

CASTELLANOS & CO LTDA  
A B O G A D O S  
Calle 94 A No. 7 A-09  
Bogotá, D.C. – COLOMBIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 07-093397- -00006-0000

Fecha: 2011-05-17 14:29:50 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR  
Tra. 11 PATENTEIYII Evs: 378 FASENACIONALI  
Act. 523 RESPUESTA Folios: 36

Señor

**DIRECTOR DE LA DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES**

Superintendencia de Industria y Comercio

Ministerio de Desarrollo Económico

E. S. D.

Re.: Expediente No. **07.093.397**

Solicitud del examen de patentabilidad correspondiente a la Patente PCT Entrada en Fase Nacional, para:

**“PROCESO PARA LA LIXIVIACION CON ACIDO MEJORADA DE MINERALES DE LATERITA”**

Solicitante: **BHP BILLITON SSM TECHNOLOGY PTY LTD.**

**RESPUESTA AL EXAMEN DE FONDO**

Yo, Margarita Castellanos Abondano, identificada como aparece al pie de mi firma, atentamente me permito presentar respuesta al oficio No. 2779 notificado por fijación en lista del 18 de febrero de 2011, en los siguientes términos:

**Claridad de la descripción**

Presento una nueva descripción y nuevas figuras revisadas en su traducción y transcripción. Respetuosamente solicito al señor examinador aceptar las modificaciones que presento junto con este memorial toda vez que cumplen con los requisitos estipulados por el artículo 28 de la decisión 486.

**Claridad de las reivindicaciones**

En atención a las observaciones del señor examinador, presento un nuevo pliego reivindicatorio debidamente sustentado por la divulgación inicial, y preparado con base en la solicitud estadounidense equivalente para la cual ya se obtuvo la patente No. 7.559.972. Las modificaciones introducidas atienden a cabalidad las observaciones de su Despacho en cuanto a la claridad.

Las modificaciones incluyen:

- La nueva reivindicación 1 presenta en el preámbulo la información que hace parte del estado del arte como son las etapas de proporcionar una fracción de limonita baja en magnesio y una fracción de saprolita alta en magnesio de un material laterítico que contiene níquel. Se incluye también la expresión **caracterizado porque** para dar claridad sobre el aporte del solicitante al estado de la técnica.
- La parte caracterizante de la reivindicación principal presenta las tres etapas del proceso reivindicado que ahora incluyen la recuperación de níquel y cobalto de la lechada de lixiviación secundaria. Además se indican características adicionales necesarias para evitar la formación de jarosita en el proceso. Así entonces, se presenta de manera clara el alcance de la materia a proteger y se presenta de manera completa el proceso, el cual culmina con la recuperación de níquel y cobalto.
- Se eliminaron las expresiones ambiguas objetas por ese Despacho.
- Se indica que los porcentajes son porcentajes en peso.
- Se aclaran las características técnicas de la zona de transición de mineral.
- Las reivindicaciones 6, 7 y 20 se eliminaron.

De ésta manera, el nuevo pliego de reivindicaciones supera las objeciones planteadas en cuanto a la claridad de la solicitud toda vez que la materia reivindicada se presenta de tal manera que es posible determinar el alcance de la protección y realizar la búsqueda de antecedentes. Adicionalmente junto con la información de la nueva descripción, la persona medianamente versada en el campo técnico podría comprender y llevar a la práctica la invención.

Respetuosamente manifiesto que la persona versada en la materia técnica sabe lo que significa la expresión "*que contiene bajos niveles de iones álcali metálicos, sodio, potasio y amonio*" toda vez que ésta expresión compara los niveles de estos iones con los de las aguas disponibles y que son usadas generalmente en este tipo de procesos. Las cuales incluyen agua de mar y agua fresca. La persona versada reconocería los niveles a los cuales se puede evitar la formación de jarosita.

#### **Determinación del estado de la técnica**

En respuesta a las observaciones del señor examinador en su primera aproximación en el análisis de patentabilidad, el solicitante presenta los siguientes argumentos que demuestran el carácter novedoso e inventivo del proceso reivindicado frente a los documentos D1 a D6 citados por ese Despacho.

### Documento D1 (US 4548794)

La característica distintiva de la presente invención es que la fracción de limonita (que tiene bajo contenido de magnesio) se trata con ácido en una etapa de lixiviación a alta presión, mientras que la fracción de saprolita (con alto contenido de magnesio) se adiciona a la lechada de lixiviación primaria para realizar una segunda etapa de lixiviación a presión atmosférica. El documento D1 claramente especifica que "la etapa de lixiviación secundaria" se efectúa a "una presión por encima de la atmosférica y por debajo de 300 psig...". D1 divulga en la columna 5, línea 56 y siguientes:

*"The low pressure leach 12 is typically carried out at moderate to low temperatures and pressure e.g. from about 140 °C to about 200°C and from about 90 to about 300 psig."*

Esto es, el proceso opera la lixiviación secundaria a presiones desde 6 bar hasta 20 bar, o por lo menos seis veces la presión atmosférica.

Bajo dichas condiciones, el hierro precipitaría como hematina y el aluminio como alunita. No obstante, dichas condiciones de operación son completamente diferentes a las de la presente invención, en la cual el níquel y el cobalto son por último lixivados en una etapa de lixiviación a presión atmosférica, etapa que es mucho más simple que la lixiviación a baja presión de la etapa de lixiviación secundaria de D1, la cual requiere un reactor presurizado.

El proceso de D1 puede incluir una etapa de lixiviación atmosférica en la cual por lo menos una porción de la lechada a alta presión y una porción del componente de saprolita del mineral se contactan en una lixiviación atmosférica. Sin embargo esta etapa es predominantemente empleada para la recuperación de cromita y el exceso de líquido que contiene finos de níquel y cobalto, liberado durante la lixiviación sigue siendo necesario para formar parte en la etapa de lixiviación a baja presión (6 a 20 bar) (ver columna 6, líneas 30 a 40) con el objeto de alcanzar una adecuada recuperación de níquel. El documento D1 no presenta la combinación de una etapa de lixiviación a alta presión seguida de una etapa de lixiviación a presión atmosférica (que es una característica esencial de la invención) en donde el níquel y el cobalto se recuperan después de la lixiviación a presión atmosférica, y en donde el hierro se precipita como hematina y/o goetita como sí ocurre en la presente invención.

Debe también notarse a partir de los ejemplos 2 a 4 de la presente solicitud que el proceso reivindicado tiene una recuperación de níquel del 82.5% al 90.6% y una recuperación de cobalto de 86.7% a 91.0%. Estos resultados contrastan con los ejemplos de D1, en donde por ejemplo, en la tabla VIII hay una recuperación combinada

de níquel de 60.2% a 71.5% y una recuperación de cobalto de 76.6% a 82.7% y con similares resultados reportados en la tabla IX. Puede demostrarse entonces que el proceso reivindicado proporciona un resultado mejorado con respecto al proceso de D1.

Así entonces, el documento D1 no comprende todas las características técnicas del proceso reivindicado y no afecta la novedad del mismo. También, como se desprende de los resultados de recuperación de níquel y cobalto, el proceso reivindicado proporciona un resultado mejorado frente al reportado por D1 y por lo tanto debe reconocerse su altura inventiva.

#### **Combinación de los documentos D2, D3 o D4 con el documento D5**

El señor examinador señala que cada uno de los documentos D2, D3 o D4 cada uno de forma independiente combinado con el documento D5 permite obtener la materia reivindicada en esta solicitud. Adicionalmente, afirma que el documento D6 presenta en esencia el mismo procedimiento que la solicitud.

En primer lugar, con respecto al documento D5, éste documento enseña la lixiviación de matas sulfídicas a temperaturas entre 70°C y 120°C con una presión parcial de oxígeno de 50 a 1000 kPa comparada con 20kPa de presión parcial de oxígeno a presión atmosférica. La función del oxígeno en la referencia citada es actuar como un oxidante para oxidar ferroso a férrico para la precipitación de goetita. El estado del hierro en la gotita es férrico. Específicamente, la presión parcial de oxígeno usada en los ejemplos 1 y 2 es 500kPa, 500kPa y 50-1000kPa respectivamente. Para una persona normalmente versada en la materia técnica sería claro que la precipitación de goetita que se reclama en D5 se lleva a cabo bajo presión y bajo condiciones de oxidación, en lugar de llevarse a cabo a presión atmosférica como sí se hace en la presente invención, en la cual no se utiliza oxígeno como reactante. Por lo tanto, no resulta apropiado comparar el mecanismo de D5 con la presente solicitud. Además, los reactantes empleados para precipitar hierro como goetita son hidróxido de sodio, carbonato de sodio, piedra caliza o cal (ver columna 6, línea 27) los que son contrarios a la saprolita que es el material esencial para precipitar hierro como goetita en la presente solicitud.

En cuanto al documento D3, el mismo no enseña ninguna de las limitaciones requeridas de conformidad con la materia reivindicada. El documento D3 se aparta de las enseñanzas de ésta solicitud toda vez que no muestra:

- i) la adición de una fracción de saprolita a la lechada de lixiviación primaria para iniciar la precipitación de hierro como goetita o hematina; y
- ii) en donde toda el agua empelada para preparar las lechadas de mineral o soluciones ácidas tenga una composición que evite la formación de jarosita.

En efecto, el objeto del proceso de D3 es formar jarosita porque los óxidos son coloidales y difíciles de filtrar (Ver columna 3, líneas 33 a 50). De echo, D3 enseña que "durante cualquier paso previo a la formación de jarosita 40, un agente de precipitación seleccionado del grupo que consiste de iones metálicos, iones amonio o mezclas de los mismos puede agregarse al proceso" (ver columna 5, líneas 45 a 50).

En ninguna parte de D3 se contempla o se sugiere que el proceso busque la precipitación de hierro como goetita o hematina mediante la adición de la fracción de saprolita a la lechada de lixiviación primaria. Como afirmé antes, D3 se aparta de las enseñanzas de la solicitud toda vez que enseña la formación de tanta jarosita como sea posible en lugar de evitar la formación de ésta.

Adicionalmente, en D4, el rango de pH esta entre 1.5 y 3.0 cuando el níquel es lixiviado, según se describe en la columna 1, líneas 5 a 7 de D4. En la presente solicitud, como se define en la reivindicación 3, se emplea un agente de neutralización para precipitar hierro residual y otras impurezas. Entonces, la diferencia entre los mecanismos es obvia para la persona versada en la materia y D4 no es de relevancia particular para la evaluación de la invención.

De la misma forma, con respecto al documento D2, éste no se relaciona con un paso secundario de lixiviación y no es relevante para el proceso reivindicado. La persona versada en la materia técnica no combinaría este documento con D3, D4 no D5 para llegar a la invención reivindicada. Dadas las diferencias entre los procesos de cada uno de D2, D3, D4 y D5, el técnico medio no combinaría estos documentos toda vez que no proporcionan motivación alguna que lleve a desarrollar el proceso de la invención el cual involucra una primera lixiviación a presión del componente de limonita, y después la adición del componente de saprolita a presión atmosférica para precipitar hierro como goetita y/o hematina, como sí se realiza en la presente invención.

El documento D6 es bien conocido por el solicitante como sociedad matriz. Este documento se refiere a un proceso de lixiviación atmosférica que es diferente al de la presente solicitud en la cual la fracción de limonita se procesa en un primer paso de lixiviación a presión. Los procesos son bien diferentes, particularmente cuando el contenido de acidez en el paso primario de lixiviación atmosférica de D6 es, por ejemplo, 24 g/l (ver ejemplo 2) el cual se compara con, por ejemplo 38.3 g/l (ver ejemplo 2 de la presente solicitud). No habría motivación alguna para combinar el documento D6 con ninguno de los documentos D1 a D5 simplemente porque ninguno de éstos enseña los pasos de lixiviación a alta presión de la fracción de limonita combinado con una lixiviación atmosférica una vez se ha añadido la fracción de saprolita.

Teniendo en cuenta las modificaciones y los argumentos expresados arriba, respetuosamente solicito, se continúe con el análisis de patentabilidad de la presente invención puesto que la misma cumple con los requisitos de los artículos 28 y 30 de la Decisión 486. Adicionalmente, considerando que ninguno de los documentos estudiados en la primera aproximación afecta la novedad ni el nivel inventivo de la solicitud, solicito se proceda con la concesión de la patente.

#### Anexos

- Nueva Descripción
- Nuevo pliego reivindicatorio
- Recibo por modificación voluntaria

Del Señor Director,

  
Margarita Castellanos Abondano  
C.C. No. 39.779.654 de Usaquén  
T.P.A. No. 70.819 del C. Sup. de la Judicatura  
Calle 94 A No. 7 A - 09 – Bogotá D.C.  
Teléfonos: 7560770

Bogotá, D.C., 17 mayo 2011

PATENTE/15/1522/MEMORIAL FONDO 2779



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

FORMULARIO ÚNICO DE CORRECCIONES Y MODIFICACIONES

①

SOLICITUD DE:



Corrección de Error Material



Modificación a una solicitud

②

SOLICITANTE

Nombre: BHP BILLITON SSM DEVELOPMENT  
PTY LTD

Dirección: Level 33 Central Park, 152-158  
St. George's Terrace, Perth Western Australia  
6000, AUSTRALIA

Nacionalidad o Domicilio: Perth, Western  
Australia, AUSTRALIA

Lugar de Constitución: AUSTRALIA

Teléfono:

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACIÓN

C.C.



NIT



C.E.



Otro



Cual

Número

③

REPRESENTANTE  
O APODERADO

Nombre: MARGARITA CASTELLANOS A.

Dirección: CALLE 94A No. 7A-09

Teléfono: 756 07 70 Fax: 758 015 58

E-mail: [info@castellanosyco.com](mailto:info@castellanosyco.com)

IDENTIFICACIÓN

C.C.



NIT



C.E.



Otro



Cual

Número

39'779.654

TPA

70.819

④

Número de Expediente:

07.093.397

⑤

Descripción de la corrección o modificación solicitada:

Presento nueva descripción y nuevo pliego reivindicatorio para el examen de patentabilidad de la solicitud.

⑥

Comprobante de pago No.

11-0045105

Fecha

11-05-2011

⑦

Anexos:



Comprobante de pago de la tasa.



Poderes si fuere el caso, junto con la sustitución de los mismos a mi favor.



Documento que acredita la existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas jurídicas



Nuevo capítulo reivindicatorio



Nueva Descripción

⑧

NOMBRE MARGARITA CASTELLANOS A.

FIRMA

*Margarita Castellanos A.*  
CC 39'779.654 Usaqué - TPA 70.819 CSJ

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página - MCA/zca-P1522

17 MAY 2011

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  
NIT : 800.176.089-2  
- / -

|                                         |                |                                         |
|-----------------------------------------|----------------|-----------------------------------------|
| Industria y Comercio<br>UPERINTENDENCIA | RECIBO DE CAJA | No. 11 - 0045105                        |
|                                         |                | Bogotá D.C., Mayo 11 de 2011 - 12:45:50 |

RECIBIDO DE : CASTELLANOS Y Y CO NI 800.174.641

|                          |                 |           |          |            |               |
|--------------------------|-----------------|-----------|----------|------------|---------------|
| *** Soporte del Pago *** |                 |           |          |            |               |
| TIPO PAGO                | BANCO           | CUENTA    | No. PAGO | FECHA PAGO | VR. PAGO      |
| CONSIGNACION             | BANCO DE BOGOTA | 062754387 | 48431994 | 11/05/2011 | 14.593.000.00 |

|                           |                                                  |                                                             |                             |
|---------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|-----------------------------|
| *** Conceptos Pagados *** |                                                  |                                                             |                             |
| CANT.                     | RENTISTICO                                       | CONCEPTO                                                    | Vr. UNIDITARIO Vr. CONCEPTO |
| 1                         | 50005-01-03 CAMBIO DE MODALIDAD Y MODIFICACIONES | EN N. CREACION CORRECCION A SOLICITUD EN TRAMITE / MODIFICA | 118.000.00 118.000.00       |
|                           |                                                  |                                                             | \$118.000.00                |
|                           |                                                  |                                                             | =====                       |

SON: \*\*CIENTO DIECIOCHO MIL PESOS MONEDA CORRIENTE\*\*

Responsable: \_\_\_\_\_  
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. \_\_\_\_\_

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  
  
No. 07-093397- -00006-0000  
Fecha: 2011-05-17 14:29:50 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR  
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI  
Act. 523 RESPUESTA Folios: 36

**PROCESO PARA LA LIXIVIACIÓN CON ACIDO MEJORADA**  
**DE MINERALES DE LATERITA**

**RESUMEN**

Un proceso para la recuperación de níquel y cobalto de minerales de laterita que contienen níquel que incluye los pasos de:

a) suministrar un mineral de laterita que contiene níquel y separar el mismo en su fracción de limonita de bajo magnesio y saprolita de alto magnesio;

b) tratar la fracción de limonita en una solución de ácido en un primer paso de lixiviación a alta presión para producir una lechada de lixiviación primaria;

c) añadir la fracción de saprolita a la lechada de lixiviación primaria para iniciar la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, mientras que se desprende simultáneamente ácido adicional de la precipitación de hierro, para efectuar un paso secundario de lixiviación atmosférica, produciendo una lechada secundaria de lixiviación;

en donde toda el agua usada para preparar las lechadas de minerales y/o soluciones de ácido, tiene una composición iónica que evita sustancialmente la formación de jarosita.

## CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso de lixiviación de minerales de laterita con contenido de níquel, mediante el tratamiento hidrometalúrgico de ambas, la fracción de "limonita" y la fracción de "saprolita" del mineral, en una forma secuencial para recuperar níquel y cobalto. En particular, la presente invención se refiere a un proceso que combina la lixiviación ácida a alta presión de la fracción de mineral de limonita de la laterita con lixiviación ácida a presión atmosférica de la fracción de saprolita del mineral, en un medio que evita sustancialmente la precipitación de hierro como jarosita y recuperando níquel y cobalto, mientras se separa hierro como goetita sólida y/o hematita.

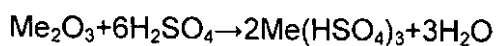
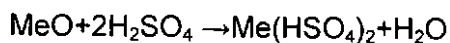
## ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Un cuerpo de mineral de laterita es un mineral oxidado, y un cuerpo de mineral de laterita consta generalmente de una capa superior de limonita (del perfil del mineral) y una capa inferior de saprolita. Los estudios geológicos han mostrado, que el mineral que contiene la mayor parte de níquel en la capa superior de laterita es la limonita con bajo contenido de magnesio y el mineral con mayor contenido de cobalto es asbolano. Los minerales con mayor contenido de níquel en la capa inferior de saprolita, son las especies que contienen alto magnesio, serpentina, clorita, esmectita y nontronita. El contenido de cobalto de la capa de saprolita es insignificante. Se debe tomar nota, que generalmente no existe demarcación clara entre las capas superiores e inferiores de mineral de laterita y a veces, se refiere a una capa intermedia como una zona de transición.

Con el fin de establecer un tratamiento razonable y económico del cuerpo de mineral de laterita, todos los tipos de minerales conteniendo níquel y cobalto, deberían tratarse de una manera para recuperar los valores máximos de metal en un solo proceso sencillo, sin la emisión de material dañino al ambiente. En este respecto, una consideración mayor con respecto a los problemas ambientales, es la naturaleza del compuesto de hierro contenido en los residuos de minerales de desecho. Una

consideración importante con respecto al costo de una alta recuperación del metal es la cantidad y por consiguiente costo del ácido usado en el proceso de lixiviación.

La lixiviación ácida de sólidos de mineral de laterita bien sea por el tratamiento a presión en una autoclave, o por lixiviación a presión atmosférica y temperaturas elevadas, resulta en una descarga ácida, que debe ser neutralizada parcialmente, antes de que los valores del metal puedan ser recuperados. A las altas temperaturas usadas en procesos en autoclaves, generalmente alrededor de 250°C a 275°C, el consumo de ácido para disolver los metales es el doble o triple, debido a la formación del ión de bisulfato ( $\text{HSO}_4$ ) y un protón único (H). Esto se ilustra mediante las ecuaciones siguientes:



La reversión del ión de bisulfato al sulfato sucede al enfriar la lechada desprendiendo un protón adicional, así la lechada enfriada contiene ácido de exceso que debe ser neutralizado.

Patente U.S. No. 45448794 (Californian níquel Corporation) describe el uso de la fracción de saprolita del mineral para neutralizar la acidez del material de lixiviación a presión de limonita. Sin embargo, la temperatura de la neutralización fue alta y las recuperaciones de níquel y cobalto fueron bajas.

Patente U.S. No. 6379636 (BHB-Billiton) describe un proceso que involucra la lixiviación ácida a presión de limonita, seguida por lixiviación a presión atmosférica de saprolita, usando la lechada de descarga de autoclave, en combinación con iones de metal alcalino seleccionados para formar jarosita,  $\text{M}(\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6)$ ,  $\text{M}=\text{Na}, \text{K}, \text{o } \text{NH}_4$ , forma en la cual el hierro es descargado a los pozos o piscinas de residuos.

Sin embargo, el hierro descargado como jarosita, resulta en un alto consumo de ácido, como se sabe, que se requieren 1.5 moles de ácido sulfúrico para disolver 1 mol de hierro férrico, solo 1 mol de ácido sulfúrico es desprendido durante la precipitación de

jarosita para ayudar la lixiviación de la fracción de saprolita. La jarosita no es un compuesto estable y desprende ácido lentamente cuando es expuesta a la intemperie, lo que podría tener impactos negativos al ambiente.

Patente U.S. No. 6391089 (Curlook) describe un proceso de lixiviación, mediante el cual la solución de descarga ácida de la autoclave se recicló a la etapa de preparación de mineral de alimentación, efectuando así una reducción significativa del consumo de ácido. Sin embargo, hay complicaciones con el reciclaje de magnesio disuelto y se necesita un exceso de ácido sulfúrico para la formación de bisulfato de magnesio ( $\text{Mg}(\text{HSO}_4)_2$ ), a la temperatura de lixiviación en la autoclave.

Se desea como consecuencia, un proceso que combine los beneficios de una alta recuperación de metal, por mol de ácido consumido, del cuerpo entero de mineral y la descarga de desechos sólidos ambientalmente aceptable.

La presente invención tiene el objetivo de suministrar un proceso que resuelve o minimiza las dificultades asociadas con la técnica convencional.

La discusión de documentos, actas, materiales, equipos, artículos y similares está incluida en esta descripción solamente con el objeto de proporcionar un contexto para la presente invención. No se sugiere que alguno o todos estos documentos formaran parte de la técnica anterior o fueran conocimientos generales comunes en el campo relevante a la presente invención, por el hecho de ser anteriores a la fecha de prioridad de esta solicitud.

## RESUMEN DE LA PRESENTE INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso de lixiviación de minerales de laterita portando níquel, mediante el tratamiento hidrometalúrgico de la fracción de "limonita" y de la fracción de "saprolita" del mineral, en una forma secuencial para recuperar níquel y cobalto, mientras que se desprende hierro tanto como goetita, hematita y/o cualquier forma distinta de óxido de hierro de bajo sulfato o hidróxido.

Toda el agua u otros medios usados para formar lechadas y/o soluciones de ácido que forman parte del proceso en la presente invención, tienen una composición iónica que evita sustancialmente la precipitación de hierro como jarosita. Esto es, el agua usada en el proceso debe tener una composición iónica sustancialmente libre de iones de sodio, potasio y amonio. Esto es porque estos iones en particular, son los componentes de la jarosita. La ausencia de tales iones va a evitar la formación de jarosita y conducir a la precipitación de hierro como goetita y/o hematita. Convenientemente, aquí y en las reivindicaciones hemos indicado, el desecho de hierro como goetita y/o hematita, pero el hierro puede ser desechado en una o diferentes formas de óxido de hierro de bajo sulfato o hidróxido.

De acuerdo a esto, la presente invención indica un proceso para la recuperación de níquel y cobalto de minerales de laterita portando níquel que incluye los pasos de:

- a) suministrar un mineral de laterita portando níquel y separar el mismo en su fracción de limonita de bajo magnesio y saprolita de alto magnesio;
- b) tratar la fracción de limonita en una solución de ácido en un primer paso de lixiviación a alta presión para producir una lechada de lixiviación primaria;
- c) añadir la fracción de saprolita a la lechada de lixiviación primaria para iniciar la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, mientras que se desprende simultáneamente ácido adicional de la precipitación de hierro, para efectuar un paso secundario de lixiviación atmosférica, produciendo una lechada secundaria de lixiviación;

en donde toda el agua usada para preparar las lechadas de minerales y/o soluciones de ácido, tiene una composición iónica que evita sustancialmente la formación de jarosita.

Más preferiblemente, se preparan primero lechadas de las fracciones de minerales de limonita y saprolita que son procesadas en la presente invención, mediante la combinación con agua, antes de que sean sometidas al proceso de lixiviación. El contenido de sólidos de las lechadas de limonita y saprolita, está preferiblemente entre 20% y 40% en peso. Todas las lechadas de mineral y soluciones de ácido para los pasos de lixiviación son preparadas con agua que contiene bajos niveles de iones alcali metálico, sodio, potasio y amonio. Mientras que pueden tolerarse niveles menores de iones de sodio, potasio y amonio, los niveles presentes deben ser lo suficientemente bajos para evitar la precipitación de hierro como jarosita, o por lo menos solamente niveles no significativos de precipitación como jarosita. Un componente de la jarosita puede ser cualquiera de iones de sodio, o de potasio, o de amonio.

La fracción de saprolita puede ser añadida, o directamente a la lechada primaria de lixiviación, o puede ser sometida a un paso de lixiviación preliminar, sometiendo la fracción de saprolita a una lixiviación a presión atmosférica, con ácido sulfúrico. La lechada preliminar de lixiviación resultante, entonces es combinada con la lechada de lixiviación primaria, para iniciar el paso secundario de lixiviación a presión atmosférica y la precipitación de hierro como goetita y/o hematita. Cualquier material de minerales de laterita de la zona de transición, puede ser procesado, o con la fracción de limonita en el paso primario de lixiviación a presión, procesado junto con la fracción de saprolita, o, de hecho, puede ser sometido a lixiviación por separado y la lechada de lixiviación resultante puede ser combinada con la lechada de lixiviación primaria.

Más preferiblemente, el proceso incluye también los pasos de:

- d) neutralizar parcialmente la lechada de lixiviación secundaria a presión atmosférica, para elevar el pH a aproximadamente 1.5 a 2.5 para completar sustancialmente la precipitación de hierro como goetita y/o hematita; y
- e) elevar el pH a aproximadamente 2.5 a 4.5 para precipitar otras impurezas.

Entonces, de la segunda lechada de lixiviación, se pueden recuperar níquel y cobalto, usando técnicas establecidas.

### **DESCRIPCION DETALLADA DE LA PRESENTE INVENCION**

El proceso de lixiviación comienza con la lixiviación ácida a presión de la lechada de la fracción de limonita de un mineral de alterita o mineral oxidico en un proceso primario de lixiviación a presión para producir una lechada primaria de lixiviación. Preferiblemente, este paso es realizado en una autoclave a temperaturas de 230°C a 270°C y a una presión de 40 a 5000KPa (50 bar). El ácido usado es preferiblemente ácido sulfúrico concentrado.

Todas las lechadas de minerales y soluciones de ácido para los pasos de lixiviación son preparadas con agua que contiene bajos niveles de iones alcali metálicos sodio, potasio y amoníaco. Mientras que niveles bajos de iones de sodio, potasio y amoníaco pueden ser tolerados, los niveles presentes deberían ser lo suficientemente bajos como para evitar la precipitación de hierro como jarosita, o por lo menos solamente niveles no significativos de precipitación como jarosita.

La fracción de limonita misma, generalmente contiene cantidades iguales a, o mayores de 15% de hierro e iguales a, o menores de, 6% de magnesio, y aquí también se indica como una fracción de laterita de bajo contenido de magnesio. La mayoría de los depósitos de laterita níquelíferos en todo el mundo, tiene componentes de limonita con contenido de hierro en entre 15% a 40%, e incluyen minerales tales como goetita, hematita, nontranita y clorita.

El paso primario de lixiviación ácida a presión es generalmente seguido por la lixiviación de la fracción de saprolita en un paso secundario de lixiviación atmosférica. La fracción de saprolita generalmente contiene igual a, o menos de, 25% de hierro e igual, o mayor de, 6% de magnesio. Aquí esta se indica también como una fracción de alto contenido de magnesio. La fracción de saprolita se forma primero en una lechada y puede

ser añadida directamente a la lechada primaria de lixiviación del paso primario de lixiviación a presión, o puede ser sometida a un paso preliminar de lixiviación atmosférica mediante la adición de ácido para producir una lechada primaria de lixiviación. La lechada preliminar de lixiviación es entonces combinada con la lechada primaria de lixiviación. El potencial de oxidación / reducción (ORP) se controla preferiblemente, por la adición de gas de dióxido de azufre o una solución de sulfito / bisulfito, tal como una solución de bisulfito de litio que no causará la formación de jarosita.

La adición de, o la fracción de saprolita, o la lechada preliminar de lixiviación, a la lechada primaria de lixiviación, inicia la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, que desprende simultáneamente niveles mas altos de ácido que resulta de la precipitación de hierro. Esto inicia el paso secundario de lixiviación atmosférica y produce una lechada secundaria de lixiviación. El paso de lixiviación atmosférica secundario, es conducido a una temperatura elevada, preferiblemente entre aproximadamente 80°C a 150°C. El ácido descargado de la autoclave de la lixiviación ácida a presión primaria de la fracción de limonita, es usado también para asistir en la lixiviación secundaria a presión atmosférica de la fracción de saprolita.

En una modalidad, la fracción de saprolita es añadida directamente a la lechada primaria de lixiviación para iniciar la precipitación de hierro como goetita y/o hematita. La precipitación del hierro desprende simultáneamente ácido, que asiste en la iniciación del proceso secundario de lixiviación atmosférica. Se puede añadir ácido sulfúrico adicional en esta etapa, para suplementar el ácido producido durante la precipitación de hierro.

En otra modalidad, la fracción de saprolita puede ser sometida a una lixiviación preliminar a presión atmosférica, antes de la adición a la lechada primaria de lixiviación. La lechada preliminar producida de la lixiviación por separado de la fracción de saprolita, puede ser combinada entonces con la lechada primaria de lixiviación, iniciando de esta manera la precipitación de hierro en condiciones de presión atmosférica en el paso secundario de lixiviación.

Una vez combinada la fracción de saprolita con la lechada primaria de lixiviación, la lixiviación atmosférica de la fracción de saprolita inicia la precipitación de hierro como hematita y/o goetita y es descartada. Ya que hay presencia de bajos niveles de iones de sodio, potasio y amonio en el agua usada para preparar las lechadas de minerales y soluciones de ácido, el hierro descartado estará sustancialmente libre de jarosita. El ácido liberado por la precipitación del hierro, es combinado con el ácido libre presente en la descarga de la autoclave y ácido adicional añadido (si lo hay), para efectuar la lixiviación de la fracción de saprolita y la recuperación de níquel y cobalto del cuerpo de minerales.

Los sólidos residuales finalmente separados, contienen hierro como goetita y/o hematita y son una descarga aceptable para el ambiente. Sustancialmente, no hay iones alcali metálico o especies de amoníaco añadidas al sistema, de esta manera se elimina la probabilidad de la formación de jarosita con los iones férricos presentes.

La descarga de la autoclave de la lechada a presión, contiene una alta acidez libre y, en una modalidad, es contactada con la fracción de saprolita a presión atmosférica y temperatura por debajo del punto de ebullición del ácido, que es la temperatura de la descarga de la autoclave y es de aproximadamente 80°C a 105°C. Se puede añadir ácido sulfúrico adicional. A un rango de pH de aproximadamente 1.5 a 2.5 y una acidez de 0 a 10 g/l H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, los iones férricos disueltos de la saprolita y los iones férricos residuales remanentes en la lechada de descarga de la autoclave, son precipitados como hematita y/o goetita. El ácido desprendido durante esta precipitación es usado in situ para la lixiviación de más saprolita. La hematita y/o goetita formada es usada como una fuente de material de alimentación fresco concentrado, para acelerar la precipitación de hematita y/o goetita a presión atmosférica en un rango de temperatura de aproximadamente 80°C a 105°C. La precipitación rápida de hematita y/o goetita reduce los requerimientos de tamaño de los recipientes y los costos de operación.

La lechada secundaria de lixiviación resultante del paso secundario de lixiviación, se neutraliza preferiblemente por la adición de una base, que puede ser seleccionada generalmente de lechadas de carbonato de calcio o hidróxido, o lechadas de carbonato

de magnesio u óxido, para elevar el pH a aproximadamente 1.5 a 2.5. A este pH, la precipitación de hierro como goetita y/o hematita está sustancialmente completada. Elevando más el pH, a aproximadamente 2.5 a 4.5, se pueden precipitar también impurezas adicionales tales como cromo, cobre y aluminio. Las lechadas usadas para elevar el pH de la lechada secundaria de lixiviación, son preparadas con agua con bajos niveles de los iones alcali metálico, sodio, potasio y amoníaco, para evitar la formación de jarosita.

El mineral en su totalidad puede tener también un contenido de mineral de zona de transición, que contiene un nivel medio de un contenido de magnesio. Generalmente, la zona de transición que es encontrada entre las fracciones de limonita y saprolita en el cuerpo del mineral, tendrá un contenido de magnesio de aproximadamente 5% a 7%. Este mineral de contenido medio de magnesio puede ser procesado con, o la fracción de limonita, o la fracción de saprolita, es decir, que puede ser sometido a la lixiviación inicial a presión en la autoclave, junto con la fracción de limonita, o procesada con la fracción de saprolita, o por la adición directamente a la lechada primaria de lixiviación, o sometida a un paso de lixiviación preliminar a presión atmosférica con la fracción de saprolita. En una modalidad adicional, la fracción de contenido medio de magnesio, puede ser sometida a lixiviación también por separado en condiciones atmosféricas con la lechada de lixiviación resultante combinada con la lechada de lixiviación primaria, en el paso secundario de lixiviación.

En una forma mas preferida de la presente invención, níquel y cobalto son recuperados de un mineral de laterita o de un mineral oxidico durante el proceso en el cual el hierro disuelto es precipitado como goetita y/o hematita para lograr un alto nivel de ácido disponible para el proceso de lixiviación. La lechada secundaria de lixiviación que contiene níquel y cobalto disuelto, puede ser sometida a técnicas establecidas de separación de líquido/sólido, seguido por un tratamiento adicional del líquido para recuperar el níquel y el cobalto. El hierro sólido en la forma de goetita y/o hematita se descarta.

La disposición final de hierro como goetita y/o hematita, sustancialmente libre de jarosita, crea beneficios ambientales, ya que cada uno es un compuesto relativamente estable y reduce o elimina el desprendimiento de ácido cuando esté expuesto a la intemperie. Además, el nivel de ácido disponible es producido in situ, reduciendo la necesidad de ácido adicional, lo que proporciona beneficios económicos.

### **DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS**

Los dibujos 1 a 5 ilustran diagramas de flujo preferidos para el proceso de la presente invención. Se debería entender, que los dibujos son ilustraciones de las modalidades preferidas de la invención y el alcance de la presente invención no debe considerarse limitado a los mismos.

En cada uno de los dibujos, todo el mineral es primero sometido a la separación de minerales para separar el mineral de laterita con bajo contenido de magnesio (limonita), del mineral de contenido alto de magnesio (saprolita). Esto se logra generalmente por la clasificación selectiva de minería, o post-minería. El mineral de contenido medio de magnesio, que se encuentra generalmente en la zona de transición entre las fracciones de limonita y de saprolita, puede ser procesado, como se ilustra, o con las fracciones de limonita, o, con las fracciones de saprolita, o puede ser procesado por separado. En cada dibujo, este mineral es indicado como "laterita de magnesio medio".

También, en cada uno de los dibujos, todas las lechadas y soluciones de ácido usadas en los procesos de lixiviación, son preparadas usando agua que contiene bajos niveles de iones álcali metálicos.

En el dibujo 1, la fracción de laterita de bajo contenido de magnesio (limonita) (1) es tratada con ácido sulfúrico (3) en una etapa de lixiviación a presión (5) a aproximadamente 250°C y una presión de 4500 kPa (45 bar), junto con la laterita de Mg medio (7). La fracción de alto contenido de Mg del mineral (9) (saprolita) es tratada con ácido sulfúrico (3) en una lixiviación preliminar a presión atmosférica (11) con

temperaturas por debajo del punto de ebullición del ácido. Preferiblemente, la temperatura de este paso de lixiviación es de aproximadamente 80°C a 150°C. La cantidad de ácido a ser añadido se calcula según las propiedades predeterminadas de la saprolita, y la proporción deseada entre limonita y saprolita a ser procesada. Esta característica de esta modalidad permite la variación de la proporción entre limonita y saprolita a ser procesada, mientras se mantienen las recuperaciones altas de metal. La lechada de lixiviación atmosférica de saprolita con alto contenido de Mg (13) es añadida a la descarga de la autoclave de la etapa de lixiviación a presión (15) en un paso de etapa secundaria de lixiviación a presión atmosférica (17).

El paso secundario de lixiviación incluye la lixiviación adicional simultánea de saprolita y la precipitación de hierro como goetita y/o hematita. Con la introducción de la lechada de lixiviación de saprolita, sucede generalmente la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, desprendiendo más ácido para asistir en una lixiviación futura. La saprolita contiene generalmente algún hierro como goetita, que funciona como material de siembra para acelerar la reacción, sin embargo, con el fin de mejorar aún más la siembra de reacción, se pueden añadir material de siembra con concentraciones mas altas de goetita y/o hematina para asistir en el proceso de precipitación y mejorar la lixiviación.

Cuando los procesos de la lixiviación secundaria se consideran completos, se puede efectuar la separación clásica de líquido/sólido de la lechada (21), seguido por un tratamiento adicional del licor antes de la recuperación de níquel y cobalto (23) y el desecho de los sólidos de goetita y/o hematita (19) después del ajuste adecuado del pH.

En una segunda modalidad descrita en el dibujo 2, la fracción de bajo contenido de Mg (1) es tratada con ácido sulfúrico (3) en una etapa de lixiviación a presión (5) junto con la fracción de laterita de MG medio (7) a aproximadamente 250°C y una presión de 4500 kPa (45 bar). La fracción del mineral con alto contenido de Mg (9) es directamente añadida a la lechada de descarga de la autoclave en un paso de lixiviación atmosférica (16). Se puede añadir ácido sulfúrico adicional (3) a la segunda etapa de lixiviación, si se requiere.

La etapa de lixiviación atmosférica (16) incluye la lixiviación simultánea de saprolita y precipitación de hierro como goetita y/o hematita. La dosis del mineral de saprolita con alto contenido de Mg añadida a la lechada primaria de lixiviación, se determina por el ácido libre remanente del paso de lixiviación primaria a presión, el ácido desprendido durante la precipitación de hierro como goetita y/o hematita y el consumo de ácido de la fracción de saprolita de alto MG en extracciones dadas de Ni, Co, Fe, Mn, Mg y otros iones.

Cuando los procesos de la lixiviación secundaria están completos, se puede efectuar la separación clásica de líquido/sólido de la lechada (21), seguida por un tratamiento adicional del licor antes de la recuperación de níquel y cobalto (23) y el desecho de los sólidos de goetita y/o hematita (19) después del ajuste adecuado del pH.

El dibujo 3 es una variación del proceso descrito para el dibujo 2 en donde solamente la fracción de limonita de bajo Mg (1) es sometida a lixiviación ácida a presión (4), mientras se permite a las fracciones de laterita de Mg medio (7) y las fracciones de saprolita de alto Mg (9) del mineral, pasar directamente a la etapa secundaria de lixiviación (18). Se puede añadir más ácido sulfúrico (3) directamente a la etapa secundaria de lixiviación.

El dibujo 4 es una modificación adicional en donde la fracción de limonita de bajo Mg del mineral (1), es sometida a lixiviación ácida a presión (4) mientras que el mineral con contenido medio de Mg es sometido a una lixiviación preliminar a presión atmosférica (6) con ácido (3) a temperaturas por debajo del punto de ebullición del ácido (80°C a 105°C). La fracción de saprolita con alto contenido de Mg (9) es dirigida al proceso secundario de lixiviación atmosférica (20) en combinación con la lechada de lixiviación a alta presión y la lechada de la lixiviación preliminar atmosférica del mineral de laterita de Mg medio.

EL dibujo 5 indica un proceso en donde la fracción de limonita de bajo Mg es sometida en una autoclave a una lixiviación ácida a alta presión (4) siguiendo la adición de ácido sulfúrico (3) mientras ambas, la fracción de laterita de Mg medio (7), y la fracción

de saprolita de alto Mg (9) son tratadas en una lixiviación preliminar a presión atmosférica (12) con ácido sulfúrico (3) a temperaturas elevadas. Las descargas de las lechadas de la lixiviación a presión alta y a presión atmosférica son combinadas en una lixiviación secundaria atmosférica (24). El níquel y cobalto en solución, son recuperados mediante la separación de líquido/sólido de la lechada (21) seguida por un tratamiento adicional del líquido (23) y la remoción de hierro como goetita y/o hematita en forma sólida.

### **EJEMPLOS**

Ejemplo 1. Procesamiento de mineral, ensayo químico e investigación mineralógica

Se agitaron tres muestras de limonita en agua de chorro por 2 horas y se cribaron a 1 mm. Cualquier material de tamaño más grande se molió a menos de 1 mm, en un molino de barras con agua baja en iones de Na, K y  $\text{NH}_4$ . Se molieron dos muestras de saprolita en un molino de barra con agua con bajo contenido de iones de Na, K y  $\text{NH}_4$  a  $\text{P80} < 75$  micrómetros y  $\text{P100} < 650$  micrómetros. Las lechadas de limonita y saprolita se ajustaron a una concentración de sólidos de 30% por peso y 25% por peso respectivamente. La distribución de tamaños de partículas SG y PSD de los minerales se midió con un instrumento Malvern y se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: SG y PSD de la minerales de alimentación

| Mineral de<br>alimentación | SG<br>g/ml | PSD                |                    |                    |
|----------------------------|------------|--------------------|--------------------|--------------------|
|                            |            | P <sub>80</sub> μm | P <sub>50</sub> μm | P <sub>10</sub> μm |
| Limonita 1                 | 3.38       | 19.3               | 7.69               | 2.86               |
| Limonita 2                 | 3.52       | 20.7               | 8.63               | 3.14               |
| Limonita 3                 | 3.70       | 37.0               | 6.55               | 0.75               |
| Saprolita 1                | 2.77       | 52.0               | 11.9               | 0.76               |
| Saprolita 2                | 3.38       | 46.1               | 17.46              | 3.54               |

Los resultados de los ensayos químicos de las muestras de mineral están dadas en la Tabla 2.

Tabla 2: Análisis químico de muestras de laterita

| Muestra     | % Al | % Ca | % Co | % Cr | % Cu | %Fe   | % Mg  |
|-------------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| Limonita 1  | 1.80 | 0.02 | 0.15 | 1.90 | 0.01 | 37.80 | 4.90  |
| Limonita 2  | 2.00 | 0.04 | 0.18 | 2.20 | 0.01 | 41.50 | 2.70  |
| Limonita 3  | 0.91 | 0.31 | 0.08 | 0.31 | 0.01 | 25.20 | 5.20  |
| Saprolita 1 | 1.70 | 0.93 | 0.12 | 0.93 | 0.02 | 13.80 | 14.00 |
| Saprolita 2 | 0.73 | 0.13 | 0.12 | 0.95 | 0.01 | 16.10 | 12.40 |

Tabla 2: Análisis químico de muestras de laterita (cont.)

| Muestra     | % Mn | % Na | % Ni | % Pb | % S  | % Si  | % Zn |
|-------------|------|------|------|------|------|-------|------|
| Limonita 1  | 0.85 | 0.00 | 1.60 | 0.00 | 0.17 | 7.5   | 0.03 |
| Limonita 2  | 0.95 | 0.03 | 1.60 | 0.00 | 0.17 | 5.80  | 0.03 |
| Limonita 3  | 0.35 | 1.80 | 2.30 | 0.00 | 0.17 | 15.30 | 0.00 |
| Saprolita 1 | 0.66 | 0.00 | 1.90 | 0.00 | 0.02 | 17.70 | 0.01 |
| Saprolita 2 | 0.38 | 0.06 | 2.40 | 0.00 | 0.03 | 18.10 | 0.01 |

Los resultados de la investigación de mineralogía de muestras de mineral son brevemente resumidos en la Tabla 3.

Tabla 3: Mineralogía

| Mineral     | Mayor mineral conteniendo Ni     |
|-------------|----------------------------------|
| Limonita 1  | Goetita                          |
| Limonita 2  | Goetita                          |
| Limonita 3  | Goetita                          |
| Saprolita 1 | Serpentina, garnierita           |
| Saprolita 2 | Serpentina, asbolana, nontronita |

Ejemplo 2: lixiviación a presión consecutiva con limonita 1 que contiene 4.9% Mg y lixiviación atmosférica con saprolita 2.

914 gramos de lechada de Limonita 1 al 30.3% p/p (mostrada en el ejemplo 1) y 118 gramos de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 98% se añadieron a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación a presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a 250°C y 4800 (kPa) 48 bar. Simultáneamente, 1101 gramos de lechada de saprolita 2 al 25.2% p/p (mostrada en el ejemplo 1) y 159 gramos de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 98%,

se combinaron en un reactor de vidrio de 3 litros agitado y se sometieron a lixiviación por 30 minutos a 95°C – 104°C y presión atmosférica. La saprolita se calentó a 60°C antes de la adición del ácido. La acidez de la solución final de ambas, la lixiviación a presión con limonita y la lixiviación atmosférica con saprolita, fue 38.3 gramos por litro y 15.7 gramos por litro respectivamente. La lechada de la lixiviación a presión se transfirió mientras estaba todavía caliente ( $\approx 90^\circ\text{C}$ ) al reactor de vidrio y se mezcló con lechada de lixiviación de saprolita para continuar la lixiviación atmosférica y la precipitación de hierro a una temperatura de 95°C a 104°C por 9.5 horas más. El ORP fue controlado en el rango de 523 – 605 mV (versus prueba AgCl), mediante la adición de una solución de bisulfito de litio que no causará la formación de jarosita. La concentración de níquel y hierro en la solución después de la lixiviación atmosférica fue 4.0 y 3.2 g/l respectivamente. Se añadió lechada de piedra caliza (20% p/p, y preparada con agua baja en iones Na, K, y  $\text{NH}_4$ ) al reactor para alcanzar un pH de 2, manteniendo una temperatura de 85°C a 100°C por una hora, completando la precipitación de hierro. La concentración final de níquel y hierro en solución después de la etapa de la adición de piedra caliza fue 4.1 g/litro y 0.35 g/l respectivamente.

La tabla 4 ilustra las principales condiciones operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y la fase menor de la precipitación de hierro fueron hematita y goetita respectivamente. No se encontró jarosita alguna en el residuo final.

Tabla 4: Condiciones operativas mayores y extracciones globales de Ni y Co

| Acido /<br>Limonita<br>(kg/t) | Acido /<br>Saprolita<br>(kg/t) | Limonita/Sapro-<br>lita-Proporción<br>en peso | Acido / Ext. Ni<br>mineral*<br>(kg/t) | Ext. Co<br>% | Ext. Co<br>% |
|-------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------|--------------|--------------|
| 419                           | 562                            | 1 : 1                                         | 490                                   | 82.5         | 86.7         |

\* limonita más saprolita

Ejemplo 3: lixiviación a presión consecutiva con limonita 2 conteniendo 2.7% mg y lixiviación atmosférica con saprolita 2

914 gramos de lechada Limonita 2 al 30.5% w/w (mostrada en el ejemplo 1) y 104 gramos de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 98% se añadieron a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación a presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a 250°C y 4800 kPa (48 bar). Simultáneamente, 1101 gramos de lechada de saprolita 2 al 25.2 % w/w (mostrada en el ejemplo 1) y 181 gramos de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 98%, fueron combinados en un reactor de vidrio de 3 litros agitado, y sometidos a lixiviación por 30 minutos a 95°C – 104°C y presión atmosférica. La saprolita se calentó a 60°C antes de la adición del ácido. La acidez de la solución final de ambas, la lixiviación a presión con limonita y la lixiviación atmosférica con saprolita, fue 46.1 gramos por litro y 22.6 gramos por litro respectivamente. La lechada de lixiviación a presión se transfirió mientras todavía estaba caliente (≈90°C) al reactor de vidrio y se mezcló con lechada de lixiviación de saprolita para continuar la lixiviación atmosférica y precipitación de hierro a una temperatura de 95°C a 104°C por 9.5 horas más. El ORP fue controlado en el rango de de 552-621 mV (versus prueba AgCl), mediante la adición de una solución de bisulfito de litio que no causará la formación de jarosita. La concentración de níquel y hierro en la solución después de la lixiviación atmosférica fue 4.9 y 8.4 g/l respectivamente. Se añadió lechada de piedra caliza (20% por peso, y preparada con agua baja en iones Na, K, y NH<sub>4</sub>) para completar la precipitación de hierro. La lechada fue añadida lentamente al reactor para

alcanzar un pH de 2, a una temperatura de 85°C a 100°C por una hora, completando la precipitación de hierro. La concentración final de níquel y hierro en solución después de la etapa de la adición de piedra caliza fue 4.3 g/litro y 0.48 g/l respectivamente.

La tabla 5 ilustra las principales condiciones operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y la fase menor de la precipitación de hierro fueron hematita y goetita respectivamente. No se encontró jarosita alguna en el residuo final.

Tabla 5: Condiciones operativas principales y extracciones globales de Ni y Co

| Acido /<br>Limonita<br>(kg/t) | Acido /<br>Saprolita<br>(kg/t) | Limonita/Sapro-<br>lita-Proporción<br>peso a peso | Acido / Ext.<br>mineral*<br>(kg/t) | Ni Ext.<br>% | Co<br>% |
|-------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------|--------------|---------|
| 369                           | 639                            | 1 : 1                                             | 505                                | 86.7         | 86.4    |

- limonita más saprolita

EJEMPLO 4: lixiviación a presión consecutiva con limonita 3 conteniendo 5.2% mg y lixiviación atmosférica con saprolita 1

923 gramos de lechada Limonita 3 al 29.09% p/p (mostrada en el ejemplo 1) y 114 gramos de H2SO4 al 98% se añadieron a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación a presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a 250°C y 4800 kPa (48 bar). Simultáneamente, 1088 gramos de lechada saprolita 1 al 24.7 %p/p (mostrada en el ejemplo 1) y 180 gramos de H2SO4 al 98%, se combinaron en un reactor de vidrio de 3 litros agitado y se sometieron a lixiviación por 30 minutos a 95°C – 104°C y presión atmosférica. La saprolita fue calentada a 60°C antes de la adición del ácido. La acidez de la solución final de ambas, la lixiviación a presión con limonita y la lixiviación atmosférica con saprolita, fue 36.3 gramos por litro y 16.7 gramos por litro respectivamente. La lechada de la lixiviación a presión se transfirió

mientras todavía estaba caliente (90°C) al reactor de vidrio y se mezcló con lechada de lixiviación de saprolita para continuar la lixiviación atmosférica y precipitación de hierro a una temperatura de 95°C a 104°C por 9.5 horas más. El ORP fue controlado en el rango de 459 - 576 mV (versus prueba AgCl), mediante la adición de una solución de bisulfito de litio que no causará la formación de jarosita. La concentración de níquel y hierro en la solución después de la lixiviación atmosférica fue 4.3 y 1.7 g/l respectivamente. Se añadió lechada de piedra caliza (20% por peso, y preparada con agua baja en iones Na, K, y NH<sub>4</sub>) al reactor para alcanzar un pH de 2, manteniendo una temperatura de 85°C a 100°C por una hora, completando la precipitación de hierro. La concentración final de níquel y hierro en solución después de la etapa de la adición de piedra caliza fue 4.2 g/litro y 0.86 g/l respectivamente.

La tabla 6 ilustra las principales condiciones operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y la fase menor de la precipitación de hierro fueron hematita y goetita respectivamente. No se encontró jarosita alguna en el residuo final.

Tabla 6: Principales Condiciones operativas y extracciones globales de Ni y Co

| Acido /<br>Limonita<br>(kg/t) | Acido /<br>Saprolita<br>(kg/t) | Limonita/Sapro-<br>lita-Proporción<br>peso a peso | Acido / Ext.<br>mineral*<br>(kg/t) | Ni Ext.<br>% | Co<br>% |
|-------------------------------|--------------------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------|--------------|---------|
| 405                           | 656                            | 1 : 1                                             | 533                                | 90.6         | 91.0    |

\*limonita más saprolita

La anterior descripción tiene el propósito de ser ilustrativa de la modalidad preferida de la presente invención. Se debe entender por los que conocen la técnica, que se pueden efectuar varias modificaciones y/o alteraciones sin desviarse del espíritu de la presente invención, que están todavía dentro del alcance de la presente invención.

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la recuperación de níquel y cobalto de minerales de laterita que contienen níquel que incluye los pasos de suministrar una fracción de limonita con bajo contenido de magnesio y una porción de saprolita con alto contenido de magnesio de un mineral de laterita que contiene níquel, caracterizado por que comprende los pasos de:

- a) tratar la fracción de limonita con ácido en un primer paso de lixiviación a alta presión para producir una lechada de lixiviación primaria;
- b) añadir la fracción de saprolita a la lechada de lixiviación primaria para iniciar la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, mientras que se desprende simultáneamente ácido adicional de la precipitación de hierro, para efectuar un paso secundario de lixiviación atmosférica, produciendo una lechada secundaria de lixiviación;
- c) recuperar níquel y cobalto de la lechada secundaria de lixiviación;

en donde toda el agua usada para preparar las lechadas de mineral y de proceso y/o soluciones de ácido, tiene una composición iónica que evita la formación de jarosita.

- 2. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde las fracciones de minerales son primero preparadas como una lechada antes de ser sometidas al proceso de lixiviación.
- 3. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, incluyendo los pasos adicionales de:
  - d) parcialmente neutralizar la lechada secundaria de lixiviación para elevar el pH a 1.5 hasta 2.5 para completar la precipitación de hierro como goetita y/o hematita; y
  - e) elevar el pH de la lechada secundaria de lixiviación a 2.5 hasta 4.5 para precipitar otras impurezas.

4. Un proceso de conformidad con la reivindicación 3 en donde una lechada de carbonato de calcio o hidróxido, o una lechada de carbonato de magnesio u óxido, se usa para elevar el pH de la lechada secundaria de lixiviación.
5. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la fracción de limonita contiene la cantidad igual a, o mayor del 15% p/p de hierro e igual a, o mayor de, 6% p/p de magnesio.
6. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la fracción de saprolita contiene la cantidad igual a, o mayor del 25%p/p de hierro e igual a, o mayor de, 6% p/p de magnesio.
7. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde el mineral de laterita que contiene níquel, incluye también una zona de transición de mineral que tiene un contenido de magnesio entre 5% y 7% en peso, que es procesado:
  - a) junto con la fracción de limonita en el paso primario de lixiviación a presión; o
  - b) adicionado junto con la fracción de saprolita al paso de lixiviación secundaria; o
  - c) lixiviado separadamente a presión atmosférica en donde la lechada resultante se combina con la lechada primaria de lixiviación en un paso secundario de lixiviación a presión atmosférica.
8. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la fracción de limonita es sometida a una lixiviación ácida a presión en una autoclave a temperaturas de 230°C a 270°C y una presión de 4000 kPa a 5000 kPa (40 a 50 bar).
9. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la fracción de saprolita es primero sometida a un paso de lixiviación preliminar atmosférica

mediante la adición de una solución de ácido para producir una lechada preliminar de lixiviación, que entonces es combinada con la lechada primaria de lixiviación.

10. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde el paso secundario de lixiviación atmosférica es realizado en el rango de 80°C a 105°C.
11. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde se añade ácido sulfúrico adicional durante el paso secundario de lixiviación atmosférica, para suplementar el ácido desprendido durante la precipitación del hierro.
12. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la descarga de la lechada a presión contiene acidez libre y es contactada con la lechada de lixiviación de la fracción de saprolita a presión atmosférica y a una temperatura por debajo del punto de ebullición del ácido.
13. Un proceso de conformidad con la reivindicación 14, en donde la temperatura de la descarga de la lechada a presión está entre 80°C - 105°C.
14. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde la hematita y/o goetita formada, es usada como una fuente de material de siembra concentrado para acelerar la precipitación de hematita y/o goetita a presión atmosférica.
15. Un proceso de conformidad con la reivindicación 1, en donde el ácido usado en el paso primario de lixiviación a alta presión, es ácido sulfúrico concentrado.

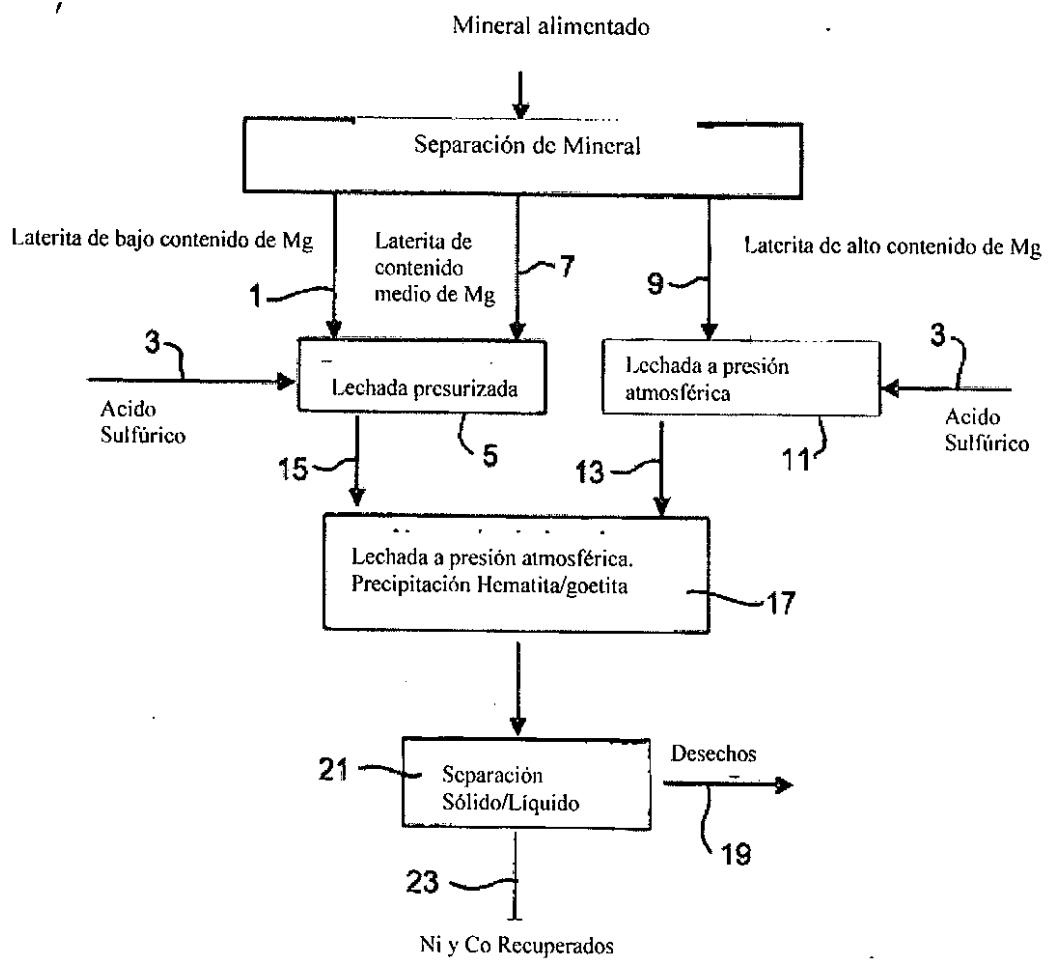


FIG 1

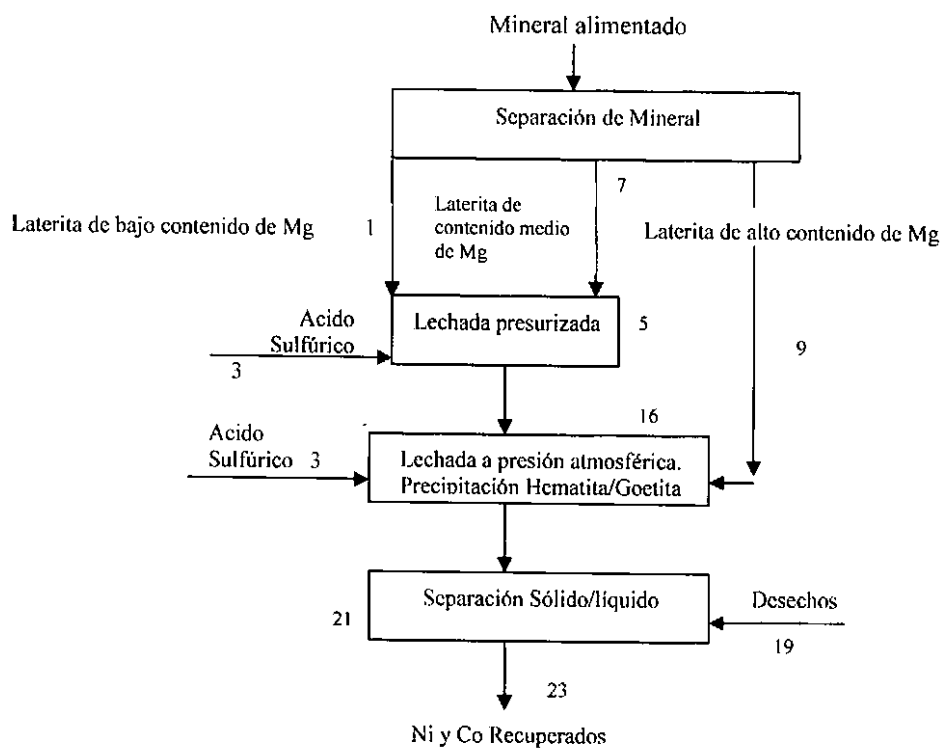


FIG 2

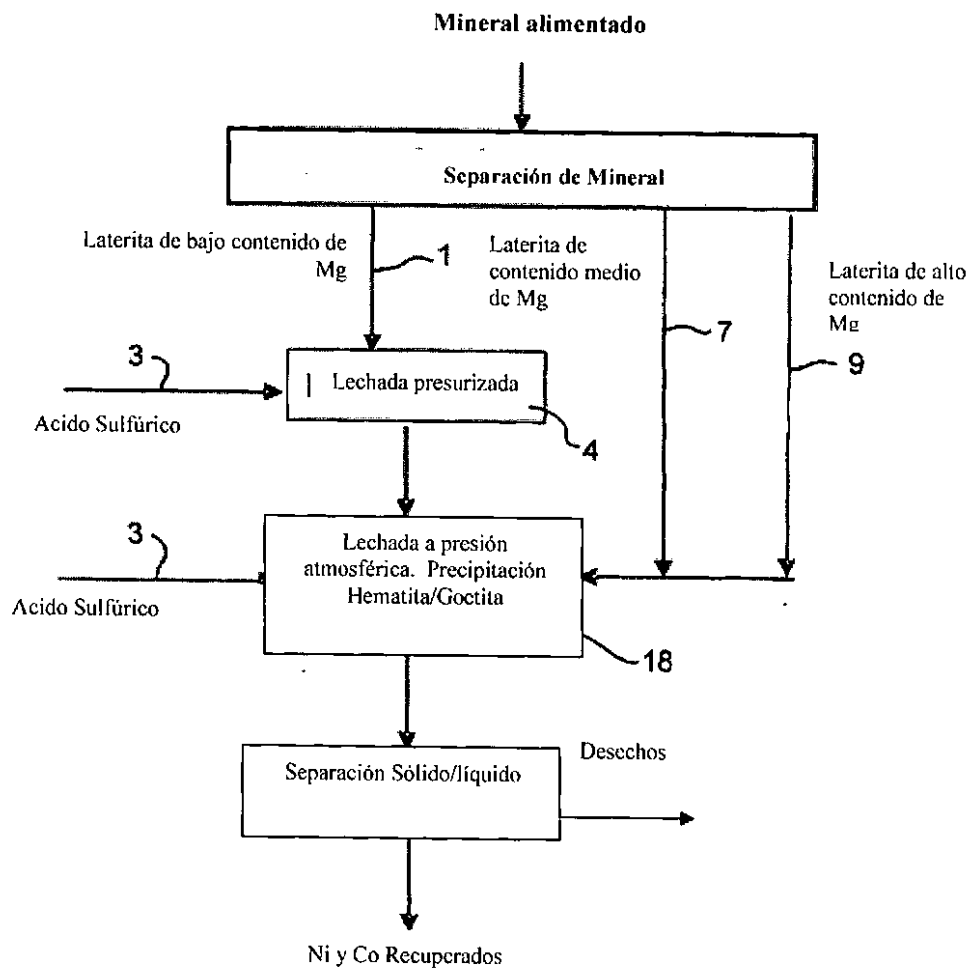


FIG 3

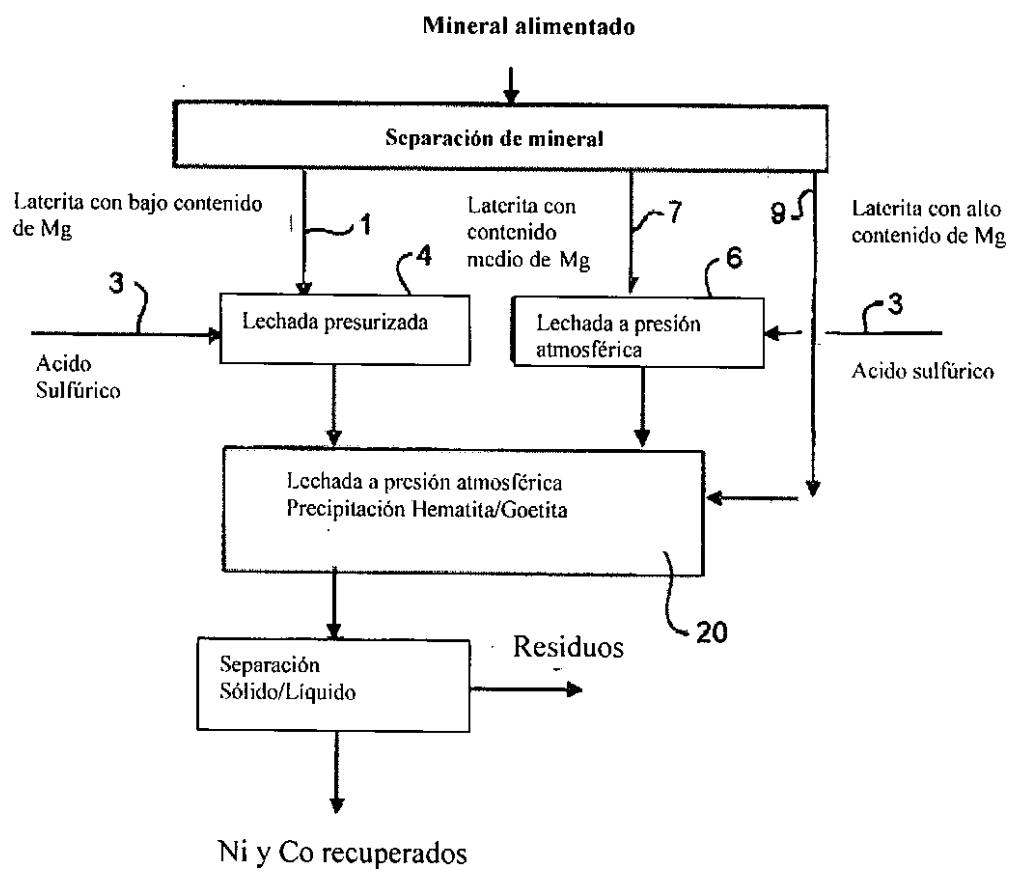


FIG 4

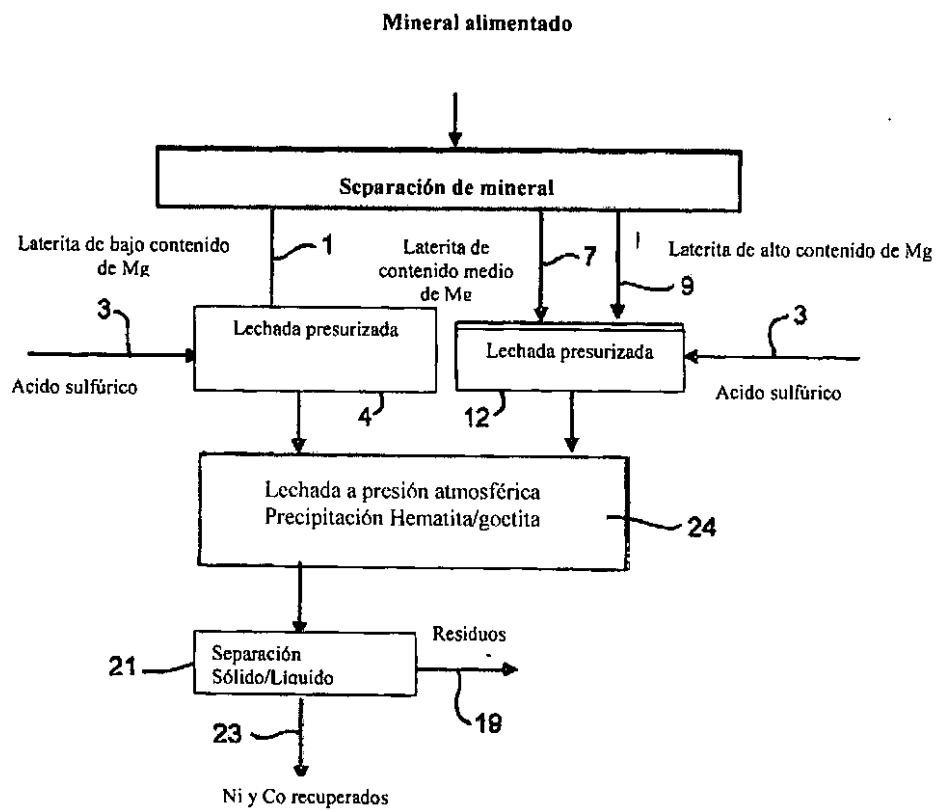


FIG 5