

As. 122.182

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-171900-00007-0000

Fecha: 2014-10-03 15:39:03
Tra. 11 PATENTEIYII
Act. 523 RESPUESTA

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 378 FASENACIONALI
Folios: 20

Señor

**DIRECTOR DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO**

JY

E.

S.

D.

REF: Expediente No. 12 171.900– solicitud de patente de invención a favor de **INTEVEP, S.A.** Título **MÉTODO PARA LA RECUPERACIÓN DE METALES A PARTIR DE RESIDUOS DE LA REFINERÍA.**

RESPUESTA A EXAMEN DE FONDO

JUAN PABLO CADENA SARMIENTO, portador de la tarjeta profesional No. 57.492 del C.S.J., obrando como apoderado de la sociedad solicitante me permito dar respuesta al oficio número 6239 relacionado con la patentabilidad de la presente invención y notificado por fijación en lista el 27 de Mayo de 2014.

Atendiendo a las objeciones manifestadas por su Despacho, nos permitimos remitir un nuevo pliego reivindicatorio compuesto por veinticuatro (24) reivindicaciones, las cuales encuentran total sustento en el capítulo descriptivo y no exceden en ningún momento el alcance de la invención inicialmente divulgada. Adjuntamos también el recibo correspondiente a la tasa de estudio de 14 reivindicaciones adicionales.

Claridad

Frente a la objeción respecto al título de la solicitud, el cual, según las consideraciones del señor examinador, no es consistente con la descripción porque la recuperación de metales se hace a partir de catalizadores no soportados agotados y no de cualquier residuo de la refinería; nos permitimos señalar que teniendo en cuenta el área técnica de la solicitud, resulta más apropiado incluir en el título *“residuos de la refinería”* que *“residuos de catalizadores no soportados agotados”*, ya que los catalizadores no soportados se usan en diferentes tipos de industrias, no solo la petroquímica, y por lo tanto se estaría indicando equivocadamente que la solicitud se refiere a la recuperación de cualquier tipo de catalizadores no soportados agotados, usados en cualquier tipo de proceso.

Adicionalmente, los metales se recuperan a partir de residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados. La hidroconversión es una operación específica de una refinería y por lo tanto el título es consistente con la descripción.

De acuerdo con lo anterior, consideramos que el título de la solicitud es apropiado y corresponde con el objeto de la solicitud, por lo tanto no se hacen correcciones sobre este.

- La reivindicación 1 fue objetada porque muestra la secuencia de etapas técnicas sin reivindicar condiciones técnicas.

Consideramos que la reivindicación 1 divulga no solo las etapas técnicas que definen el método, sino también las condiciones técnicas que permiten dar solución al problema técnico objetivo.

Con el objetivo de evidenciar este argumento, nos permitimos presentar la reivindicación 1, en donde las condiciones técnicas se encuentran subrayadas.

Un método para recuperar vanadio, níquel y molibdeno a partir de residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados, que comprende la pirolisis y combustión de los residuos a temperaturas de hasta 900°C para producir una ceniza, formar una suspensión acuosa a partir de la ceniza y extraer de la suspensión compuestos de vanadio, níquel y molibdeno.

Una condición técnica es una circunstancia necesaria e indispensable para que el método o proceso técnico se pueda llevar a cabo. De acuerdo con esto, la reivindicación 1 define claramente que,

- i. La materia prima que se alimenta a la primera etapa técnica del método, es decir a la pirolisis, corresponde específicamente a residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados.

Así, el problema técnico objetivo, o el resultado al cual se encamina el método, requiere que la materia prima que se alimenta al proceso sea una corriente de residuos del refinamiento de crudos pesados mediante hidroconversión con catalizadores no soportados, y no una corriente de ningún otro tipo de residuos.

- ii. Dicha pirolisis y combustión se debe hacer exclusivamente a temperaturas inferiores a los 900°C; ya que como se menciona en la descripción, si dicha etapa se realiza a temperaturas que superan los 900°C, el vanadio, níquel y molibdeno se subliman haciendo imposible la recuperación de tales metales. Por lo tanto, es indispensable para dar solución al problema técnico, que la etapa de combustión y pirolisis del método de la reivindicación 1 se realice a temperaturas que no superen los 900°C, de forma que esto también constituye una condición técnica.

- iii. Adicionalmente, una de las ventajas de la invención es que no requiere el uso de solventes orgánicos en el proceso de recuperación de metales. Por consiguiente, especificar que la suspensión que se forma es acuosa, es proporcionar una condición técnica al método reivindicado.

De acuerdo con lo anterior, es evidente que la reivindicación 1, además de reivindicar las etapas técnicas que definen el proceso, también reivindica aquellas condiciones técnicas que son necesarias e indispensables para poder dar solución al problema técnico objetivo. Solicitamos entonces, amablemente, el retiro de tal objeción.

- La expresión *“convertir la ceniza en una suspensión acuosa”* identificada en la reivindicación 1, fue objetada debido a que una ceniza no se puede convertir en una solución acuosa.

Frente a esta objeción, nos acogemos a la sugerencia del señor examinador y reemplazamos la expresión *“convertir la ceniza en una suspensión acuosa”* por *“formar una suspensión acuosa a partir de la ceniza”*.

Consideramos que la expresión es clara, ya que no se está indicando que la ceniza se convierte en una solución, sino que una solución se forma a partir de la ceniza.

En cuanto a la adición de una solución acuosa para formar la suspensión acuosa, consideramos que es parte del conocimiento de la persona normalmente versada en la materia que para formar una suspensión acuosa a partir de un sólido no soluble, es indudablemente necesario que se adicione una cierta cantidad de una solución acuosa.

- Los términos *“una suspensión acuosa”*, *“compuesto de...”*, *“un disolvente acuoso”*, *“un oxidante”*, *“condiciones de lixiviación”*, *“se ajusta el pH”*, *“un agente oxidante”* y *“condiciones de disolución”*, identificados en las reivindicaciones 1, 5, 9, 12 y 20, fueron objetados por ser generales.

Estos términos, leídos en el contexto del pliego reivindicatorio, y no de forma aislada, son claros para la persona versada en la materia, a la vez que definen con precisión el alcance de la invención.

Por ejemplo, el término “*suspensión acuosa*” no se divulga de forma aislada, sino que la reivindicación 1 especifica que la fase dispersa corresponde a las cenizas obtenidas de la etapa de pirolisis y combustión. En cuanto, a la fase dispersante, al especificarse la palabra acuosa, es claro que el disolvente mayoritario es agua. Por lo tanto, la *suspensión acuosa* está claramente especificada.

De la misma forma, el término “*disolvente acuoso*”, especifica que la suspensión se forma dispersando las cenizas en un medio líquido en el cual el disolvente mayoritario es agua. Incluso si el disolvente tiene pequeñas cantidades de otras sustancias, se puede dar solución al problema técnico siempre y cuando el componente mayoritario de la mezcla de disolventes sea agua. Así, los términos *suspensión acuosa* y *disolvente acuoso* definen claramente el alcance de la invención.

En cuanto a los términos “*agente oxidante*”, “*condiciones de lixiviación*” y “*condiciones de disolución*”, nos permitimos señalar que a estos se les debe dar el significado que normalmente se les otorga en el área técnica de la solicitud.

Consideramos además que son claros para la persona normalmente versada en la materia y que el estado de la técnica divulga ampliamente como obtener un agente oxidante, condiciones de lixiviación y de disolución.

- El término “*superior a*” identificado en la reivindicación 2 fue objetado por considerarse impreciso.

Frente a esta objeción consideramos pertinente señalar que la reivindicación 2 es dependiente de la reivindicación 1, de modo que comprende todas las características técnicas de la última. Por lo tanto, si la reivindicación 1 divulga que la etapa de combustión se lleva a cabo a *temperaturas de hasta 900°C* y la reivindicación 2 especifica que la temperatura es *superior a 600°C*, la reivindicación 2 establece un rango concreto de temperatura de 600 a 900°C.

- Las reivindicaciones 3 y 4 fueron objetadas por no estar soportadas en las reivindicaciones de las cuales dependen.

Una reivindicación dependiente, incluye todos los aspectos de la reivindicación de la cual depende y aclara o adiciona características especiales.

Las reivindicaciones 3 y 4 adicionan características esenciales al método de recuperación de metales divulgado en la reivindicación 1 a la vez que se encuentran debidamente soportadas; ya que el preámbulo de la reivindicación independiente menciona *“un método para recuperar vanadio, níquel y molibdeno...”*; por su parte, la reivindicación 3 divulga, *“un método de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2 que comprende la recuperación de vanadio y molibdeno mediante precipitación con iones amonio”* de forma que la reivindicación 3 encuentra su debido sustento en la reivindicación 1.

En cuanto a la reivindicación 4, la cual divulga *“un método de acuerdo con la reivindicación 1, 2 ó 3, que comprende recuperar níquel en forma de hidróxido de níquel mediante lixiviación y precipitación adicionales con óxido de magnesio”*, esta también encuentra sustento en el preámbulo de la reivindicación 1.

- La reivindicación 5 fue objetada por no tener conexión con la reivindicación 4.

Frente a esta objeción nos permitimos señalar que la reivindicación 4 a la vez depende de las reivindicaciones 1, 2 o 3 y que por lo tanto, incluye también las características técnicas de estas reivindicaciones.

La reivindicación 5 aclara y presenta características adicionales de las etapas técnicas de la reivindicación 1 que se refieren a *“formar una suspensión acuosa a partir de la ceniza”* y *“extraer de la suspensión compuestos de vanadio, níquel y molibdeno”*. De forma que sus etapas encuentran debido sustento en la materia divulgada en la reivindicación independiente 1.

- Las reivindicaciones 8, 11, 14, 19, 20 y 22 fueron objetadas por comprender expresiones sin sustento en las reivindicaciones de las cuales depende. Consideramos que las expresiones objetadas si tienen el sustento debido en las reivindicaciones de las cuales dependen, sin embargo, como estas reivindicaciones presentan múltiple dependencia, es necesario considerar las características técnicas divulgadas, en todas las reivindicaciones de las cuales depende.

Por ejemplo, la reivindicación 8 divulga *“el sobrenadante (rico en vanadio y molibdeno) se separa de los sólidos insolubles... se añade agua de lavado en una relación de 1:1 a la torta de filtración para separar de ella los metales atrapados”,* esta depende de la reivindicación 5 la cual divulga *“(c) hacer pasar el efluente de la etapa (b), que comprende líquido y sólidos insolubles a una zona de filtración de la que se recupera material sólido en forma de una torta de filtración;”*

Como es posible observar, la reivindicación 8 adiciona una característica esencial a una etapa del método de la reivindicación 5, y hace referencia explícita al sobrenadante de dicha etapa, de modo que la reivindicación 8 tiene su debido sustento en la reivindicación 5. A la vez, la reivindicación 8 depende de las reivindicaciones 6 y 7, las cuales también dependen de la 5, de forma que la reivindicación 8 tiene sustento en todas y cada una de las reivindicaciones de las cuales depende.

- En cuanto a las expresiones consideradas resultados a alcanzar o características funcionales, identificadas en las reivindicaciones 1, 5, 8, 11, 14, 15, 1-20 y 22-24, estas no afectan la claridad de las reivindicaciones en las cuales se incluyen. Por el contrario, estas expresiones soportan las características técnicas esenciales y explican la relación entre estas. De esta manera, consideramos que no deben ser remplazadas o eliminadas, ya que complementan adecuadamente las características técnicas que definen la invención.
- Por último, la redacción en las reivindicaciones 9 y 12 se corrigió con el objetivo de superar la objeción de claridad sobre estas.

Teniendo en cuenta los argumentos acá expresados, respetuosamente solicitamos sean consideradas las aclaraciones y modificaciones hechas en respuesta a las objeciones de claridad para la concesión del pliego reivindicatorio.

Novedad

El requisito de novedad de la presente invención fue afectado en vista de las enseñanzas de los documentos D1 *"Process for recovering molybdenum, vanadium, cobalt and nickel from roasted products of used catalysts from hydrotreatment desulfurization of petroleum"* y D2 *"Process for extracting values from spent hydrodesulfurization catalysts"*; frente a lo cual nos permitimos dar respuesta.

Como punto de partida, la reivindicación 1 se modificó de forma que ahora divulga,

Un método para recuperar vanadio, níquel y molibdeno a partir de residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados, que comprende la pirólisis y combustión de los residuos a temperaturas de hasta 900°C para producir una ceniza, formar una suspensión acuosa a partir de la ceniza y extraer de la suspensión compuestos de vanadio, níquel y molibdeno.

La principal modificación corresponde a que se especifica el tipo de residuo de la refinería de crudos pesados a partir del cual se recuperan los metales. Así, la reivindicación 1 es más limitada al divulgar que los metales se recuperan de *residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados*.

Esta modificación encuentra debido sustento en el párrafo [0018] de la solicitud en inglés,

El problema técnico objetivo de la actual solicitud es recuperar tanto los metales catalíticos, molibdeno y níquel, como los metales no catalíticos depositados, como son el vanadio y níquel; a partir de los residuos de la hidroconversión de crudos pesados, mediante catalizadores no soportados.

Es decir, tal y como define la reivindicación 1, el método de la presente invención permite recuperar los metales directamente del residuo de la hidroconversión; de forma que la corriente de alimentación del proceso reivindicado, corresponde a la corriente de producto obtenida de las unidades de procesamiento de crudo.

Por el contrario, los documento D1 y D2, divulgan un proceso para la recuperación de metales, a partir de un proceso de calcinación oxidativa de los catalizadores y los soportes de catalizador, provenientes de la desulfuración por hidrotratamiento o hidrodesulfuración.

Frente a esto nos permitimos señalar que aunque las dos operaciones compartan el prefijo *hidro*, la hidroconversión en un proceso sustancialmente diferente al hidrotratamiento o hidrodesulfuración.

Por su parte, la hidroconversión se refiere a la transformación de materiales hidrocarbonados pesados a productos de menor punto de ebullición, mediante la acción simultánea de hidrogenación y craqueo.

Por el contrario, el hidrotratamiento se refiere al proceso mediante el cual se logra la reducción del contenido de azufre, nitrógeno y aromáticos en los crudos, al tiempo que se mejora el índice de cetano, la densidad y el punto de humo.

Si en una refinería se realizan los procesos de hidroprocesamiento e hidrotratamiento, el hidrotratamiento se hace siempre en una etapa posterior al hidroprocesamiento. Es decir, la materia prima que se alimenta a cada operación, y la transformación objetivo de cada operación es diferente, y por lo tanto, el producto proveniente de cada operación tiene también propiedades completamente distintas.

Por ejemplo, la fracción de azufre, nitrógeno y aromáticos en una corriente proveniente de una unidad de hidrotratamiento, es mucho menor que en la proveniente de un equipo de hidroprocesamiento.

El contenido de coque también es mayor en una corriente de hidroprocesamiento; por lo tanto es mayor la cantidad de carbón residual que se debe eliminar hasta lograr un nivel aceptable de concentración de metales.

Las propiedades físicas, como la densidad y la viscosidad, de las corrientes de producto de las dos operaciones son también muy diferentes.

Así, un método que permite la recuperación de metales de un residuo proveniente del hidroprocesamiento de crudos, es en esencia muy diferente a uno que permite la recuperación de metales a partir de un proceso de calcinación oxidativa de los catalizadores de una etapa de hidrotratamiento o desulfuración.

Dado que el estado de la técnica no divulga un método para la recuperación de metales a partir del residuo de una operación de hidroprocesamiento, la presente invención tiene novedad.

Por otro lado, además de que la recuperación en la invención y en el estado de la técnica se hace sobre corrientes provenientes de operaciones diferentes, el tipo de catalizador que se busca recuperar tampoco es el mismo.

La reivindicación 1 específicamente divulga que los metales se recuperan a partir de hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados.

En contraste, los documentos D1 y D2 no divulgan la recuperación de metales de catalizadores no soportados. Es decir, se limitan a proporcionar un método para la recuperación de metales a partir de catalizadores soportados.

Con el objetivo de evidenciar lo anterior, nos permitimos citar referencias de los documentos D1 y D2 donde se especifica que la recuperación de los metales se hace sobre catalizadores soportados,

“Un proceso para la recuperación de molibdeno, vanadio, cobalto y níquel de productos obtenidos por torrefacción oxidativa...de catalizadores usados y del soporte del catalizador que contiene aluminio provenientes de la desulfuración por hidrotratamiento” (Reivindicación 6),

“El proceso de desulfuración conlleva el paso de hidrógeno a través del crudo a una temperatura y presión adecuada en la presencia de un catalizador sobre un sistema le lecho fluidizado... el catalizador es un material a base de aluminio que contiene cobalto y molibdeno como agentes activos” (Col. 1, líneas 63-34 y Col 2. Líneas 1-5)

Como es parte del conocimiento de la persona normalmente versada en la materia, los catalizadores no soportados son partículas que forman una emulsión con el medio reaccionante, logrando una distribución homogénea del catalizador en los reactivos. Por el contrario, los catalizadores soportados corresponden a catalizadores heterogéneos que actúan en una fase diferente a los reactivos. El término “soportados” también hace referencia a que el principio activo se encuentra disperso en un segundo material.

De acuerdo con lo anterior, recuperar metales de un catalizador que se encuentra homogéneamente distribuido, formando una emulsión con el crudo procesado; es un proceso esencialmente diferente a recuperar los metales de un catalizador que se encuentra soportado en otro material y en una fase diferente a la el material que está siendo tratado.

En este orden de ideas, el proceso a partir del cual se recupera el vanadio, níquel y molibdeno; y el tipo de material sobre el cual se recuperan, constituyen **condiciones técnicas** del método de la reivindicación, que le aportan novedad a la invención y permiten diferenciarlo del estado de la técnica,

En conclusión, la reivindicación 1 y por consiguiente sus reivindicaciones dependientes, cumplen con el requisito de novedad toda vez que el estado de la técnica no divulga todas las características técnicas esenciales de la invención.

Nivel Inventivo

Como se mencionó, el método de la reivindicación 1 permite recuperar metales de un catalizador no soportado a partir de una corriente de residuo proveniente del hidroprocesamiento de crudos pesados.

El método propuesto no resulta obvio ni se deriva de manera evidente del estado de la técnica, toda vez que los documentos citados no divulgan materia que hubiera sugerido a la persona normalmente versada en la materia a recuperar los metales a partir de una corriente de residuo que se obtiene directamente del hidroprocesamiento de crudos y no del hidrotratamiento o hidrodeshidrosulfuración de estos.

Más aún, el versado en la materia no estaría motivado a recuperar los metales de una corriente de residuo proveniente del hidroprocesamiento, ya que estas corrientes, a diferencia de una corriente de desulfuración por hidrotratamiento tiene una mayor cantidad de coque, y por lo tanto una mayor cantidad de carbón residual que se debe eliminar hasta lograr un nivel aceptable de concentración de metales.

No es pertinente citar las ventajas asociadas a recuperar los metales en una corriente de residuo proveniente del hidroprocesamiento de crudos, sobre recuperarlos a partir de un catalizador soportado usado en el hidrotratamiento; ya que se estaría refiriendo a problemas técnicos diferentes.

Incluso, si tanto el método de la invención, como los métodos divulgados en el estado de la técnica, corresponden a procedimientos para recuperar vanadio, níquel y molibdeno en una refinería, la invención concierne una etapa totalmente diferente a la de los documentos D1 y D2.

Por ejemplo, en una refinería se tienen muchas operaciones de destilación, pero cada una con un propósito diferente, inciden sobre materia con propiedades diferentes y por lo tanto, sus corrientes de producto también son muy diferentes. Sin embargo, no se puede decir que un proceso que involucra una destilación es lo mismo, o se deriva de forma obvia, a partir de otros procesos de destilación.

Consideramos que el señor Examinador debe tener en cuenta que al cambiarse el tipo de proceso a partir del cual se realiza la recuperación de metales, la invención le da solución a un problema técnico objetivo diferente al propuesto en el estado de la técnica.

Por otro lado, y como se mencionó, la recuperación en el método de la etapa 1 se hace a partir de un catalizador no soportado, mientras que en los documentos D1 y D2, los metales se recuperan de un catalizador heterogéneo o catalizador soportado. El estado de la técnica no divulga ni sugiere que un método compuesto por la pirolisis y combustión de residuos, seguido por suspensión y extracción, pueda aplicarse a catalizadores no soportados, toda vez que los documentos citados divulgan explícitamente que la recuperación se hace sobre catalizadores soportados que comprenden aluminio.

De esta forma, el método de la reivindicación 1 permite recuperar los metales de una etapa diferente a la de los documentos D1 y D2, por lo tanto, el problema técnico objetivo que se soluciona mediante la invención todavía estaba sin resolver en el estado de la técnica, lo cual es un fuerte indicio de nivel inventivo.

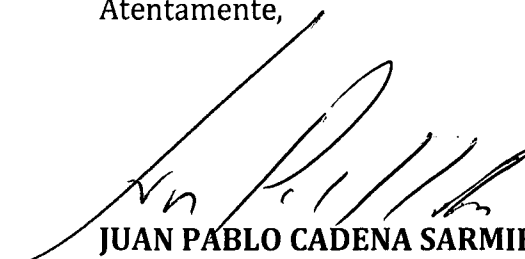
En conclusión, dado que todas las características técnicas de la reivindicación 1 no se divulgan ni se sugieren en el estado de la técnica, ni tampoco se hubieran podido derivar de manera evidente de las enseñanzas de los documentos citados, al mismo tiempo que permiten dar solución a un problema técnico sin resolver, la reivindicación 1 así como sus reivindicaciones dependientes, cumplen a cabalidad con el requisito de nivel inventivo.

En vista de lo anteriormente expuesto, respetuosamente solicitamos el retiro de las objeciones de la presente solicitud y la concesión del privilegio solicitado, ya que en opinión del solicitante cumple con todos los requisitos establecidos en la Decisión 486.

Anexos

Nuevo pliego reivindicatorio.

Atentamente,



JUAN PABLO CADENA SARMIENTO

T.P. No. 57.492 del C.S.J.

C.C. 80.410.337 de Usaquén

Calle 70 A No. 4 - 41

122182

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-

15



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 14 - 0045498

Bogotá D.C., Abril 29 de 2014 - 17:05:30

RECIBIDO DE : BRIGARD & CASTRO S.A.

NI 860.047.372

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	650548511	29/04/2014	42.380.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
14	50005-01-01 SOLICITUDES	1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 INIC	31.000.00	434.000.00
				\$434.000.00

SON: **CUATROCIENTOS TREINTA Y CUATRO MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-171900- -00007-0000

Fecha: 2014-10-03 15:39:03 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 523 RESPUESTA Folios: 20

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C. - Colombia

Web: www.slc.gov.co e-mail: info@slc.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

, Abril 29 de 2014 - 17:05:47

REIVINDICACIONES MODIFICADAS

- 1.- Un método para recuperar vanadio, níquel y molibdeno a partir de residuos de la hidroconversión de crudos pesados mediante catalizadores no soportados, que comprende la pirólisis y combustión de los residuos a temperaturas de hasta 900°C para producir una ceniza, formar una suspensión acuosa a partir de la ceniza y extraer de la suspensión compuestos de vanadio, níquel y molibdeno.
- 2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la etapa de combustión se lleva a cabo a una temperatura superior a 600°C.
- 3.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, que comprende la recuperación de vanadio y molibdeno mediante precipitación con iones amonio.
- 4.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, 2 ó 3, que comprende recuperar níquel en forma de hidróxido de níquel mediante lixiviación y precipitación adicionales con óxido de magnesio.
- 5.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4, que comprende:
 - (a) suspender dicha ceniza con agua y regenerar líquido procedente de la etapa (p);
 - (b) tratar dichas cenizas suspendidas con un disolvente acuoso y un oxidante en una zona de lixiviación en condiciones de lixiviación;
 - (c) hacer pasar el efluente de la etapa (b), que comprende líquido y sólidos insolubles a una zona de filtración de la que se recupera material sólido en forma de una torta de filtración;
 - (d) hacer pasar el sobrenadante de la etapa (c), que comprende una fase acuosa y una fase orgánica, a una zona de mezclador-sedimentador, en donde el sobrenadante se ajusta en el pH y precipita metavanadato de amonio;
 - (e) hacer pasar el efluente de la etapa (d) a una zona de filtración para la separación de sólido de metavanadato de amonio;

(f) hacer pasar el sobrenadante de la etapa (e) a una zona de mezclador-sedimentador, en donde el sobrenadante se ajusta en el pH y heptamolibdato de amonio tetrahidrato precipitado;

(g) hacer pasar el efluente de la etapa (f) a una zona de filtración para la separación de sólido de heptamolibdato de amonio tetrahidrato;

(h) hacer pasar el sobrenadante de la etapa (g) al sistema de tratamiento del efluente para la separación de trazas de metales y amonio (todas las cuales son hechas recircular a la etapa (p)) antes de la eliminación a través de la descarga de efluente de la refinería;

(i) suspender la torta de filtración de la etapa (c) con agua;

(j) tratar dichos sólidos insolubles suspendidos de la etapa (i) con un agente oxidante en una zona de lixiviación en condiciones de lixiviación;

(k) hacer pasar el efluente de la etapa (j) a una zona de filtración para la separación de contaminantes de coque sólidos;

(l) hacer pasar el sobrenadante de la etapa (k) a una zona de mezclador-sedimentador, en donde la disolución se neutraliza y precipita hidróxido de níquel;

(m) hacer pasar el efluente de la etapa (l) a una zona de filtración para la separación de hidróxido de níquel sólido;

(n) hacer pasar los sólidos insolubles de (m), que comprenden hidróxido de níquel, a una zona de disolución a la que se añade ácido acético bajo condiciones de disolución para obtener acetato de níquel tetrahidrato como producto;

(o) hacer pasar el sobrenadante de la etapa (m) al sistema de tratamiento del efluente para la separación de trazas de metales y amonio (todos los cuales son hechos recircular a (p)) antes de la eliminación a través de la descarga del efluente de la refinería;

(p) hacer recircular el líquido regenerado procedente de la etapa (n) y la etapa (h) a la etapa (a).

6.- Un método de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la zona de lixiviación en la etapa (b) es un tanque con un agitador, el disolvente acuoso comprende hidróxido de sodio, y el oxidante comprende peróxido de hidrógeno.

7.- Un método de acuerdo con la reivindicación 5 ó 6, en el que reacciones de lixiviación en la etapa (b) se producen a una temperatura en el intervalo entre 60°C y 67°C y un pH en el intervalo de 7 a 13.

8.- Un método de acuerdo con la reivindicación 5, 6 ó 7, en el que el sobrenadante (rico en vanadio y molibdeno) se separa de los sólidos insolubles (carbono, níquel, torta de filtración de vanadio residual y molibdeno residual) en la etapa de la zona del filtro de lixiviación (c), y se añade agua de lavado en una relación de 1:1 a la torta de filtración para separar de ella los metales atrapados.

9.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que la zona de mezclador-sedimentador en la etapa (d) es un tanque de precipitación, el pH del sobrenadante se ajusta con hidróxido de sodio y ácido sulfúrico y metavanadato de amonio (AMV) precipitado mediante la adición de iones amonio procedentes de sulfato de amonio.

10.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en el que las reacciones de precipitación de AMV en la etapa (d) se producen a una temperatura en el intervalo de 5°C a 10°C y un pH de 7,3 a 8,5.

11.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10, en el que el sobrenadante (rico en molibdeno y con molibdeno residual) se separa del AMV precipitado en la etapa de filtración de AMV (e), y se añade agua de lavado en una relación de 1:1 a la torta de AMV para separar de ella el filtrado atrapado.

12.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11, en el que la zona de mezclador-sedimentador en la etapa (f) es un tanque de precipitación, el pH del sobrenadante se ajusta con hidróxido de sodio y ácido sulfúrico y heptamolibdato de amonio (AHM) precipitado mediante la adición de iones amonio procedentes de sulfato de amonio.

13.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12, en el que las reacciones de precipitación de AHM en la etapa (g) se producen a una temperatura en el intervalo de 5°C a 50°C y un pH en el intervalo de 5,3 a 7,1.

14.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13, en el que el sobrenadante (con molibdeno residual y vanadio residual) se separa del AHM precipitado en una etapa de filtración de AHM (g) y se añade agua de lavado en una relación de 1:1 a torta de filtración de AHM para separar de ella el filtrado atrapado.

15.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 14, en el que el sistema de tratamiento del efluente en la etapa (h) es una unidad de intercambio de iones en la que como regeneradores se utilizan hidróxido de sodio y ácido sulfúrico, y los límites del efluente se ajustan a 2 ppm.

16.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 15, en el que la torta de filtración en la etapa (i) comprende carbono, níquel, vanadio residual y molibdeno residual.

17.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 16, en el que la zona de lixiviación en la etapa (j) es un tanque con un agitador y el agente oxidante comprende ácido sulfúrico.

18.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 17, en el que las reacciones de lixiviación en la etapa (j) se producen a una temperatura en el intervalo entre 50°C y 60°C, un pH en el intervalo de 2,0 a 3,0 y una eficacia para el níquel > 99%.

19.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 18, en el que el sobrenadante (rico en sulfato de níquel y con vanadio no oxidado y molibdeno no oxidado residuales) se separa del producto de carbono insoluble en la etapa de filtración del lixiviado (k) y se añade agua de lavado en una relación de 1:1 al producto de carbono insoluble para separar de él el filtrado atrapado.

20.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 19, en el que la zona de mezclador-sedimentador en la etapa (l) es un tanque de precipitación de níquel, el sobrenadante (disolución rica en níquel) se ajusta en el pH con hidróxido de sodio y precipita hidróxido de níquel mediante la adición de la suspensión de óxido de magnesio.

21.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 20, en el que reacciones de precipitación de hidróxido de níquel en la etapa (l) se producen a una temperatura en el intervalo de 20°C a 90°C y un pH en el intervalo de 7,5 a 13.

22.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 21, en el que el sobrenadante (con níquel residual, molibdeno residual y vanadio residual) se separa del hidróxido de níquel precipitado en la etapa de filtración (m) y agua de lavado se añade en una relación de 1:1 a la torta de hidróxido de níquel para separar de ella el filtrado atrapado.

23.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 22, en el que la zona de disolución es un tanque de re-suspensión de níquel, en el que el agua se encuentra en una relación 1:1 a sólidos de níquel secos y se añade ácido acético para producir el producto final acetato de níquel tetrahidrato a temperatura ambiente y un intervalo de pH entre 4,0 y 4,5.

24.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 23, en el que el sistema de tratamiento del efluente en la etapa (o) es una unidad de intercambio de iones en la que el hidróxido de sodio y ácido sulfúrico se utilizan en calidad de regeneradores, y los límites de efluentes se establecen a 2 ppm.