



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-087934-00000-0000

Fecha: 2007-08-28 15:03:39 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eva: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 42

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

01/09/2007

SOLICITUD DE:

①

☒ Patente de Invención.☐ Patente de Modelo de Utilidad.☒ Capítulo I☐ Capítulo II

②

SOLICITANTE (71)

Nombre: **BHP BILLITON SSM TECHNOLOGY PTY LTD**Dirección: **Level 33, Central Park, 152-158 St Georges Terrace, Perth, Western Australia 6000, AUSTRALIA**Nacionalidad o Domicilio: **Western Australia AUSTRALIA**Lugar de Constitución: **AUSTRALIA**

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☐

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

③

REPRESENTANTE
O APODERADO (74)Nombre: **MARGARITA CASTELLANOS A.**Dirección: **Calle 94 A No. 7 A-09**Teléfono: **610 7420** Fax: **610 0706**E-mail: **info@castellanosyco.com**

IDENTIFICACIÓN

C.C.

☒

NIT

☐

C.E.

☐

Otro

☐

Cual

Número

39'779.654 TPA 70.819

④

INVENTOR (ES) (72)

ERIC GIRVAN ROCHE**39 Park Parade, Booragul
New South Wales 2284, AUSTRALIA
Australiano****CORALIE ADELE LEWIS****R.M.B. 22A Black Hill road, Black Hill
New South Wales 2322, AUSTRALIA
Australiana****GRAHAM ANDREW REYNOLDS****8 Roscoe Street, Kotara South
New South Wales 2284, AUSTRALIA
Australiana**

⑤

PCT (86)

Solicitud Internacional No. **PCT/AU2006/000094**Fecha **30/01/2006**Publicación Internacional No. **WO 2006/081605 A1**Fecha **10/08/2006**

⑥

Título (54)

PROCESO PARA LA PRODUCCION DEL OXIDO DE MAGNESIO

⑦

Clasificación Internacional (51)

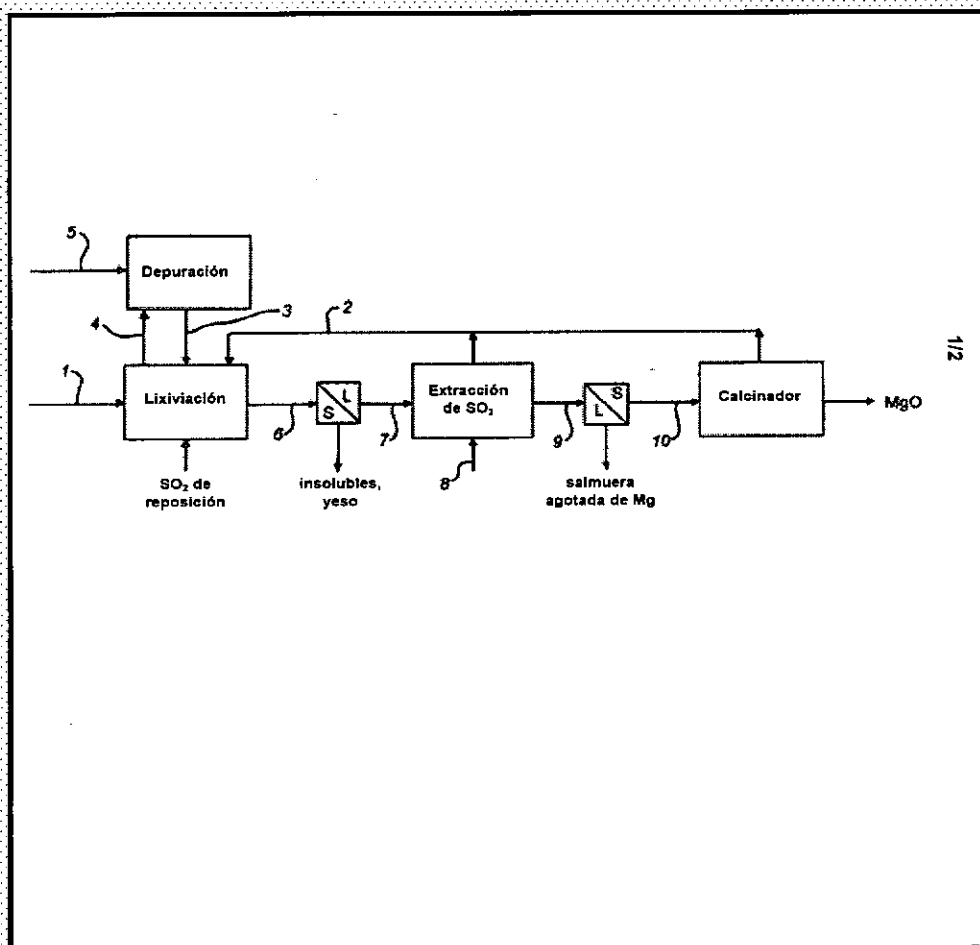
C01F 5/02

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, junto con la sustitución del mismo a mi favor
- ☐ 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.
- ☒ Arte 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 Tarjeta Propietario, Extracto para la publicación.

11 FIGURA CARACTERISTICA:



12 Solicito la concesión de la patente,

1516

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800174089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 07 - 68,583
FECHA : AGOSTO 24 DE 2007

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-087934- -00000-0000

Fecha: 2007-08-28 15:03:39 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 111 PRESENTACION Folios: 42

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
ALVARO CASTELLANOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	67354159	24/08/2007	3,215,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	482,000.00
TOTAL :			\$ 482,000.00

SON: CUATROCIENTOS OCHENTA Y DOS MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
10 August 2006 (10.08.2006)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2006/081605 A1

(51) International Patent Classification:

C01F 5/02 (2006.01) C01F 5/42 (2006.01)
C01F 1/00 (2006.01) C22B 3/12 (2006.01)
C01F 5/06 (2006.01) C22B 26/22 (2006.01)
C01F 5/10 (2006.01)

(74) Agent: PHILLIPS ORMONDE & FITZPATRICK;
Levels 21 & 22, 367 Collins Street, Melbourne, VIC 3000
(AU).

(21) International Application Number:

PCT/AU2006/000094

(22) International Filing Date: 30 January 2006 (30.01.2006)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:

2005900431 1 February 2005 (01.02.2005) AU

(71) Applicant (for all designated States except US): BHP
BILLITON SSM TECHNOLOGY PTY LTD [AU/AU];
Level 14, Riverside Centre 123 Eagle Street, Brisbane,
QLD 4001 (AU).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): ROCHE, Eric,
Girvan [AU/AU]; 39 Park Parade, Booragul, NSW 2284
(AU). REYNOLDS, Graham, Andrew [AU/AU]; 8
Roscoe Street, Kotara South, NSW 2289 (AU). LEWIS,
Coralie, Adele [AU/AU]; Rmb 22a Black Hill Road,
Black Hill, NSW 2322 (AU).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of national protection available): AE, AG, AL, AM,
AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,
KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV,
LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI,
NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,
SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US,
UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

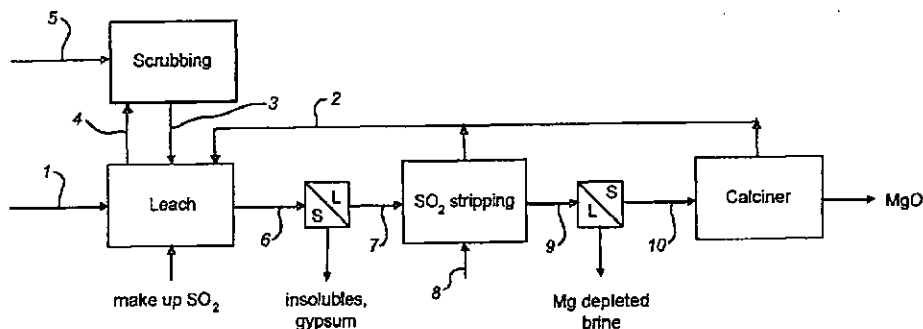
(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every
kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
European (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT,
RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA,
GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

— with international search report

For two-letter codes and other abbreviations, refer to the "Guid-
ance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the begin-
ning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: PROCESS FOR THE PRODUCTION OF MAGNESIUM OXIDE



(57) Abstract: A process for the recovery of magnesium oxide from a source containing magnesium salts, said process including the steps of : (a) adding an alkali and sulfur dioxide to the source containing magnesium salts, in a leach step to form a magnesium bi-sulfite containing leachate; (b) separating the insoluble materials from the leachate; (c) stripping excess sulfur dioxide from the leachate and precipitating the magnesium as solid magnesium sulfite hydrate; (d) separating the solid magnesium sulfite hydrate from the magnesium depleted leachate; and (e) calcining the solid magnesium sulfite hydrate and recovering the magnesium as magnesium oxide.

PROCESS FOR THE PRODUCTION OF MAGNESIUM OXIDE

Introduction

The present invention relates to a process for the production of magnesium oxide. In particular, it relates to a low cost method of producing magnesium oxide from spent magnesium salts.

Background

Magnesium oxide, or magnesia, is used relatively extensively in the mining industry, for example in hydrometallurgical refining processes for metal recovery. One particular use for magnesium oxide is as a neutralising agent to control the pH of acidic solutions. In nickel recovery processes, it is used to raise the pH of an acidic solution containing dissolved nickel and cobalt ions, to precipitate nickel and cobalt from acidic solutions as nickel and cobalt hydroxides.

One such process is the Cawse project that operates in Western Australia for the recovery of nickel and cobalt from laterite ores. The Cawse project utilises solid magnesium oxide or freshly slurried magnesium oxide to precipitate dissolved nickel and cobalt from acidic solutions obtained from pressure acid leaching of laterite ores. BHP Billiton's Ravensthorpe process also proposes to recover nickel and cobalt as a mixed nickel and cobalt hydroxide product.

Generally, good quality magnesium oxide is not widely available and needs to be imported into a nickel refinery process, as is done in the Cawse project. This can add considerably to the cost of the nickel recovery process.

Laterite ores include both a high magnesium content saprolite component, and a low magnesium content limonite component. In commercial processes such as the Cawse process, nickel and cobalt are recovered from laterite ore by high pressure acid leach processes where the nickel and cobalt are leached from the ore with sulfuric acid and precipitated as a mixed hydroxide following the addition of magnesium oxide. Other non commercial processes have been described where a mixed hydroxide precipitate is produced in a similar manner

by atmospheric pressure acid leaching, or a combination of high pressure and atmospheric pressure leaching, or heap leaching of the laterite ore.

During such nickel recovery processes, magnesium values contained in the saprolitic silicates of nickel containing laterite ores are generally discarded as waste. The magnesium solubilized from the magnesium oxide used in the process is also discarded as waste. The dissolved magnesium generally reports to brine ponds associated with the refinery as magnesium sulfate or magnesium chloride brine.

10

The brine pond material is generally regarded as a waste product of the process. Metal values in the rejects material are lost when discarded as tailings and may also cause environmental concerns. The present invention aims to provide a new process which overcomes or at least alleviates one or more of the problems associated with the need to send potentially useful magnesium to brine ponds during metal recovery processes. The present invention further aims to provide an economic source of good quality magnesium oxide for use in metal recovery processes.

20 The above discussion of prior processes is included in the specification solely for the purpose of providing a context for the present invention. It is not suggested or represented that these processes formed part of the prior art base or were common general knowledge in the field relevant to the present invention before the priority date.

25

Summary of the Invention

Magnesium oxide and magnesium hydroxide are used in hydrometallurgical nickel recovery processes as neutralising agents. Magnesium oxide is used as a neutralising agent to recover nickel and cobalt as nickel and cobalt hydroxides from acid solutions during commercial acid leach processing of nickel containing laterite ores. Magnesium dissolved from the use of magnesium oxide and from magnesium silicates contained in the saprolitic portion of a nickel containing laterite ore is generally discarded as waste material to tailings during such processes. Generally, the discarded magnesium will be sent to a

brine pond and exist as salts, such as magnesium sulfate and/or magnesium chloride. Preferably, the invention relates to the conversion of magnesium salts, such as magnesium sulfate and/or magnesium chloride recovered from a brine pond, to magnesium oxide.

5

In particular, the present invention resides in a process for the recovery of magnesium oxide from a source containing magnesium salts, said process including the steps of:

- 10 (a) adding an alkali and sulfur dioxide to the source containing magnesium salts, in a leach step to form a magnesium bi-sulfite containing leachate;
- (b) separating the insoluble materials from the leachate;
- (c) stripping excess sulfur dioxide from the leachate and precipitating the magnesium as solid magnesium sulfite hydrate;
- (d) separating the solid magnesium sulfite hydrate from the magnesium
15 depleted leachate; and
- (e) calcining the solid magnesium sulfite hydrate and recovering the magnesium as magnesium oxide.

Detailed Description of the Invention

- 20 In a preferred embodiment of the invention, the source of magnesium salts used in the process of the invention will generally come from waste material that has been discarded to tailings during a hydrometallurgical nickel recovery process. However, the invention is not limited to such a source of magnesium salts and any conveniently available source of magnesium salts may be used. In the
- 25 preferred embodiment, the magnesium salts will be present in a brine pond associated with a processing refinery, so the brine pond can act as a ready source of magnesium salts. Where magnesium oxide is used in a nickel recovery process, or where the magnesium rich saprolite fraction of laterite ore is processed, the magnesium salts will generally exist as magnesium sulfate or
- 30 magnesium chloride. In the preferred embodiment of the invention, brine containing magnesium sulfate and/or magnesium chloride salts is processed.

In a first leach step, where magnesium sulfate salts are present, the brine containing the magnesium salts is processed by adding an alkali such as calcium carbonate (limestone), together with sulfur dioxide to convert the magnesium sulfate to magnesium bi-sulfite. The alkali and the SO₂ may be added together, separately or as a premixed reagent. Limestone is normally cheap and widely available and is the preferred alkali, but could be replaced by calcrete, dolomite, slaked or unslaked lime, dolime (calcined dolomite), caustic soda, sodium carbonate or other suitable alkalis, where the economics are suitable.

10

In the embodiment of the invention where magnesium chloride is present in the brine rather than, or together with magnesium sulfate, a soluble sulfate, such as sodium sulfate should also be added together with a calcium containing alkali and the sulfur dioxide to produce magnesium bi-sulfite in solution and insoluble gypsum.

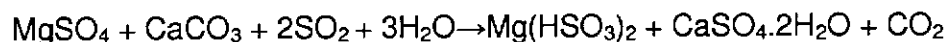
15

The soluble magnesium bi-sulfite will be present in the resultant leachate solution. The insoluble material, such as anhydrite, gypsum, or gangue, is separated from the magnesium bi-sulfite leachate solution; and together with unconverted calcium carbonate and other insoluble materials, may be discarded as waste or beneficiated to produce saleable products if desired. Carbon dioxide is released as a gas.

20

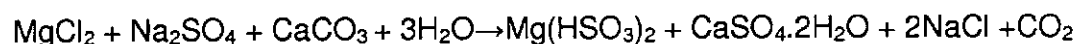
The leach step, where the salt is magnesium sulfate and calcium carbonate is the alkali, may be summarised by the equation:

25



Where magnesium chloride is the salt, calcium carbonate the alkali and sodium sulfate is also added, the leach step may be summarised by the equation:

30

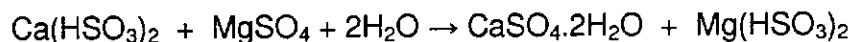
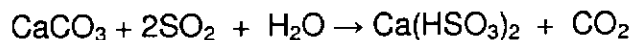


The leach step is operable at moderate temperature, preferably between about 30° C to 70° C, most preferably about 50° C. Preferably the pH of the system will be around pH 1.5 to 2.5, most preferably about 2. With these pH conditions, and with excess SO₂, the soluble magnesium bi-sulfite (Mg(HSO₃)₂) will form rather than the nearly insoluble magnesium sulfite (MgSO₃). The calcium is precipitated as anhydrite or gypsum. Whereas calcium bi-sulfite is also soluble, at a pH of around 2, the calcium would precipitate as gypsum rather than remain as calcium bi-sulfite in solution. At a pH of around 2 and at 50° C, limestone utilisation efficiency should be around 90%.

10

As an alternative to adding SO₂ and alkali directly into the leach stage, the alkali and SO₂ may be premixed to produce a bi-sulfite reagent, which on addition to the Mg containing brine generates the magnesium bi-sulfite. Where the alkali is calcium carbonate and magnesium sulfate is the salt, this two step process may be summarised in the following equations:

15



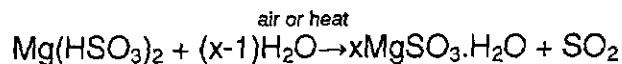
20 This alternative would, for example, allow the separation of a clean gypsum product free from contaminants such as insoluble gangue.

Where the magnesium salts source is the tailings from acid leaching of a laterite ore, the sulfuric acid required is often produced on site, and the sulfuric acid plant may provide a cheap source of make up sulfur dioxide for the leach step.

25

The magnesium bi-sulfite leachate is then separated from the insoluble matter by filtration, thickening or other well known means.

30 Excess sulfur dioxide is then removed from the magnesium bi-sulfite leachate. This is preferably achieved by subjecting the leachate to air stripping by the addition of air. Alternatively, the leachate may be boiled to convert the magnesium bi-sulfite to magnesium sulfite hydrate. The sulfur dioxide removal step may be summarised by the following equation:



Sulfur dioxide released during this process may be recycled to the leach step
5 and used as a source of sulfur dioxide for that step.

The sulfur dioxide removal step is based on the equilibrium driven desorption of sulfur dioxide from the solution. Some of the magnesium sulfite hydrate may be oxidised to magnesium sulfate by the air stripping process, however the
10 magnesium sulfate would then report back to the brine pond and be reprocessed. Alternatively, an inert gas or mixture of gases may be used to suppress undesirable oxidation, for example nitrogen, carbon dioxide, argon or the like.

15 Air stripping would also increase the pH of the solution by removing sulfurous acid. The ideal pH for maximising magnesium sulfite hydrate yield is around pH 7, however magnesium sulfite will form at a pH of from about 4.5 to 10. In the preferred embodiment, the process is run until a pH of between 5 and 7 is achieved.

20 Heat from the off gases of the kiln used for the calcination step may be used as a heat source for boiling the leachate if required and/or as a source of inert gasses for stripping SO_2 from the solution.

25 The insoluble magnesium sulfite hydrate may be separated from the magnesium depleted leachate by means of thickening, filtration or other well known means. Washing of the precipitate may be used to remove soluble contaminants such as halides, which may be undesirable in the final product. Water may be used to wash the precipitate. The magnesium-depleted leachate
30 may be discarded or alternatively reused in the process, for example for counter-current decantation (CCD) washing of the laterite leach residue.

The magnesium sulfite hydrate is then calcined, in a calciner at a temperature preferably between about 250 to 350° C, most preferably about 300° C.
35 Calcination at this temperature will remove any water as steam, and release

further sulfur dioxide gas which can be recycled and reused in the leach step. A predrying step may be used prior to calcination, to improve the handling characteristics of the magnesium sulfite hydrate solid, and/or to reduce the fuel requirements during calcination. The magnesium sulfite hydrate is converted to magnesium oxide during the calcination process. The recovered magnesium oxide may then be used for commercial purposes, such as in a nickel recovery process. The calcination step may be summarised in the following equation:



10

Calcination of magnesium sulfite hydrate can occur at relatively low temperatures, preferably around 300° C. It is an advantage that calcination occurs at this temperature in that the magnesium oxide produced should have maximum activity, particularly for optimisation of the mixed hydroxide precipitation in nickel and cobalt production. High temperature calcination, for example greater than 900° C is known to produce inactive magnesium oxide.

In order to avoid magnesium sulfate contamination of the magnesium oxide during calcination due to oxidation, the design of the calciner should be chosen to minimise this issue. Some magnesium sulfate in the magnesium oxide is unlikely to be a problem however, since there is abundant magnesium sulfate present during a mixed hydroxide precipitation process in any event.

Description of the Drawings

Figure 1 illustrates a preferred flowsheet for the process of the invention. It should be understood that the drawing is illustrative of a preferred embodiment of the invention and the scope of the invention should not be considered to be limited thereto.

Figure 2 illustrates the pH and solution potential for the solution prepared and described in Example 1.

Figure 1 illustrates a flowsheet where magnesium sulfate brine (1) is contacted with sulfur dioxide containing gas (2) and a limestone slurry (3) in one or more reactors to leach the magnesium as magnesium bi-sulfite. The sulfur dioxide (2)

Examples

Example 1

A magnesium sulfate solution (0.5L) containing 45g/L Mg. 0.3 g/L Ca and 61 g/L S (as analysed by ICP) was placed in a beaker equipped with a stirrer and sparge pipe. Limestone (87.4g) was added and the mixture was stirred at ambient temperature. The pH of the mixture was measured and found to be 8.36. Sulfur dioxide gas was injected into the mixture at 30g/min. The pH and solution potential (vs AgAgCl) are shown in Figure 2. After 105 minutes the pH reached 2.04 and sparging was stopped. The slurry was filtered and the solids washed and dried, giving 139.2g dry weight of crystals. Analysis by XRF showed these to be gypsum, containing 23.5% Ca, 0.0% Mg and 18.3% S. The filtrate (325mL) was analysed by ICP and was found to contain 43g/L Mg 0.4g/L Ca and 309g/L S.

Example 2

The solution (305mL) prepared as described in Example 1 was heated at the boiling point, with stirring, for 1.5 hrs. On completion, the slurry was filtered and the solids washed and dried, giving 65.6g of colourless crystals. XRD analysis of the crystals showed them to comprise mainly $\text{MgSO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Analysis by XRF showed the solids to contain 15.2% Mg. 0.7% Ca and 20.9% S.

The magnesium sulfite hydrate produced in accordance with the process shown in Example 2 may then be calcined to produce an active magnesium oxide product. Low temperature calcination of magnesium sulfite to magnesium oxide is demonstrated for example in US patent 3,681,020 (Shah) which discloses a calcine temperature of 300°C to 700°C and US patent 5,439,658 (Johnson *et al.*) which discloses a temperature of 800°F (426°C).

The above description is intended to be illustrative of the ambit of this invention with reference to the preferred embodiment. Variation without departing from the spirit or ambit of the invention should be considered to also form part of the invention described herein.

2/2

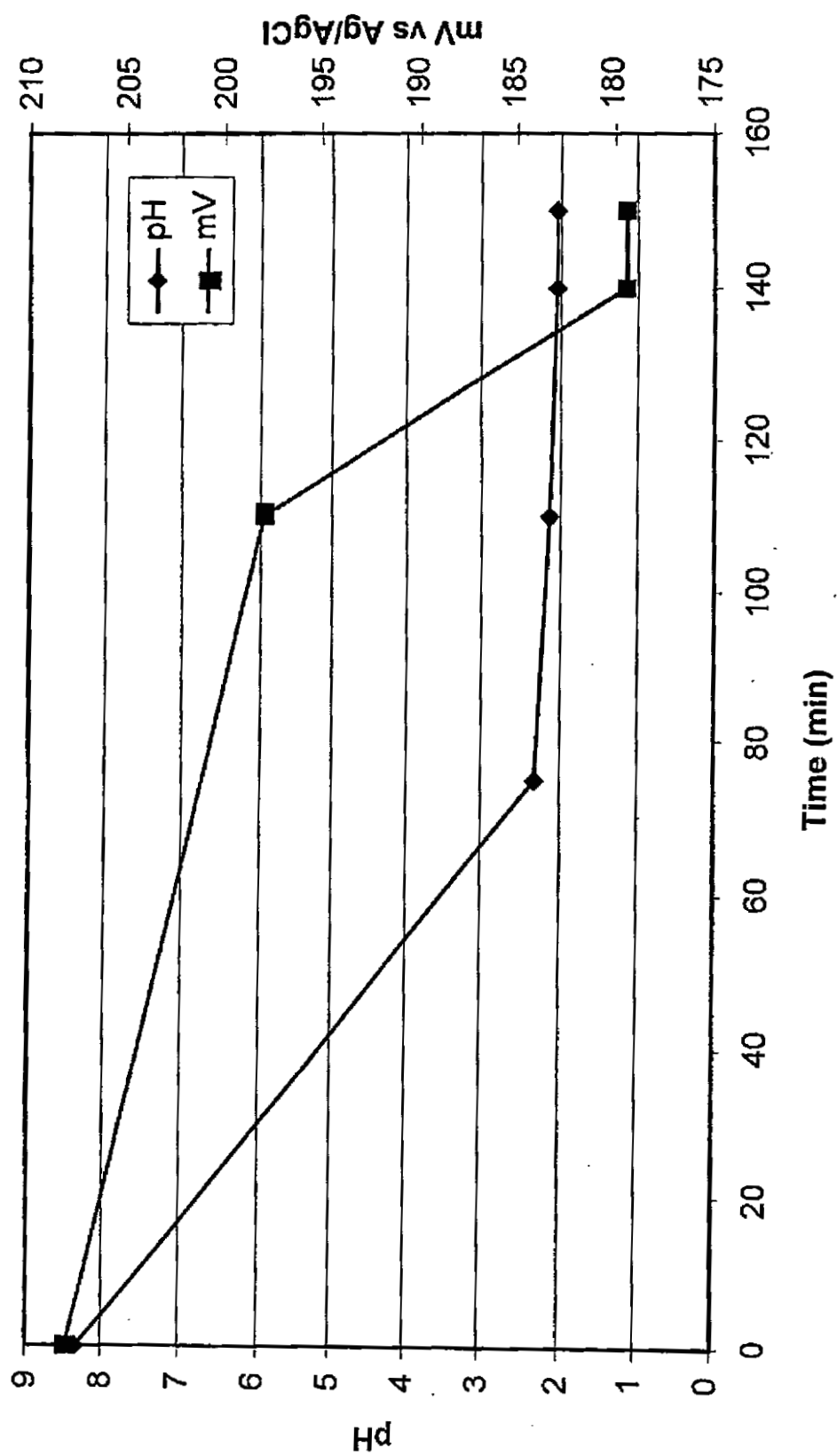


FIG 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/AU2006/000094

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl.

C01F 5/02 (2006.01) C01F 5/10 (2006.01) C22B 26/22 (2006.01)
 C01F 1/00 (2006.01) C01F 5/42 (2006.01)
 C01F 5/06 (2006.01) C22B 3/12 (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C01F 5/02, 5/10, 5/06, 5/42, 1/00; C22B 26/22, 3/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPAT; JAPIO; CAPLUS; USPTO; Espace@net IPC 9above) and keywords - MgO, magnesium oxide, magnesia, magnesium salt, recover+, refine+, extract+, purif+, obtain+, convert+, sul??ite, bisul??ite, (sul??ur dioxide+), SO2

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	Derwent Abstract Accession No. 90730X/49, Class E33 L02 DT 1792792 A (WINTERSHALL AG), 25 November 1976 See abstract	1, 3-4, 8, 11-12, 17-18, 20-22, 26 & 28
X	Derwent Abstract Accession No.47917A/27, Class E33 L02 DS 1792408 A (WINTERSHALL AG), 3 May 1978 See abstract	1, 3-4, 8, 11-12, 17-18, 20-22, 26 & 28



Further documents are listed in the continuation of Box C



See patent family annex

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

21 February 2006

Date of mailing of the international search report

27 FEB 2006

Name and mailing address of the ISA/AU

AUSTRALIAN PATENT OFFICE
 PO BOX 200, WODEN ACT 2606, AUSTRALIA
 E-mail address: pct@ipaustalia.gov.au
 Facsimile No. (02) 6285 3929

Authorized officer

WARREN TAYLOR

Telephone No : (02) 6283 2229

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/AU2006/000094

21
21

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X,Y	US 3085858 A (TRUBEY et al), 16 April 1963 Whole document	1, 13, 17-18, 20-21, 23-24, 26 & 28
Y	Derwent Abstract Accession No. 00402A/01, Class E33 L02 DT 2725958 A (ANGLO AMER. CORP. AFR LTD), 22 December 1977 See abstract	1, 13, 17-18, 20-21, 23-24, 26 & 28
X	US 4474737 A (NAJMR et al), 2 October 1984 Whole document	1, 28

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/AU2006/000094

This Annex lists the known "A" publication level patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The Australian Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent Document Cited in Search Report		Patent Family Member			
DT	1792792				
DS	1792408				
US	3085858				
DT	2725958				
US	4474737	CA	1210219	DE	3247837
		SE	8300098	FI	830047
Due to data integration issues this family listing may not include 10 digit Australian applications filed since May 2001.					
END OF ANNEX					

P1516

PROCESO PARA LA PRODUCCION DEL OXIDO DE MAGNESIO

Introducción

La presente invención se refiere a un proceso para la producción de óxido de magnesio. En particular, se refiere a un método de bajo costo para producir óxido de magnesio a partir de sales de magnesio gastadas.

Antecedentes

El óxido de magnesio, o magnesia, se usa relativamente ampliamente en la industria de la minería, por ejemplo en los procesos de refinación hidrometalúrgica para recuperación de metales. Un uso particular para el óxido de magnesio es como agente neutralizante para controlar el pH de soluciones ácidas. En los procesos de recuperación del níquel, se utiliza para elevar el pH de una solución ácida que contiene iones disueltos de níquel y cobalto, para precipitar níquel y cobalto a soluciones ácidas en forma de hidróxido de níquel y cobalto.

Uno de dichos proyectos es el proyecto Cawse que opera en Australia Occidental para la recuperación de níquel y cobalto de menas de lateritas. El proyecto Cawse utiliza óxido de magnesio sólido u óxido de magnesio que se ha formado recientemente en una pasta espesa a fin de precipitar el níquel y cobalto disuelto de soluciones ácidas obtenidas por lixiviación ácida a presión de menas de lateritas. El proceso Ravensthorpe de BHP Billiton también se propone recuperar níquel y cobalto como un producto mixto de hidróxidos de níquel y cobalto.

En general, el óxido de magnesio de buena calidad no esta ampliamente disponible y debe importarse para un proceso de refinería de níquel, tal como se hace en el proyecto Cawse. Esto puede aumentar considerablemente el costo del proceso de recuperación del níquel.

21
24

Las menas de lateritas incluyen tanto un componente de saprolita de alto contenido de magnesio, como un componente de limonita de bajo contenido de magnesio. En procesos comerciales, tales como el proceso Cawse, el níquel y el cobalto se recuperan de la mena de laterita mediante un proceso de lixiviación ácida a presión donde el níquel y el cobalto se lixivian a partir de la mena con ácido sulfúrico y se precipitan como un hidróxido mixto seguido por la adición de óxido de magnesio. Se han descrito otros procesos no comerciales donde se produce un precipitado de hidróxido mixto de una manera similar por lixiviación ácida a presión atmosférica, o una combinación de lixiviación a presión atmosférica de alta presión, o lixiviación por montones de la mena de laterita.

Durante dichos procesos de recuperación del níquel, los valores de magnesio contenidos en los silicatos saprolíticos de níquel que contienen menas de laterita generalmente se desechan como desperdicios. El magnesio que se solubiliza del óxido de magnesio utilizado en el proceso también se desecha como desperdicio. El magnesio disuelto generalmente se lleva a lagunas de salmuera asociadas con la refinería en forma de salmuera de sulfato de magnesio o de cloruro de magnesio.

El material de la laguna de salmuera generalmente se considera como un producto de desperdicio del proceso. Los valores metálicos en los materiales rechazados se pierden cuando se desechan como productos residuales y también pueden causar preocupación ambiental. La invención presente esta orientada a producir un nuevo proceso que resuelva, o por lo menos alivie, uno o más de los problemas asociados con la necesidad de enviar magnesio potencialmente útil a lagunas de salmuera durante los procesos de recuperación de metales. La presente invención además esta destinada a proporcionar una fuente económica de óxido de magnesio de buena calidad para utilizarlo en procesos de recuperación de metales.

25
25

La discusión precedente de procesos anteriores se incluye en la especificación exclusivamente con el fin de proporcionar un contexto para la presente invención. No se sugiere ni se asevera que estos procesos forman parte de la base de la tecnología anterior o que eran de conocimiento general común en el campo pertinente a la presente invención antes de la fecha de prioridad.

Resumen de la Invención

El óxido de magnesio y el hidróxido de magnesio se usan en procesos de recuperación hidrometalúrgica del níquel como agente neutralizante. El óxido de magnesio se utiliza como un agente neutralizante para recuperar níquel y cobalto en forma de hidróxidos de níquel y cobalto de soluciones ácidas durante el procesamiento comercial por lixiviación ácida de menas de laterita que contienen níquel. El magnesio disuelto del uso del óxido de magnesio y de los silicatos de magnesio contenidos en la porción saprolítica de una mena de laterita que contiene níquel generalmente se desecha como un material de desperdicio a los productos residuales durante dichos procesos. Generalmente, el magnesio desechado se enviará a una laguna de salmuera y existirá como sales, tal como el sulfato de magnesio y/o el cloruro de magnesio. Preferiblemente, la invención se refiere a la conversión de sales de magnesio, tales como sulfato de magnesio y/o cloruro de magnesio recuperado de una laguna de salmuera a óxido de magnesio.

En particular, la presente invención consiste en un proceso para la recuperación de óxido de magnesio a partir de una fuente que contiene sales de magnesio, incluyendo dichos procesos los pasos de:

- (a) añadir un álcali y dióxido de azufre a la fuente que contiene sales de magnesio, en un paso de lixiviación para formar un bi-sulfito de magnesio conteniendo el lixiviado;
- (b) separar los materiales insolubles del lixiviado;

- (c) separar el dióxido de azufre en exceso de lixiviado y hacer precipitar el magnesio en forma de hidrato de sulfito de magnesio sólido;
- (d) separar el hidrato de sulfito de magnesio sólido del lixiviado al cual se le ha extraído el magnesio; y
- (e) calcinar el hidrato de sulfito de magnesio sólido y recuperar el magnesio en forma de óxido de magnesio.

Descripción Detallada de la Invención

En una implementación física preferida de la invención, la fuente de las sales de magnesio utilizadas en el proceso de la invención generalmente vendrá de material de desperdicio que ha sido desechado a productos residuales durante un proceso hidrometalúrgico de recuperación de níquel. Sin embargo, la invención no esta limitada a dicha fuente de sales de magnesio y puede usarse cualquier fuente disponible de sales de magnesio. En la implementación física preferida las sales de magnesio estarán presentes en una laguna de salmuera asociada con una refinería de proceso, de manera que la laguna de salmuera pueda actuar como una fuente lista de sales de magnesio. Cuando el óxido de magnesio se usa en un proceso de recuperación de níquel, o cuando la fracción de saprolita rica en magnesio de la mena de laterita se procesa, las sales de magnesio generalmente existirán como sulfato de magnesio o cloruro de magnesio. En la implementación física de la invención se procesa salmuera que contiene sales de sulfato de magnesio y/o de cloruro de magnesio.

En un primer paso de lixiviación, donde están presentes las sales de sulfato de magnesio, la salmuera que contiene las sales de magnesio se procesa añadiendo un álcali de manera que el carbonato de calcio (piedra de caliza), conjuntamente con dióxido de azufre para convertir el sulfato de magnesio a bi-sulfito de magnesio. El álcali y el SO_2 pueden añadirse conjuntamente, separadamente o como un reactivo premezclado. La piedra de caliza normalmente es barata y esta muy ampliamente disponible y es el álcali preferido, pero puede ser remplazado

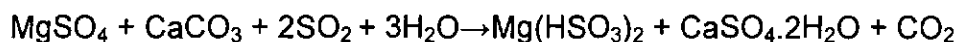
27
22

por calcreta, dolomita, cal apagada o no apagada, docal (dolomita calcinada), soda cáustica, carbonato de sodio u otros álcalis adecuados, siempre que la parte económica sea adecuada.

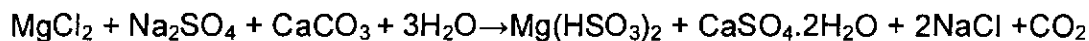
En la implementación de la invención donde esta presente el cloruro de magnesio en la salmuera en lugar de sulfato de magnesio o conjuntamente con el mismo, también puede añadirse sulfato de sodio conjuntamente con un álcali que contenga calcio y el dióxido de azufre para producir bi-sulfito de magnesio en solución o yeso insoluble.

El bi-sulfito de magnesio soluble estará presente en la solución lixiviada resultante. El material insoluble, tal como anhidrita, yeso, o ganga, se separa de la solución lixiviada de bi-sulfito de magnesio; y conjuntamente con el carbonato de calcio no convertido y otro material insoluble puede desecharse como desperdicio o beneficiarse para producir productos vendibles se así se desea. El dióxido de carbono se libera como un gas.

El paso de lixiviación, donde la sal es sulfato de magnesio y carbonato de sodio es el álcali, puede resumirse por la ecuación:



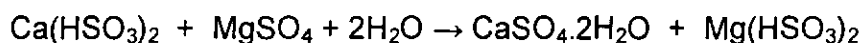
Cuando el cloruro de magnesio es la sal, el carbonato de calcio del álcali y el sulfato de sodio se añade también, el paso de lixiviación puede resumirse por la ecuación:



El paso de lixiviación es operable a temperatura moderada, preferiblemente entre alrededor de 30°C a 70°C, más preferiblemente a alrededor de 50°C. Preferiblemente el pH del sistema estará alrededor de pH 1,5 a 2,5, más preferiblemente a alrededor de 2. Con estas condiciones de pH, y con SO₂ en exceso, se formará más bien el bi-sulfito de magnesio soluble (Mg(HSO₃)₂) en

lugar del sulfito de magnesio casi insoluble (MgSO_3). El calcio se precipita como anhídrido o yeso. Cuando el bi-sulfito de magnesio también es soluble, a un pH de alrededor de 2, el calcio se precipitaría como yeso en lugar de permanecer como bi-sulfito de calcio en la solución. A un pH de alrededor de 2 y a 50°C , la eficiencia de utilización de la cal sería de alrededor de 90%.

Como una alternativa de añadir SO_2 y álcali directamente en la etapa de lixiviación, pueden premezclarse el álcali y el SO_2 para producir un reactivo de bi-sulfito, el cual al añadirse a la salmuera que contiene Mg genera el bi-sulfito de magnesio. Cuando el álcali es carbonato de magnesio y la sal es sulfato de magnesio, este proceso de dos pasos puede resumirse en las siguientes ecuaciones:

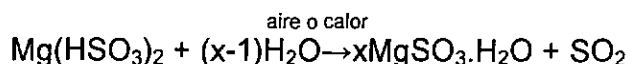


Esta alternativa permitiría, por ejemplo la separación de un producto de yeso limpio libre de contaminantes tal como ganga insoluble.

Cuando la fuente de sales de magnesio son los productos residuales de la lixiviación del ácido de una mena de laterita, el ácido sulfúrico requerido a menudo se produce en el sitio, y la plante de ácido sulfúrico puede proporcionar una fuente barata de dióxido de azufre de reposición para el paso de lixiviación.

El lixiviado de bi-sulfito de magnesio separa entonces de la materia insoluble por filtraje, espesamiento u otros medios bien conocidos.

El dióxido de azufre en exceso se remueve entonces del lixiviado de bi-sulfito de magnesio. Esto se logra preferiblemente sometiendo el lixiviado a separación por aire mediante la adición de aire. Alternativamente, el lixiviado puede hervirse para convertir el bi-sulfito de magnesio a un hidrato de sulfito de magnesio. El paso de remoción del dióxido de azufre puede resumirse por la siguiente ecuación.



El dióxido de azufre liberado durante este proceso puede reciclarse al paso de lixiviación y usarse como fuente de dióxido de azufre para ese paso.

El paso de remoción del dióxido de azufre esta basado en la desorción promovida por el equilibrio del dióxido de azufre de la solución. Parte del hidrato de sulfito de magnesio puede oxidarse a sulfato de magnesio por el proceso de separación por aire, sin embargo el sulfato de magnesio entonces regresaría a la laguna de salmuera y se reprocesaría. Alternativamente, un gas inerte o mezcla de gases puede utilizarse para suprimir la oxidación indeseable, por ejemplo nitrógeno, dióxido de carbón, argón o similar.

La remoción del aire también aumentaría el pH de la solución removiendo el ácido sulfuroso. El pH ideal para maximizar la producción de hidrato de sulfito de magnesio en un pH de alrededor de 7, sin embargo el sulfito de magnesio se formará a un pH de alrededor de 4,5 a 10. En la implementación física preferida, se opera el proceso hasta que se logre un pH entre 5 y 7.

El calor de los gases de salida utilizados para el paso de calcinación puede utilizarse como una fuente de calor para hervir el lixiviado si así se requiere y/o como una fuente de gases inertes para remover el SO_2 de la solución.

El hidrato de sulfito de magnesio insoluble puede separarse del lixiviado al cual se le ha agotado el magnesio por medio de espesamiento, filtraje u otros medios bien conocidos. El lavado del precipitado puede utilizarse para remover contaminantes solubles, tales como haluros, los cuales pueden ser indeseables en el producto final. Se puede utilizar agua para lavar el precipitado. El lixiviado al cual se le ha agotado el magnesio puede desecharse o alternativamente rehutilizarse en el proceso, por ejemplo para un lavado de decantación contra corriente (DCC) del residuo de la lixiviación de laterita.

El hidrato de sulfito de magnesio se calcina entonces en un calcinador a una temperatura preferiblemente de entre alrededor de 250 a 350°C, más preferiblemente de alrededor de 300°C. La calcinación a esta temperatura removerá cualquier agua en forma de vapor, y liberará más gas de dióxido de azufre el cual puede reciclarse y rehusarse en el paso de lixiviación. Puede utilizarse un paso de presecado ante de la calcinación, para mejorar las características de manejo del sólido de hidrato de sulfito de magnesio, y/o reducir los requerimientos de combustible durante la calcinación. El hidrato de sulfito de magnesio se convierte a óxido de magnesio durante el proceso de calcinación. El óxido de magnesio recuperado puede utilizarse entonces para propósitos comerciales, tal como un proceso de recuperación de níquel. El paso de calcinación puede resumirse en la siguiente ecuación:



La calcinación del hidrato de sulfito de magnesio puede ocurrir a temperaturas relativamente bajas, preferiblemente alrededor de 300°C. Es una ventaja que la calcinación ocurra a esa temperatura porque el óxido de magnesio producido debiera tener la máxima actividad particularmente para la optimización de la precipitación del hidróxido mixto en la producción de níquel y cobalto. La calcinación a altas temperaturas, por ejemplo más de 900°C se sabe que produce un óxido de magnesio inactivo.

A fin de evitar la contaminación del óxido de magnesio con sulfato de magnesio durante la calcinación debido a la oxidación, el diseño del calcinador debe escogerse para reducir al mínimo este asunto. Parte del sulfato de magnesio en el óxido de magnesio es poco probable que sea un problema sin embargo, puesto que hay abundante sulfato de magnesio presente durante el proceso de precipitación de un hidróxido mixto en cualquier caso.

Descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra un flujograma preferido para el proceso de la invención. Debe entenderse que el dibujo ilustrativo de una implementación física de la invención y el alcance de la invención no debe considerarse como limitado al mismo.

La Figura 2 ilustra el pH y la potencial solución para la solución preparada y descrita en el Ejemplo 1.

La Figura 1 ilustra un flujograma donde la salmuera del sulfato de magnesio (1) entra en contacto con dióxido de azufre que contiene gas (2) y una lechada de cal (3) en uno o más reactores para lixiviar el magnesio en forma de bi-sulfito de magnesio. El dióxido de azufre (2) se ha recuperado y reciclado de los pasos aguas abajo. Puede añadirse algo más de dióxido de azufre para formar suficiente volumen de SO_2 por ejemplo, SO_2 de la planta de ácido sulfúrico asociada con una operación de refinación de níquel. El gas de salida (4) depura con una lechada de cal (5) para recuperar SO_2 que no haya reaccionado y permitir la descarga a la atmósfera de gases inertes. La lechada (6) de materia insoluble y sulfato de calcio (yeso o anhidrita) se filtra y se lava con agua.

El lixiviado (7) que contiene bi-sulfito de magnesio disuelto se remueve mediante aire (8) para remover el SO_2 de exceso (SO_2 el cual se regresa al paso de lixiviación) y para precipitar el hidrato de sulfito de magnesio. La lechada de sulfito de magnesio (9) se filtra y los sólidos se lavan con agua. La salmuera a la cual se le ha agotado el magnesio se retorna para lavado con DCC. Los sólidos del hidrato de sulfito de magnesio lavado (10) se calcinan para producir un polvo de óxido de magnesio, el cual al enfriarse se utiliza como un precipitado de hidróxido mixto en un proceso de recuperación de níquel. Este gas de salida de dióxido de azufre del calcinador se recupera (2) y se retorna al paso de lixiviación. El gas de salida del calcinador puede también utilizarse como una fuente de calor

para el paso de remoción de SO_2 (8) y/o la depuración de gas de salida (4) del paso de lixiviación.

Una ventaja particular de la presente invención es que el óxido de magnesio puede producirse en cantidades suficientes del material de desperdicio en el sitio de una planta de procesamiento de recuperación de metal por considerablemente menos costo que si el óxido de magnesio tuviera que traerse a la planta. El proceso utilizado para recuperar el óxido de magnesio involucraría equipo de proceso que generalmente esta disponible en dicha planta de procesamiento y puede operarse bajo condiciones relativamente suaves y no corrosivas.

Otra ventaja es que el dióxido de azufre requerido para el paso de lixiviación se produce en general durante el proceso y es fácilmente reciclado para usarlo en el paso de lixiviación. Además de esto, cuando la fuente de sales de magnesio son los residuos de la lixiviación por pacido de una mena de laterita, el ácido sulfúrico requerido a menudo se produce en el sitio, y la planta de ácido sulfúrico puede proporcionar una fuente barata de dióxido de azufre de reposición para el paso de lixiviación.

Ejemplos

Ejemplo 1

En una solución de sulfato de magnesio (0,5 L) que contiene 45g/L de Mg; 0,3g/L de Ca y 61 g/L de S (según un análisis hecho por ICP) se colocó en un matraz equipado con un removedor y un tubo burbujeador. Se añadió una caliza (87,4g) y la mezcla se removió a temperatura ambiente. El pH de la mezcla se midió y se encontró que era 8,36. Se inyectó gas de dióxido de azufre en la mezcla a 30g/min. El pH y el potencial de la solución (véase AgAgCl) se muestra en la Figura 2. Después de 105 minutos el pH llegó a 2,04 y cesó el burbujeo. La lechada se filtró y se lavaron y secaron los sólidos, obteniéndose 139,2g de cristales en peso seco. El análisis por XRF demostró que estos eran yeso que

contenía 23,5% de Ca; 0,0% de Mg y 18,3% de S. El filtrado (325mL) se analizó por ICP y se encontró que contenía 43g/L de Mg; 0,4g/L de Ca y 309g/l de S.

Ejemplo 2

La solución (305mL) preparada según lo descrito en el Ejemplo 1 se calentó hasta el punto de ebullición, revolviéndolo por 1,5 horas. Al completarse, la pasta espesa se filtro y los sólidos se lavaron y secaron, obteniéndose 65,6g de cristales incoloros. El análisis XRD de los cristales demostró que consistía principalmente de $\text{MgSO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. El análisis por XRF demostró que los sólidos contenían 15,2% de Mg; 0,7% de Ca y 20,9% de S.

El hidrato de sulfito de magnesio producido de conformidad con el proceso que se demuestra en el Ejemplo 2 puede calcinarse entonces para obtener un producto activo de óxido de magnesio. La calcinación a baja temperatura del sulfito de magnesio a óxido de magnesio se demuestra por ejemplo en la patente de los EE.UU. 3.681.020 (Shah) la cual revela una temperatura de calcinación de 300°C a 700°C y la patente de los EE.UU. 5.439.658 (Johnson y otros) la cual revela una temperatura de 800°F (426°C).

La descripción precedente pretende ilustrar el ámbito de esta invención con referencia a la implementación física preferida. Debe considerarse que también forma parte de la invención aquí descrita las variaciones que no se desvíen del espíritu o ámbito de la invención.

34
39

LAS REIVINDICACIONES QUE DEFINEN LA INVENCION SON LAS SIGUIENTES:

1. Un proceso para la recuperación de óxido de magnesio a partir de una fuente que contiene sales de magnesio, incluyendo dicho proceso los pasos de:
 - (a) añadir un álcali y dióxido de azufre a la fuente que contiene sales de magnesio, en un paso de lixiviación para formar un bi-sulfito de magnesio conteniendo el lixiviado;
 - (b) separar los materiales insolubles del lixiviado;
 - (c) separar el dióxido de azufre en exceso del lixiviado y hacer precipitar el magnesio en forma de hidrato de sulfito de magnesio sólido;
 - (d) separar el hidrato de sulfito de magnesio sólido del lixiviado al cual se le ha extraído el magnesio; y
 - (e) calcinar el hidrato de sulfito de magnesio sólido y recuperar el magnesio en forma de óxido de magnesio.
2. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde la fuente de sales de magnesio en una laguna de salmuera asociada con los residuos de la lixiviación ácida de níquel que contenga mena de latelita en un proceso de recuperación de níquel.
3. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde las sales de magnesio son sulfato de magnesio y/o cloruro de magnesio.
4. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el álcali se selecciona de entre carbonato de calcio, calcreta, dolomita, cal apagada o no apagada, docal, soda cáustica o carbonato de sodio.
5. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde las sales de magnesio incluyen por lo menos cloruro de magnesio.

6. Un proceso de conformidad con la reivindicación 5 donde el álcali es un álcali que contiene calcio y el proceso incluye el paso adicional de añadirle un sulfato soluble conjuntamente con el álcali y el dióxido de azufre.
7. Un proceso de conformidad con la reivindicación 6 donde el sulfato soluble es un sulfato de sodio.
8. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde los gases de salida del paso de lixiviación se depuran utilizando un álcali para recuperar el dióxido de azufre que no ha reaccionado.
9. Un proceso de conformidad con la reivindicación 8 donde el álcali no utilizado del paso de depuración se le añade al paso de lixiviación una parte o la totalidad del requerimiento de álcali para ese paso.
10. Un proceso de conformidad con la reivindicación 9 donde el álcali es una lechada de piedra caliza.
11. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el material insoluble separado del lixiviado es anhidrita, yeso o ganga, carbonato de calcio no convertido u otros materiales insolubles.
12. Un proceso de conformidad con la reivindicación 11 donde la anhidrita, yeso y ganga separadas del lixiviado se aprovechan para producir productos vendibles.
13. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el paso de lixiviación se lleva a cabo a una temperatura de entre alrededor de 30° a 70°C.
14. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el pH del sistema cuando se lleva a cabo el paso de lixiviación esta en el rango de desde 1,5 a 2,5.

36
36

15. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el dióxido de azufre y el álcali se premezclan para producir un reactivo de bi-sulfito, y luego se añaden a la fuente que contiene sales de magnesio en el paso de lixiviación para producir el lixiviado que contiene bi-sulfito.
16. Un proceso de conformidad con la reivindicación 15 donde se precipita yeso limpio del lixiviado.
17. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde los materiales insolubles se separan del lixiviado mediante filtración o espesamiento.
18. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el dióxido de azufre en exceso se remueve del lixiviado y el bi-sulfito de magnesio se convierte a sulfito de magnesio sometiendo el lixiviado al calentamiento, o a remoción por aire mediante la adición de aire o de gas inerte.
19. Un proceso de conformidad con la reivindicación 18 donde el calor de los gases de salida del calcinador utilizado para calcinar el hidrato de sulfito de magnesio se utiliza para hervir el lixiviado, si se requiere, y/o como una fuente de gases inerte.
20. Un proceso de conformidad con la reivindicación 18 donde el pH del lixiviado se mantienen entre 4,5 a 10 luego del paso de la tira de dióxido de azufre para maximizar la producción de hidrato de sulfito de magnesio.
21. Un proceso de conformidad con la reivindicación 20 donde el proceso se opera hasta que el pH de lixiviado esta entre 5 a 7.
22. Un proceso de conformidad con la reivindicación 18 donde el dióxido de azufre separado se recicla al paso de lixiviación y se utiliza como una fuente de dióxido de azufre para ese paso.

37
3x

23. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde se utiliza un gas inerte o una mezcla de gases para suprimir la oxidación del sulfito de magnesio a fin de evitar la oxidación del sulfito de magnesio a sulfato de magnesio antes de la calcinación.
24. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el gas inerte o mezcla de gases se selecciona de entre nitrógeno, dióxido de carbón o argón.
25. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el sulfito de magnesio se calcina en un calcinador a una temperatura de entre alrededor de 250° a 350°.
26. Un proceso de conformidad con la reivindicación 21 donde el dióxido de azufre liberado durante el paso de calcinación se recicla al paso de lixiviación y se utiliza como una fuente de dióxido de azufre para ese paso.
27. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el dióxido de azufre de reposición, si se necesita, para el paso de lixiviación se toma de la planta de ácido sulfúrico asociada con un proceso de refinación de níquel.
28. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el hidrato de sulfito de magnesio se separa del lixiviado al cual se le ha agotado al magnesio, por medio de espesamiento o filtraje.
29. Un proceso de conformidad con la reivindicación 2 donde la solución a la cual se le ha agotado el magnesio, se reutiliza en el proceso de recuperación de níquel para un lavado por decantación contra corriente del residuo de lixiviado de la laterita en ese proceso.
30. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde el sólido de sulfito de magnesio se presenta antes de la calcinación, para mejorar las características de manipulación y reducir los requisitos de combustible.

~~38~~
38

31. Un proceso de conformidad con la reivindicación 2 donde el óxido de magnesio recuperado en el proceso es de suficiente actividad como para ser útil como agente neutralizante en el proceso de recuperación de níquel.

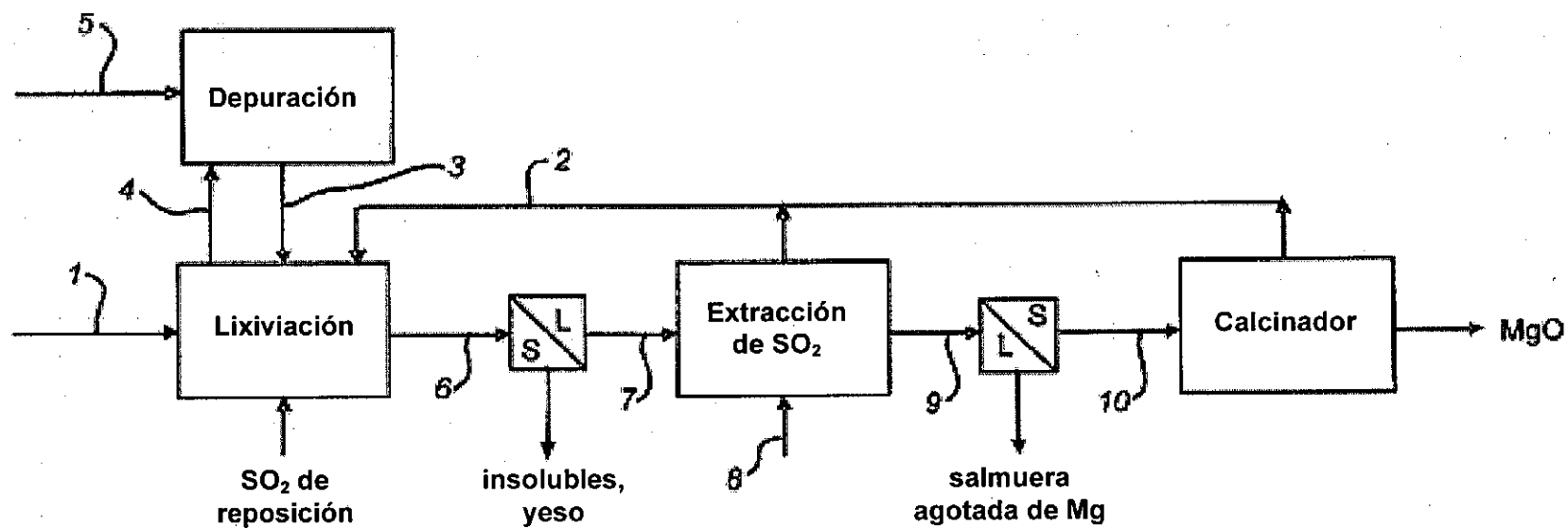


FIGURA 1

39

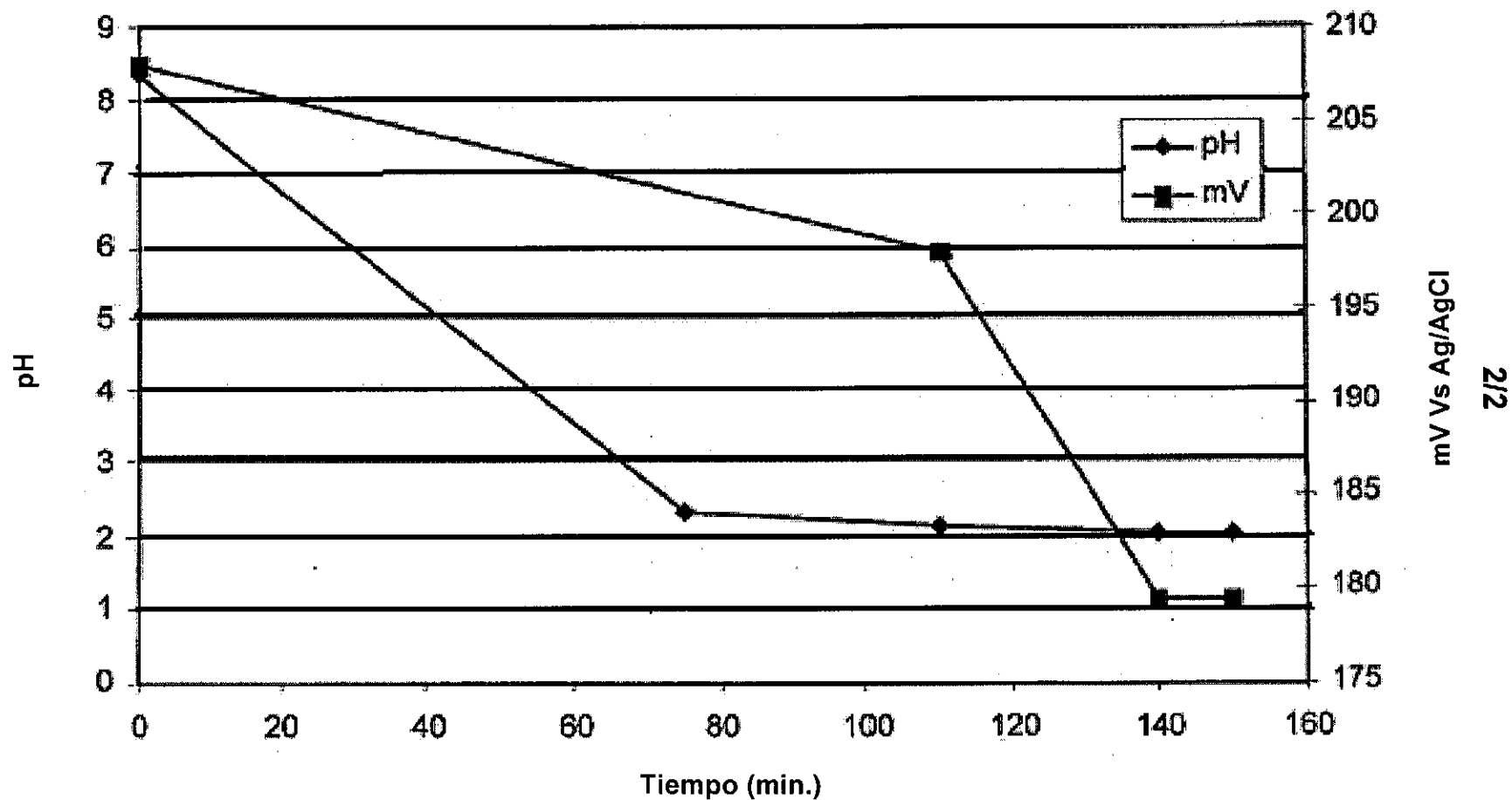


FIGURA 2

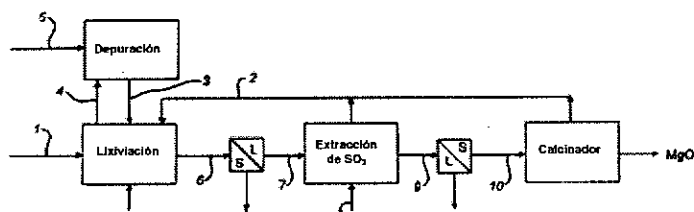
AP

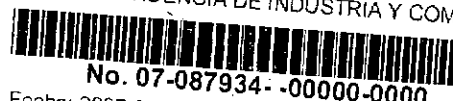
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN
SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT

(21) N° de solicitud: 22) Fecha de solicitud: (30) Prioridad (31) No. Prioridad 32) Fecha (33) País 2005900431 01/02/2005 AU	(51) Int Cl.: (71) Solicitante(s) BHP BILLITON SSM TECHNOLOGY PTY LTD (72) Inventor(es) ERIC GIRVAN ROCHE GRAHAM ANDREW REYNOLDS CORALIE ADELE LEWIS (74) Apoderado: DRA. MARGARITA CASTELLANOS A.
(85) Fecha limite inicio fase nacional: Septiembre 1 de 2007 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 30/01/2006 No. de solicitud PCT/AU2006/000094	(87) Publicación internacional Fecha: 10/08/2006 N° publicación: WO 2006/081605 A1
(54) Título: PROCESO PARA LA PRODUCCION DEL OXIDO DE MAGNESIO	

1. Un proceso para la recuperación de óxido de magnesio a partir de una fuente que contiene sales de magnesio, incluyendo dicho proceso los pasos de:
 - (a) añadir un álcali y dióxido de azufre a la fuente que contiene sales de magnesio, en un paso de lixiviación para formar un bi-sulfito de magnesio conteniendo el lixiviado;
 - (b) separar los materiales insolubles del lixiviado;
 - (c) separar el dióxido de azufre en exceso del lixiviado y hacer precipitar el magnesio en forma de hidrato de sulfito de magnesio sólido;
 - (d) separar el hidrato de sulfito de magnesio sólido del lixiviado al cual se le ha extraído el magnesio; y
 - (e) calcinar el hidrato de sulfito de magnesio sólido y recuperar el magnesio en forma de óxido de magnesio.
5. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde las sales de magnesio incluyen por lo menos cloruro de magnesio.
6. Un proceso de conformidad con la reivindicación 5 donde el álcali es un álcali que contiene calcio y el proceso incluye el paso adicional de añadirle un sulfato soluble conjuntamente con el álcali y el dióxido de azufre.
7. Un proceso de conformidad con la reivindicación 6 donde el sulfato soluble es un sulfato de sodio.
8. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde los gases de salida del paso de lixiviación se depuran utilizando un álcali para recuperar el dióxido de azufre que no ha reaccionado.

- Un proceso de conformidad con la reivindicación 1 donde la fuente de sales de magnesio en una laguna de salmuera asociada con los residuos de la lixiviación ácida de níquel que contenga mena de latelita en un proceso de recuperación de níquel.





No. 07-087934-00000-0000

Fecha: 2007-08-28 15:03:39
Tra. 11 PATENTE IYII
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 NUECREACION
Eve: 378 FASE NACIONAL I
Folios: 42

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRÁMITE

☒ PATENTE DE INVENCION (X) MODELO DE UTILIDAD () USUARIO (X) RADICADOR (X)

- Indicación de que se solicita la concesión de una patente (X)
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud (X)
- Descripción de la invención (X)
- Dibujos de ser estos pertinentes (X)
- Comprobante de pago de las tasas establecidas (X)

COMPLETA (X) 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 y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño ()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas ()

COMPLETA () INCOMPLETA ()

EZQUEMA DE TRAZADO ()

- 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 del Esquema de Trazado ()
- Comprobante de pago de las tasas establecidas ()

COMPLETA () INCOMPLETA ()

43
44

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
CASTELLANOS ABONDANO MARGARITA

REFERENCIA	Radicación No.	7 87934
	Solicitud internacional	PCT/AU2006/000094
	Fecha inicio fase nacional	01/09/07
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	11635

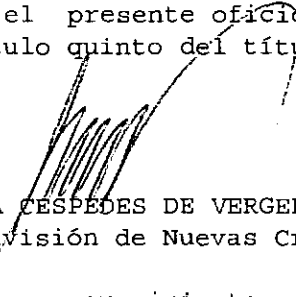
Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, artículo 27 del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes (PCT), regla 51 bis del Reglamento y Circular Única de la Superintendencia de Industria y Comercio, se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

1. La solicitud no contiene la copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente del inventor al solicitante o a su causante. (Art. 26-k) Decisión 486. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, deben legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil.

2. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere 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 Unica No.10 de 2001.


ALIX CARMENZA CESPÉDES DE VERGEL
Jefe de la división de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha 2.9 SET. 2007
jfernand