finalización sustancial de la etapa de lixiviación primaria y la precipitación del hierro como goethita u otra forma de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene bajo sulfato, donde el ácido sulfúrico liberado durante la precipitación del hierro, es utilizado para la lixiviación de la fracción de mineral con alto magnesio como una etapa de lixiviación secundaria.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el hierro es precipitado como goethita.

3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la fracción de mineral que contiene bajo magnesio, incluye mineral de limonita que contiene menos de aproximadamente 6% en peso de magnesio.

22

4. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la fracción de mineral que contiene alto magnesio, incluye mineral de saprolita que posee más de aproximadamente 8% en peso de magnesio.

5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 3, en donde la fracción de mineral que contiene bajo magnesio, también incluye mineral de esmectita o nontronita con contenido de nivel medio de magnesio.



10

6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en donde la fracción de mineral que contiene alto magnesio, también incluye mineral de esmectita o nontronita con contenido de nivel medio de magnesio

15

7. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde las fracciones separadas de mineral son en lechada en agua libre de sodio, metal alcalino y amonio, en concentración de sólidos mayor que aproximadamente 20% en peso.



20

8. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la etapa de lixiviación primaria es llevada a cabo en un primer reactor a una temperatura de hasta 105°C o el punto de ebullición de los reactivos de lixiviación a presión atmosférica.

25

9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el ácido sulfúrico es preferiblemente en una concentración de desde 100 a 140% de las proporciones estequiométricas.

10. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la lechada de mineral con contenido alto de magnesio es introducido en un segundo reactor para finalizar la etapa de lixiviación secundaria a una temperatura de hasta 105°C o el punto de ebullición de los reactivos de lixiviación a presión atmosférica.

5

11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10, en donde la goethita, hematina o yeso que contiene semillas, son adicionadas al segundo reactor inmediatamente después de la introducción del mineral que contiene alto magnesio, para iniciar o ayudar la precipitación del hierro.



10

12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 11, en donde la dosis de semillas es adicionada en una cantidad de hasta 20% en peso del peso total del mineral que contiene bajo magnesio y del mineral que contiene alto magnesio.

15

13. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el potencial de reducción-oxidación durante la etapa de lixiviación primaria, se controla entre 800 mV y 1000 mV (SHE).



20

14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en donde el potencial de reducción-oxidación en la etapa de lixiviación primaria es aproximadamente de 835 mV (SHE).

25

15. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13 ó 14, en donde el potencial de reducción-oxidación se controla mediante la inyección de dióxido de azufre o metabisulfito libre de sodio o sulfito en la lechada.

16. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, en donde el potencial de reducción-oxidación en la etapa de lixiviación secundaria es entre 700 y 900 mV (SHE).

5 17. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la proporción seca del mineral de alto magnesio y el mineral de bajo magnesio es desde aproximadamente 0.5 a 1.3.

10 18. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que incluye la etapa adicional de neutralización de la solución de lixiviación después de la etapa de lixiviación secundaria, mediante la adición de un lechada de piedra caliza para completar la precipitación del hierro como goethita.

15 19. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 18, en donde el punto final de la neutralización es para incrementar a pH de 1.5 a 3.0 así medido a temperatura ambiente.

20 20. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que incluye la etapa adicional de precipitación del hierro remanente después de la etapa de lixiviación secundaria mediante la adición de un ión formador de jarosita.

21. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 20, en donde el ión formador de jarosita es el ión sodio, potasio o amonio.

22. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, que incluye la etapa adicional de reducción del hierro remanente después de la etapa de lixiviación secundaria, al estado ferroso mediante la adición de un reductor adecuado.

5 23. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 22, en donde el reductor es dióxido de azufre.

10 24. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el níquel y el cobalto son recuperados a modo de precipitación de sulfuro, mediante el uso de sulfuro de hidrógeno u otra fuente de sulfuro, precipitación del hidróxido mezclado, intercambio iónico o extracción líquido-líquido.

RESUMEN

Un proceso de lixiviación atmosférico en la recuperación de níquel y cobalto de minerales lateríticos, dicho proceso incluye las etapas de: a) separar el mineral laterítico en una fracción de mineral que contiene bajo magnesio, y una fracción de mineral que contiene alto magnesio mediante el mineraje selectivo o clasificación post mineraje; b) la lechada separadamente de las fracciones separadas de mineral; c) la lixiviación de la fracción de mineral que contiene bajo magnesio con ácido sulfúrico concentrado como una etapa de lixiviación primaria; y, d) introducir la lechada de mineral que contiene alto magnesio a continuación de la finalización sustancial de la etapa de lixiviación primaria y la precipitación del hierro como goethita u otra forma de óxido de hierro o hidróxido de hierro que contiene bajo sulfato, donde el ácido sulfúrico liberado durante la precipitación del hierro, es utilizado para la lixiviación de la fracción de mineral con alto magnesio como una etapa de lixiviación secundaria.

1/4

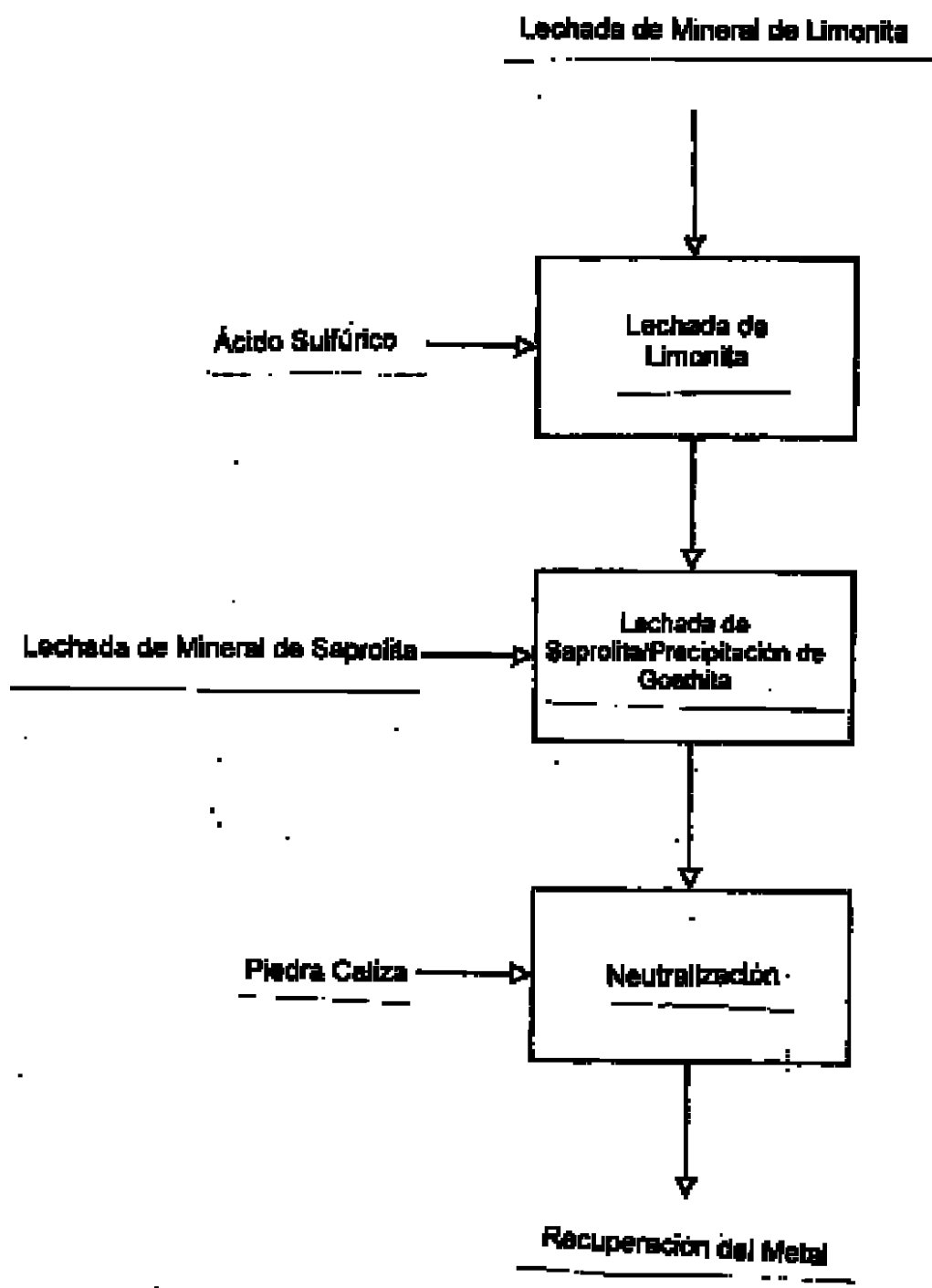


FIG 1

2/4

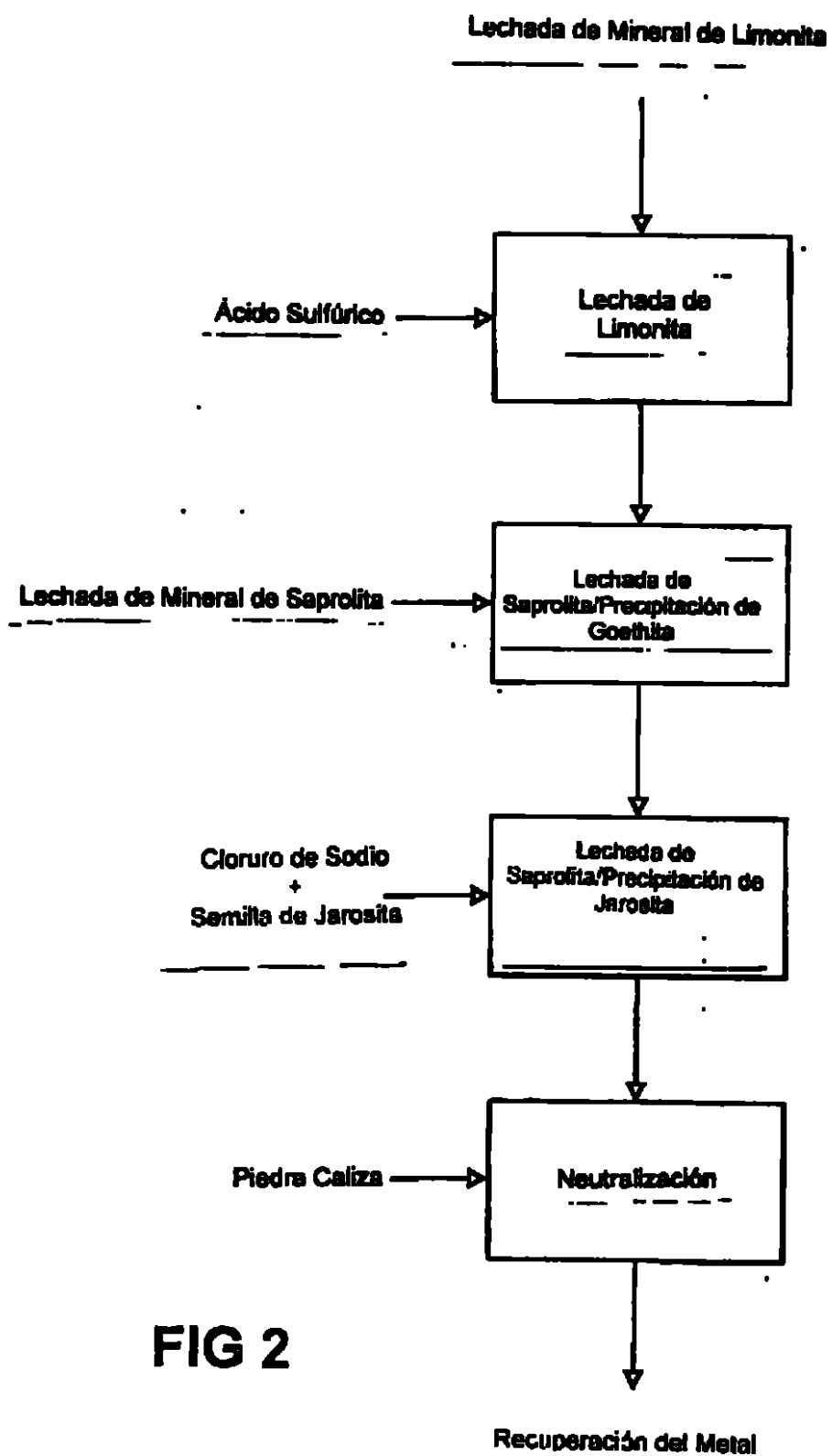


FIG 2

40

3/4

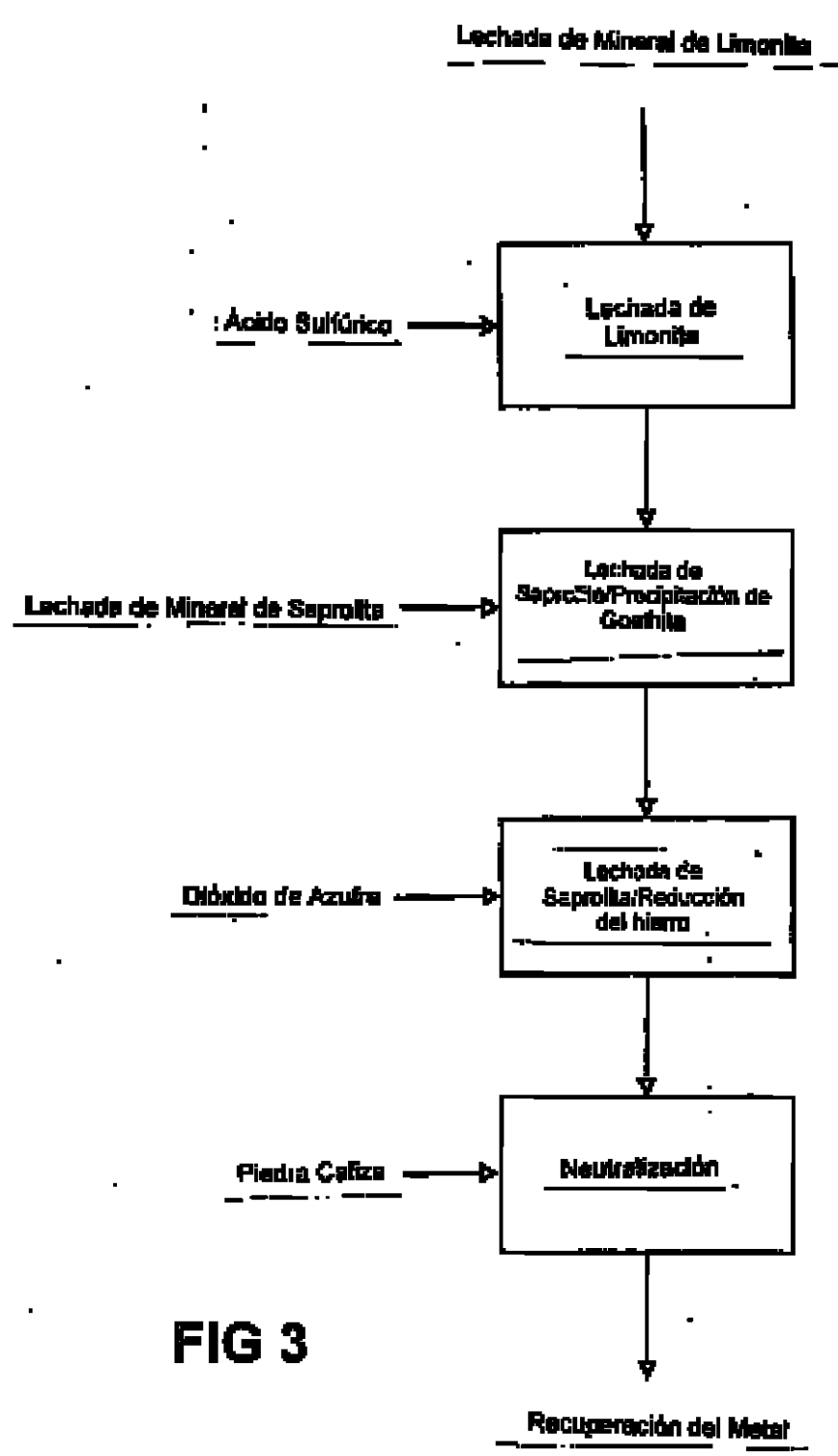


FIG 3

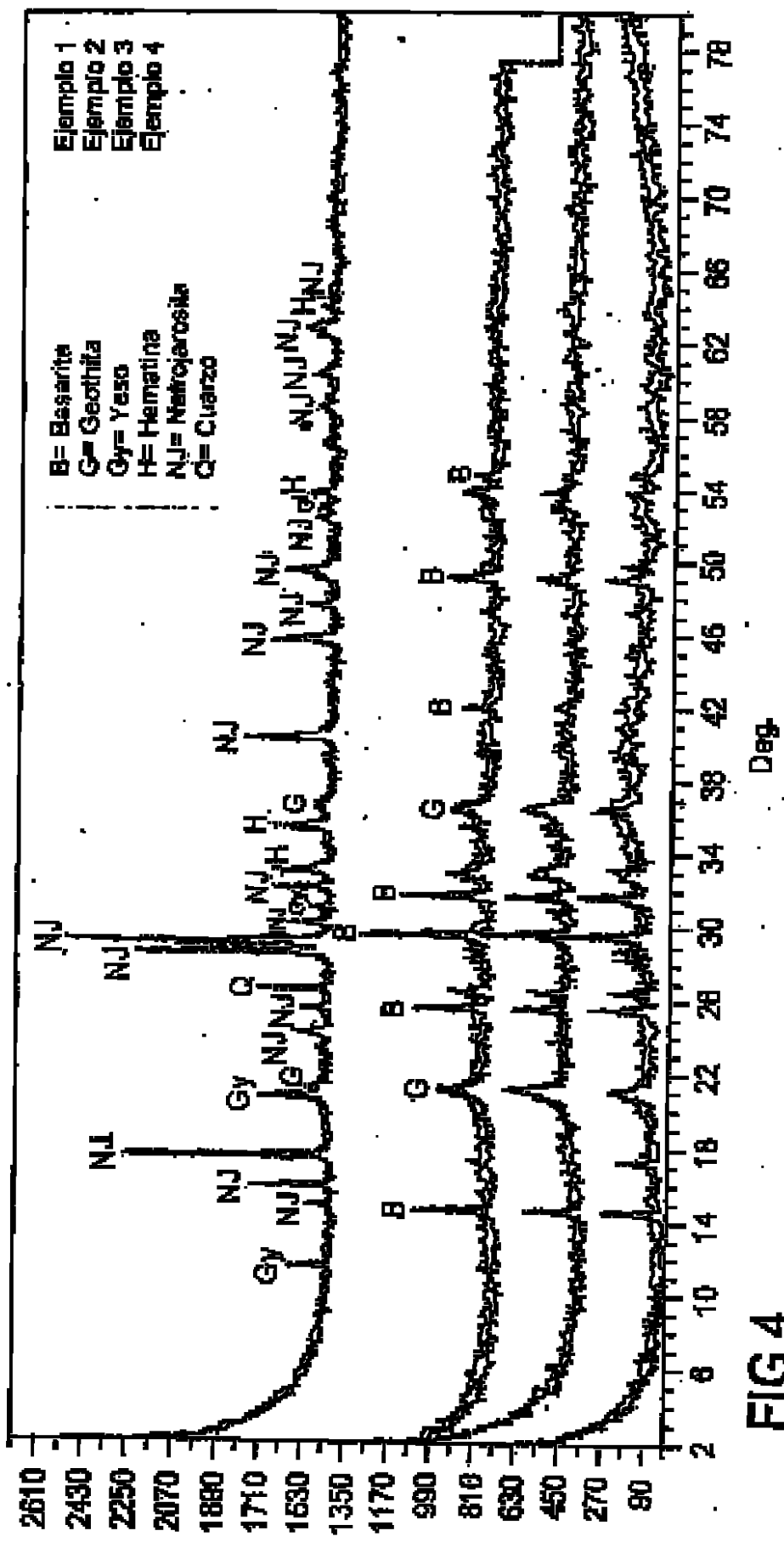


FIG 4

25

75

PATENT COOPERATION TREATY
PCT
INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT
(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 690291	FOR FURTHER ACTION	See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416).
International Application No. PCT/AU03/00309	International Filing Date (day/month/year) 14 March 2003	Priority Date (day/month/year) 29 April 2002
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC Int. Cl. C22B 23/00, 3/08		
Applicant QMI TECHNOLOGY PTY LTD et al		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36. 2. This REPORT consists of a total of 3 sheets, including this cover sheet. ☐ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT). These annexes consist of a total of sheet(s).	
3. This report contains indications relating to the following items: I ☒ Basis of the report II ☐ Priority III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability IV ☐ Lack of unity of invention V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability, citations and explanations supporting such statement VI ☐ Certain documents cited VII ☐ Certain defects in the international application VIII ☐ Certain observations on the international application	

Date of submission of the demand 12 September 2003	Date of completion of the report 7 October 2003
Name and mailing address of the IPEA/AU AUSTRALIAN PATENT OFFICE PO BOX 880, WODEN ACT 2606, AUSTRALIA E-mail address: pct@ipaustralia.gov.au Facsimile No. (62) 6285 1929	Authorized Officer MATTHEW FRANCIS Telephone No. (02) 6283 2424

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☒ the international application as originally filed.
- ☐ the description, pages , as originally filed,
pages , filed with the demand,
pages , received on with the letter of
- ☐ the claims, pages , as originally filed,
pages , as amended (together with any statement) under Article 19,
pages , filed with the demand,
pages , received on with the letter of
- ☐ the drawings, pages , as originally filed,
pages , filed with the demand,
pages , received on with the letter of
- ☐ the sequence listing part of the description:
pages , as originally filed
pages , filed with the demand
pages , received on with the letter of

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rules 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages
- ☐ the claims, Nos.
- ☐ the drawings, sheets/fig.

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rules 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims 1-24	YES
	Claims	NO
Inventive step (IS)	Claims 1-24	YES
	Claims	NO
Industrial applicability (IA)	Claims 1-24	YES
	Claims	NO

2. Citations and explanations (Rule 70.7)

D1: WO 01/32944

D2: WO 01/32943

D3: US 4548794

NOVELTY (N), INVENTIVE STEP (IS):

Claims 1-24: All the documents cited in the ISR were category A only. Therefore the claimed invention is not disclosed in any of these patent documents and hence all the claims are novel. Further, the claimed invention is not obvious in the light of any of the cited documents nor disclosed in any obvious combination, nor would the claimed invention be obvious to a person skilled in the art in the light of common general knowledge by itself or in combination with any of these documents. Hence the claims are considered inventive.

TRATADO DE COOPERACION DE PATENTES

PCT

INFORME DEL EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

(Artículo 36 y Regla 70 del PCT)

Archivo de referencia del solicitante o del agente 690291	PARA ACCION POSTERIOR Ver Notificación de Transmisión del Informe del Examen Preliminar Internacional (Formoín PCT/1PEA416)	
Solicitud internacional No. PCT/AU03/00309	Fecha de presentación internacional (día/mes/año) 14 de Marzo de 2003 (14.03.2003)	Fecha de prioridad (día/mes/año) 29 de Abril de 2002 (29.04.2002)
Clasificación Internacional de Patente (CIP) o Clasificación Nacional y CIP C22B 23/04, 3/48		
Solicitante: QMI TECHNOLOGY PTY LTD.		
1 Este informe de examen preliminar internacional ha sido preparado por esta Autoridad Examinadora Preliminar Internacional y se transmite al solicitante de acuerdo con el Artículo 36. 2 Este INFORME consiste en un total de <u>3</u> hojas, incluyendo este capítulo. ☐ Este informe también se acompaña de los ANEXOS, esto es, hojas de descripción, reivindicaciones y/o dibujos que han sido modificados y son la base de este informe y/o hojas que contienen rectificaciones hechas ante esta Autoridad (ver Regla 70.16 y Sección 607 de las Instrucciones Administrativas según el PCT) Estos anexos consisten en un total de _____ hojas.		
3 Este informe contiene indicaciones relacionadas con los siguientes ítems: I ☒ Base del informe II ☐ Prioridad III ☐ No establecimiento de opinión con respecto a la novedad, nivel inventivo y aplicación industrial IV ☐ Carencia de unidad de la invención V ☒ Declaración razonada según artículo 36(2) con relación a la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial; citas y explicaciones que apoyan tal declaración VI ☐ Ciertos documentos citados VII ☐ Ciertos defectos en la solicitud internacional VIII ☐ Ciertas observaciones sobre la solicitud internacional		
Fecha de presentación de la solicitud de examen 12 de Septiembre de 2003 (12.09.2003)	Fecha de completamiento de este informe 7 de Octubre de 2003 (07.10.2003)	
Nombre y dirección de correo del IPEA/AU OFICINA DE PATENTES AUSTRALIANA P.O.BOX 200, Wotton Act 2506, AUSTRALIA Dirección de e-mail: pcd@ipaustroffia.gov.au	Funcionario autorizado MATHEW FRANCIS Teléfono No. (02) 6283 2424	
Fax No. (02) 6286 3929		

INFORME DE EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

Solicitud Internacional No.
PCT/AU03/00309

I. Base del Informe

1 Con relación a los elementos de la solicitud internacional:

- ☒ la solicitud internacional como se presentó originalmente
- ☐ la descripción:
 páginas _____ como se presentaron originalmente
 páginas _____ presentadas con la demanda
 páginas _____ presentadas con la carta de _____
- ☐ las reivindicaciones:
 páginas _____ como se presentaron originalmente
 páginas _____, modificadas (junto con cualquier declaración bajo el Artículo 19)
 páginas _____ presentadas con la demanda
 páginas _____ presentadas con la carta de _____
- ☐ los dibujos:
 páginas _____ como se presentaron originalmente
 páginas _____ presentadas con la demanda
 páginas _____ presentadas con la carta de _____
- ☐ la secuencia de la lista de partes de la descripción:
 páginas _____ como se presentaron originalmente
 páginas _____ presentadas con la demanda
 páginas _____ presentadas con la carta de _____

2 Con relación al idioma, todos los elementos antes marcados se pusieron a disposición y se suministraron a esta autoridad en el idioma en el que se presentó la solicitud internacional, a menos que se indique de otra forma en este punto.

Estos elementos se pusieron a disposición o se suministraron a esta autoridad en el siguiente idioma _____ el cual es:

- ☐ el idioma de una traducción suministrada para fines de investigación internacional (según la Regla 23.1(b)).
- ☐ el idioma de publicación de la solicitud internacional (bajo la Regla 48.3(b)).
- ☐ el idioma de la traducción suministrada para fines de examen preliminar internacional (bajo la Regla 55.2 y/o 55.3)

3 Con relación a cualquier nucleótido y/o secuencia amino ácida revelada en la solicitud internacional, el examen preliminar internacional se llevó a cabo con base en la lista de secuencia:

- ☐ contenida en la solicitud internacional en forma escrita
- ☐ presentado junto con la solicitud internacional en forma lábil en computador
- ☐ suministrado con posterioridad a esta autoridad en forma escrita
- ☐ suministrado luego a esta autoridad en forma lábil en computador
- ☐ la declaración que el listado de secuencia escrito suministrado posteriormente no va más allá de lo revelado en la solicitud internacional tal como fue presentada
- ☐ la declaración que la información grabada en forma lábil en computador es idéntica a la lista de secuencia escrita que ha sido suministrada

4 Las modificaciones han dado como resultado la cancelación de:

- ☐ la descripción, páginas _____
- ☐ las reivindicaciones, Nos. _____
- ☐ los dibujos, hojas/fig. _____

5 Este informe ha sido establecido como el (parte de) las modificaciones no han sido hechas, ya que se consideraron que han ido más allá de lo revelado que fue presentado, como se indica en la casilla suplementaria (Regla 70.2 (c))."

* Las hojas de reemplazo que se han suministrado a la Oficina de Recepción en respuesta a una invitación según el artículo 14 se denominan en este informe como "presentadas originalmente" y no se anexan a este informe ya que ellas no contienen reformas (Regla 70.16 y 70.17)

** Cualquier hoja de reemplazo que contenga tales modificaciones deben citarse en el doc 1 y anexarse a este informe

INFORME DE EXAMEN PRELIMINAR INTERNACIONAL

Solicitud Internacional No.
PCT/AU03/00309

V. Declaración razonada bajo el artículo 35(2) con relación a la novedad, nivel inventivo o aplicación industrial:
citas y explicaciones que apoyan tal declaración.

1 Declaración

Novedad (N)	Reivindicaciones	1-24	Si
	Reivindicaciones		No
Nivel inventivo (IS)	Reivindicaciones	1-24	Si
	Reivindicaciones		No
Aplicación industrial (IA)	Reivindicaciones	1-24	Si
	Reivindicaciones		No

2 Citaciones y explicaciones

01: WO 01/32944

02: WO 01/32843

03: US 4548794

NOVEDAD (N), NIVEL INVENTIVO (NI):

Reivindicaciones 1-24: Todos los documentos citados en el informe de búsqueda internacional fueron solamente de categoría A. Por lo tanto, la invención reclamada no se revela en ninguno de estos documentos de patentes y por consiguiente todas las reivindicaciones son novedosas. Además, la invención reclamada, en vista de los documentos citados, no es obvia ni tampoco se revela en ninguna combinación obvia, ni hubiese sido obvia para una persona del arte, a la luz de sus conocimientos generales ni en combinación con cualquiera de estos documentos. Por consiguiente, las reivindicaciones se consideran inventivas.

82

SUPERINDUSTRIA Y COMERCIO(COPIA)
Ejecuciones : 0434601 20000900 Faltas: 31
Fecha (IMP): 2004-10-29 14:32:47
Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FAME NUCI 411 PRESENTAC
Dependencia: 0420 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
Radica: 011 PCT-PATENT 379 FAME NUCI 411 PRESENTAC
Fecha (IMP): 2004-10-29 14:32:47
Trámite : 011 PCT-PATENT 379 FAME NUCI 411 PRESENTAC
Dependencia: 0420 DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRAMITE

	USUARIO	RADICADOR
PATENTE DE INVENCION ✓	()	()
Indicación de que se solicita la concesión de una patente.	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que se presenta la solicitud.	()	()
Descripción de la invención.	()	()
Dibujos de sus partes pertinentes.	()	()
Comprobante de pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ✓	INCOMPLETA ()	()
DISEÑO INDUSTRIAL ()		
Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud.	()	()
Representación gráfica o fotográfica del Diseño Industrial o muestra del Material que incorpora el diseño.	()	()
Comprobante de pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()
ESQUEMA DE TRAZADO ()		
Indicación de que solicita el registro de un Esquema de trazado.	()	()
Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud.	()	()
Representación gráfica del esquema de trazado.	()	()
Comprobante de pago de las tasas establecidas.	()	()
COMPLETA ()	INCOMPLETA ()	()

Firma Responsable:

Fecha:



2020
Bogotá D C

Doctor(a)
MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO
Apoderado(a)
QNI TECHNOLOGY PTY LTD.

Oficio N° 10895

ASUNTO:

Radicación N°	04-108608
Solicitud internacional	PCTAU03/00309
Fecha inicio fase nacional	29/11/2004
Trámite	011
Evento	379
Actuación	430
Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se le comunica que:

- La solicitud no contiene copia del documento en que consta la cesión del derecho de patente del inventor al solicitante o a su causante (Art. 26-k Decisión 486).
- La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de requisitos exigidos por los artículos 63 y subsecuentes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando éste fuere una persona jurídica.

En cumplimiento de lo dispuesto por el artículo 39 de la Decisión 486, se le requiere para que dentro del término de dos meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.

ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones.

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha,
26 NOV. 2004

202044

Superintendencia de Industria y Comercio
Circunvalación 2 4245-40 Fax: 3 502 220
Sede UN: La 403 N. 85-90 112 295 al 69
Fax: 3 505 2391 E-mail: info@siycc.gov.co
Web: www.siycc.gov.co
Bogotá D.C. - Colombia