



No. 07-093397-00000-0000

Fecha: 2007-09-11 12:34:40 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTEIYI Eva: 378 FASENACIONAL
Act. 411 PRESENTACION Folios: 75

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE
PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

14/09/2007

SOLICITUD DE:

①



Patente de Invención.



Patente de Modelo de Utilidad.



Capítulo I



Capítulo II

②

SOLICITANTE (71)

Nombre: BHP BILLITON SSM TECHNOLOGY
PTY LTDDirección: Level 33, Central Park, 162-168 St
Georges Terrace, Perth, Western Australia
6000, AUSTRALIANacionalidad 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 0708

E-mail: info@castellanosyco.com

IDENTIFICACIÓN

C.C.



NIT



C.E.



Otro



Cual

Número 39'779.654 TPA 70.819

④

INVENTOR (ES) (72)

Houyuan LIU

Unit 4, 38A Mawson Street
Shortland, New South Wales 2307
Australia
Estadounidense

Damian Gary Ignatius KREBS

28 6th Avenue, Kensington
Western Australia 6151
Australia
Australiano

⑤

PCT (86)

Solicitud Internacional No. PCT/AU2006/000188

Fecha 13/02/2006

Publicación Internacional No. WO 2006/084335A1

Fecha 17/08/2006

⑥

Título (84)

PROCESO PARA LA LIXIVIACION CON ACIDO MEJORADA DE MINERALES DE
LATERITA

⑦

Clasificación Internacional (81)

G22B 3/08

⑧

Prioridad

(33) País de Origen

(32) Fecha

(31) Número de Solicitud

SI ☒NO ☐

AU

14/02/2005

2005800684

⑨

Comprobante de pago No.

07 - 67,700

Fecha

22/08/2007

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

10

Anexos

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Documento que acredite la existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso, 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:

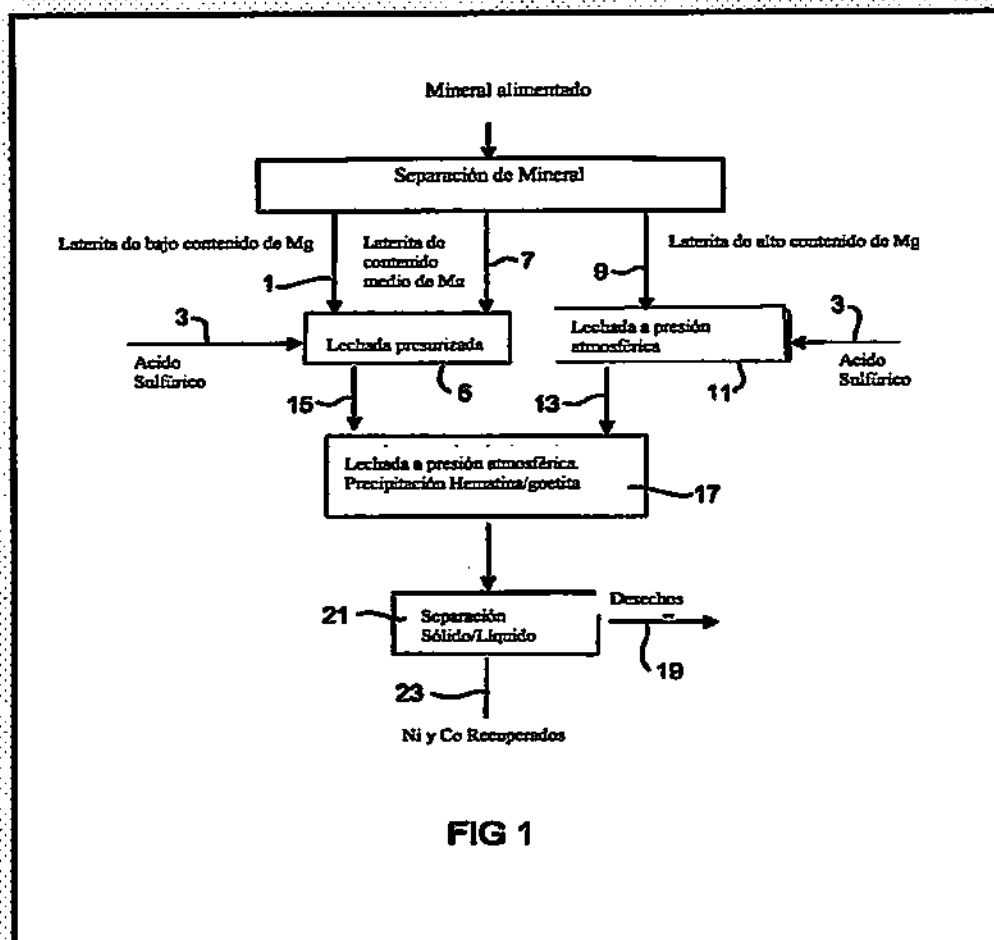


FIG 1

12 Solicito la concesión de la patente,

NOMBRE: MARGARITA CASTELLANOS ABONDANO

FIRMA:

Margarita Castellanos
C.C. No. 39.778.854 Usaquén - TPA 70.819 C.S.J.

11 SET. 2011

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIY : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 07 - 67,700
FECHA : 1 AGOSTO 22 DE 2007

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 07-093397- -00000-0000

Fecha: 2007-09-11 12:34:40 Dep. 2020 NUECREACIONES
Tra. 11 PATENTE/II Eje: 378 FASENACIONAL
Act. 411 PRESENTACION Folios: 75

******* CONSIGNACION *******

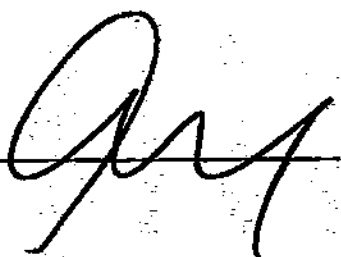
DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Gr. PAGO
ALVARO CASTELLANOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-8	66409606	22/08/2007	9,365,000.00
ALVARO CASTELLANOS	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-8	66409607	22/08/2007	3,566,000.00

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

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

SOM: 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
17 August 2006 (17.08.2006)

PCT

(10) International Publication Number
WO 2006/084335 A1(51) International Patent Classification:
C22B 3/08 (2006.01) C22B 23/00 (2006.01)
C22B 3/10 (2006.01)(21) International Application Number:
PCT/AU2006/000186(22) International Filing Date:
13 February 2006 (13.02.2006)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
2005900684 14 February 2005 (14.02.2005) 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,
Queensland 4001 (AU).

(72) Inventors; and

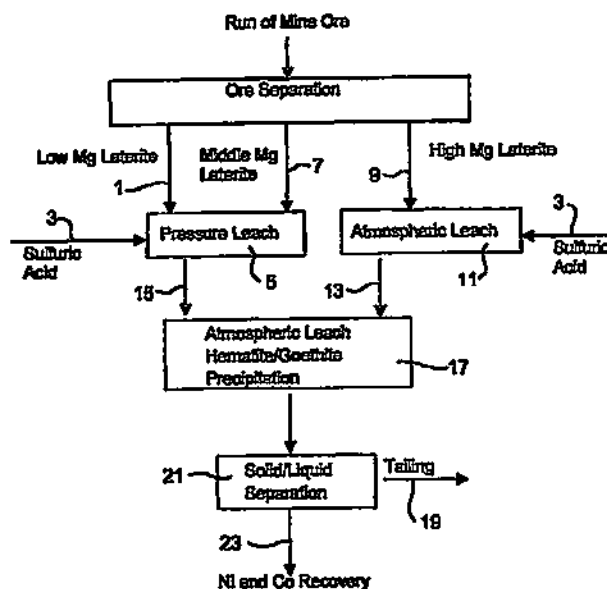
(75) Inventors/Applicants (for US only): LIU, Houyuan
[US/AU]; Unit 4, 36a Mawson Street, Shortland, New
South Wales 2307 (AU). KREBS, Damien, Gary, Ig-
natiens [AU/AU]; 28 6th Avenue, Kensington, Western
Australia 6151 (AU).(74) Agent: PHILLIPS ORMONDE & FITZPATRICK;
Levels 21 & 22, 367 Collins Street, Melbourne, Victoria
3000 (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, SI, 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 ENHANCED ACID LEACHING OF LATERITE ORES



(57) Abstract: A process for the recovery of nickel and cobalt from a nickeliferous laterite ore including the steps of : a) providing a nickeliferous laterite ore and separating that ore into its low magnesium limonite fraction and high magnesium saprolite fraction; b) treating the limonite fraction in acid solution in a primary high pressure leach step to produce a primary leach slurry; c) adding the saprolite fraction to the primary leach slurry to initiate precipitation of iron as goethite and/or hematite, while simultaneously releasing further acid from the iron precipitation, to effect a secondary atmospheric leach step, producing a secondary leach slurry; wherein all water used to prepare the ore slurries and/or acid solutions has an ionic composition that substantially avoids jarosite formation.

WO 2006/084335 A1

8
5

PROCESS FOR ENHANCED ACID LEACHING OF LATERITE ORES

Field of the Invention.

5

The present invention relates to a process for leaching nickeliferous laterite ores by the hydrometallurgical treatment of both the "limonite" and "saprolite" fractions of the ore, in a sequential manner to recover both nickel and cobalt. In particular, the invention relates to a process that combines high pressure acid
10 leaching of the limonite ore fraction of the laterite with atmospheric pressure acid leaching of the saprolite fraction of the ore in a medium that substantially avoids precipitation of iron as jarosite and recovering nickel and cobalt while discarding iron as solid goethite and/or hematite.

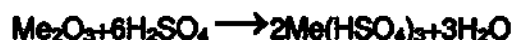
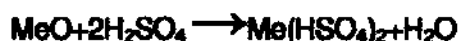
15 Background of the Invention

A laterite ore body is an oxidised ore, and a laterite ore body generally consists of a limonite upper layer (of the ore profile) and a saprolite lower layer. Geological studies have shown that the major nickel containing mineral in the
20 laterite upper layer is the low magnesium content limonite and the major cobalt mineral is asbolane. The major nickel containing minerals in the lower saprolite layer are the high magnesium containing species, serpentine, chlorite, smectite and nontronite. The cobalt content of the saprolite layer is negligible. It must be noted that generally there is no clear demarcation between upper and lower
25 laterite ore layers and on occasions an intermediate layer is often referred to as a transition zone.

In order to establish a sensible, cost effective treatment of a laterite ore body, all mineral types containing nickel and cobalt should be treated in a manner to
30 recover maximum metal values in a simple single process without discarding damaging material to the environment. In this respect, a major consideration with respect to the environmental issues is the nature of the iron compound contained in the discarded ore tailings. A major consideration with respect to

cost effective high metal recovery is the quantity and thus cost of the acid used in the leaching process.

Acid leaching of laterite ore solids whether by pressure treatment in an autoclave or by leaching at atmospheric pressure and elevated temperatures results in an acidic discharge which must be neutralised partially before the metal values can be recovered. At the high temperatures used in autoclave digests, typically around 250°C to 275°C, acid consumption to dissolve metals is doubled or tripled due to the formation of the bisulfate ion (HSO_4^-) and a single proton (H^+). This is illustrated in the following equations:



The reversion of the bisulfate to the sulfate ion occurs on cooling the slurry releasing an additional proton thus the cooled slurry inevitably contains excess acid which must be neutralised.

US patent 4548794 (Californian Nickel Corporation) describes the use of the saprolite fraction of the ore to neutralise the acidity of the limonite pressure leach material. However the temperature of the neutralisation was high and the nickel and cobalt recoveries were low.

US patent 6379636 (BHP-Billiton) describes a process which involves pressure acid leaching of limonite followed by atmospheric pressure leaching of saprolite using the autoclave discharge slurry in combination with selected alkali metal ions to form jarosite, $\text{M}(\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6)$, $\text{M} = \text{Na}, \text{K}, \text{or } \text{NH}_4$, in which form the iron is discharged to the tailings dams.

However iron discharged as jarosite results in high acid consumption as it is known that of the 1.5 moles of sulfuric acid required to dissolve 1 mole of ferric iron, only 1 mole of sulfuric acid is released during jarosite precipitation to aid leaching the saprolite fraction. Jarosite is not a stable compound and slowly releases acid as it weathers, which could have negative environmental impacts.

US patent 6391089 (Curlook) describes a leaching process whereby the acidic autoclave discharge solution was recycled to the ore feed preparation stage thus effecting a significant reduction in acid consumption. However there are
5 complications with the recycling of dissolved magnesium and excess sulfuric acid is needed for magnesium bisulfate $Mg(HSO_4)_2$ formation at the autoclave leach temperature.

Consequently a process which combines the benefits of high metal recovery,
10 per mole of acid consumed, from the complete ore body and the discharge of environmentally acceptable waste solids is most desirable.

The present invention aims to provide a process which overcomes or minimises the difficulties associated with the prior art.

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

Summary of the Invention

25 The present invention relates to a process for leaching nickeliferous laterite ores by hydrometallurgical treatment of both the limonitic and saprofitic fractions of the ore in a sequential fashion to recover nickel and cobalt while discarding iron as either goethite, hematite and/or any other form of low sulfate iron oxide
30 or hydroxide.

All water or other media used to form slurries and/or acid solutions that form part of the process in the present invention, have an ionic composition that substantially avoids precipitation of iron as jarosite. That is, the water used in

the process should have an ionic composition that is substantially free of sodium, potassium and ammonia ions. It is these ions in particular that are components of jarosite. The absence of such ions will avoid jarosite formation and lead to iron precipitation as goethite and/or hematite. Conveniently, we
5 have referred herein and in the claims to discarding iron as goethite and/or hematite but the iron may be discarded in one or more other forms of low sulfate iron oxide or hydroxide.

Accordingly, the present invention resides in a process for the recovery of nickel
10 and cobalt from a nickeliferous laterite ore including the steps of:

- a) providing a nickeliferous laterite ore and separating that ore into its low magnesium limonite fraction and high magnesium saprolite fraction;
- b) treating the limonite fraction with acid in a primary high pressure
15 leach step to produce a primary leach slurry;
- c) adding the saprolite fraction to the primary leach slurry to initiate precipitation of iron as goethite and/or hematite, while simultaneously releasing further acid from the iron precipitation, to effect a secondary atmospheric leach step, producing a secondary leach slurry;

20 wherein all water used to prepare the ore slurries and/or acid solutions has an ionic composition that substantially avoids jarosite formation.

Most preferably, both the limonite and saprolite ore fractions processed in the process of the invention are first prepared as a slurry by combining with water
25 before being subjected to the leach process. The solid content of both the limonite and the saprolite fraction slurries is preferably between 20% to 40% w/w. All ore slurries and acid solutions for the leaching steps are prepared with water containing low levels the alkalimetallic ions sodium, potassium, and ammonia. Whereas minor levels of sodium, potassium and ammonia ions may
30 be tolerated, the levels present should be sufficiently low so as to avoid precipitation of iron as jarosite, or at least only insignificant levels of precipitation as jarosite. A component of jarosite is either sodium, potassium or ammonia ions.

The saprolite fraction may be added either directly to the primary leach slurry, or may undergo a preliminary leach step by subjecting the saprolite fraction to an atmospheric pressure leach with sulfuric acid. The resultant preliminary leach slurry is then combined with the primary leach slurry to initiate the secondary atmospheric pressure leach step and the precipitation of iron as goethite and/or hematite. Any transition zone laterite ore material may be processed either with the limonite fraction in the primary pressure leach step, processed together with the saprolite fraction, or may indeed be separately leached and the resultant leach slurry combined with the primary leach slurry.

10

Most preferably, the process also includes the steps of

- (d) partially neutralising the secondary atmospheric pressure leach slurry to raise the pH to around 1.5 to 2.5 to substantially complete the precipitation of iron as goethite and/or hematite; and
- (e) raising the pH to around 2.5 to 4.5 to precipitate other impurities.

15

Nickel and cobalt may then be recovered by established techniques from the secondary leach slurry.

20

Detailed Description of the Invention

The leaching process commences with pressure acid leaching of the limonite fraction slurry of a laterite or oxidic ore in a primary pressure leach process to produce a primary leach slurry. Preferably this step is conducted in an autoclave at temperatures of from 230°C to 270°C and a pressure of from 40 to 50 Bar. The acid used is preferably concentrated sulfuric acid.

25

All ore slurries and acid solutions for the leaching steps are prepared with water containing low levels the alkalimetallic ions sodium, potassium, and ammonia. Whereas minor levels of sodium, potassium and ammonia ions may be tolerated, the levels present should be sufficiently low so as to avoid precipitation of iron as jarosite, or at least only insignificant levels of precipitation as jarosite.

30

The limonite fraction itself, generally contains equal to or greater than 15% iron and equal to or less than 6% magnesium, and has also been referred to herein as a low magnesium content laterite fraction. Major laterite nickel deposits throughout the world have limonite components with iron contents ranging from 15% to 40% iron, and include minerals such as goethite, hematite, nontronite and chlorite.

The primary pressure acid leach step is generally followed by leaching of the saprolite fraction in a secondary atmospheric leach step. The saprolite fraction generally contains equal to or less than 25% iron and equal to or greater than 6% magnesium. It is also referred to herein as a high magnesium content fraction. The saprolite fraction is first formed into a slurry and may be added directly to the primary leach slurry from the primary pressure leach step or it may be subjected to a preliminary atmospheric leach step by the addition of acid to produce a preliminary leach slurry. The preliminary leach slurry is then combined with the primary leach slurry. The oxidation/reduction potential (ORP) is preferably controlled by the addition of sulfur dioxide gas or a sulfite/bisulfite solution such as lithium bisulfite solution which will not cause the formation of jarosite.

The addition of either the saprolite fraction or the preliminary leach slurry to the primary leach slurry initiates precipitation of iron as goethite and/or hematite which simultaneously releases higher levels of acid resulting from the iron precipitation. This initiates the secondary atmospheric leach step and produces a secondary leach slurry. The secondary atmospheric leach step is conducted at an elevated temperature, preferably in the range of about 80°C to 105°C. Acid discharged from the autoclave of the primary pressure acid leaching of the limonite fraction is also used to assist the secondary atmospheric pressure leaching of the saprolite fraction.

In one embodiment, the saprolite fraction is added directly to the primary leach slurry to initiate precipitation of iron as goethite and/or hematite. Precipitation of the iron simultaneously releases acid which assists in initiating the secondary

atmospheric leach process. Additional sulfuric acid may also be added at this stage to supplement the acid produced during iron precipitation.

5 In a further embodiment, the saprolite fraction may be subjected to a preliminary atmospheric pressure leach prior to adding to the primary leach slurry. The preliminary slurry produced from separately leaching the saprolite fraction can then be combined with the primary leach slurry thereby initiating iron precipitation under atmospheric pressure leach conditions in the secondary leach step.

10

Once the saprolite fraction is combined with the primary leach slurry, atmospheric leaching of the saprolite fraction will initiate iron precipitation as hematite and/or goethite and is discarded. As only low levels of sodium, potassium and ammonia ions are present in the water used to prepare the ore
15 slurries and acid solutions, the discarded iron will be substantially free of jarosite. Acid released by the precipitation of the iron is combined with the free acid present in the autoclave discharge and additional added acid (if any), to effect leaching of the saprolite fraction and recovery of nickel and cobalt from the total ore body.

20

The final discarded tailings solids contain iron as goethite and/or hematite and are an acceptable environmental discharge. There are substantially no added alkalimetallic ions or added ammonium species to the system, therefore eliminating the prospect of forming jarosite with the ferric ions present.

25

The autoclave discharge from the pressure leach contains high free acidity and, in one embodiment is contacted with the saprolite fraction at atmospheric pressure and temperature below the boiling point of the acid, that is the temperature of the autoclave discharge is about 80°C to 105°C. Additional
30 sulfuric acid may be added. At a pH range of about 1.5 to 2.5, and an acidity of from 0 to 10g/l H_2SO_4 , the ferric ions dissolved from the saprolite and the residual ferric ions remaining in the autoclave discharge slurry are precipitated as hematite and/or goethite. The acid released during this precipitation is used *in situ* to leach more saprolite. The hematite and/or goethite formed is used as

a source of fresh concentrated "seed" material to accelerate the hematite and/or goethite precipitation at atmospheric pressure in the temperature range of about 80°C to 105°C. Rapid precipitation of hematite and/or goethite, reduces vessel size requirements and operating costs.

5

The resultant secondary leach slurry from the secondary leach step is preferably partially neutralised by the addition of a base, which may typically be chosen from calcium carbonate or hydroxide slurries, or magnesium carbonate or oxide slurries, to raise the pH to around 1.5 to 2.5. At this pH, precipitation of iron as goethite and/or hematite is substantially completed. By raising the pH further, to around 2.5 to 4.5, further impurities such as chromium, copper and aluminium may also be precipitated. The slurries used to raise the pH of the secondary leach slurry are prepared with water having low levels of the alkalimetallic ions, sodium, potassium and ammonia, to avoid jarosite formation.

15

The total ore may also have a content of transition zone ore, which contains a middle level of magnesium content. Generally, the transition zone, which is found between the limonite and saprolite fractions in the ore body, will have a magnesium content of about 5% to 7%. This middle magnesium content ore may be processed with either the limonite or saprolite fraction, that is it may be subjected to initial pressure leach in the autoclave together with the limonite fraction, or processed with the saprolite fraction by either adding directly to the primary leach slurry or subjected to a preliminary atmospheric pressure leach step with the saprolite fraction. In a further embodiment, the middle magnesium content fraction may also be leached separately under atmospheric conditions with the resultant leach slurry combined with the primary leach slurry in the secondary leach step.

20

25

In a most preferred form of the invention, nickel and cobalt are recovered from a laterite or oxidic ore during the process whereby the dissolved iron is precipitated as goethite and/or hematite to achieve a high level of available acid for the leaching process. The secondary leach slurry containing dissolved nickel and cobalt may be subjected to established liquid/solid separation

30

techniques followed by further treatment of the liquid to recover the nickel and cobalt. The solid iron in the form of goethite and/or hematite is discarded.

Discarding iron as goethite and/or hematite, substantially free of jarosite creates environmental benefits, as each is a relatively stable compound thus reducing or eliminating release of acid as it weathers. Further, the level of available acid is produced *in situ*, reducing the need for added acid providing economic benefit.

10 Description of the Drawings

Figures 1 to 5 illustrate preferred flowsheets for the process of the invention. It should be understood that the drawings are illustrative of preferred embodiments of the inventions and the scope of the invention should not be considered to be limited thereto.

15

In each of the Figures, the whole of ore is first subjected to ore separation to separate the low magnesium content laterite ore (limonite) from the high magnesium content ore (saprolite). This is generally achieved by selective mining or post mining classification. The middle magnesium content ore, which is generally found in the transition zone between the limonite and saprolite fractions, may, as illustrated be processed with either the limonite or saprolite fractions, or be processed separately. In each Figure, this ore is illustrated as "middle Mg laterite".

25 Also in each of the figures, all slurries and acid solutions used in the leaching processes are prepared using water that contains low levels of alkalimetallic ions.

In Figure 1, the low Mg laterite fraction (limonite) (1) is treated with sulfuric acid (3) in a pressure leach stage (5) at approximately 250° C and 45 Bar pressure, together with the middle Mg laterite (7). The high Mg laterite fraction of the ore (9) (saprolite) is treated with sulfuric acid (3) in a preliminary atmospheric pressure leach (11) with temperatures below the boiling point of the acid. Preferably, the temperature of this leach step is about 80°C-105°C. The

30

14

10

quantity of acid to be added is calculated from the predetermined properties of the saprolite, and the desired limonite to saprolite ratio to be processed. This feature of this embodiment allows the ratio of the limonite and saprolite to be processed to be varied, while maintaining high metal recoveries. The high Mg
5 saprolite atmospheric leach slurry (13) is added to the autoclave discharge of the pressure leach stage (15) in a secondary-stage atmospheric pressure leach step (17).

The secondary leach step includes the simultaneous additional leaching of
10 saprolite and precipitation of iron as goethite and/or hematite. With the introduction of the saprolite leach slurry, iron precipitation as goethite and/or hematite will generally occur, releasing more acid to assist with further leaching. The saprolite generally contains some iron as goethite that functions as "seed" material to accelerate the reaction, however to further enhance the reaction
15 "seeds" containing higher concentrations of goethite and/or hematite may be added to assist the precipitation process and enhance leaching.

When the processes of the secondary leaching are deemed complete, classical liquid /solids separation of the slurry may be effected (21) followed by further
20 treatment of the liquor prior to the recovery of nickel and cobalt (23) and the discarding of the goethite and/or hematite solids to waste (19) after adequate pH adjustment.

In a second embodiment described in Figure 2, the low Mg limonite fraction (1)
25 is treated with sulfuric acid (3) in a pressure leach stage (5) together with the middle Mg laterite fraction (7) at approximately 250° C and 45 Bar pressure. The high Mg fraction of the ore (9) is directly added to the autoclave discharge slurry in an atmospheric leach step (16). Additional sulfuric acid (3) may be added to the second leach stage if required.

30

The atmospheric leach stage (16) includes the simultaneous leaching of saprolite and precipitation of iron as goethite and/or hematite. The dose of high Mg saprolite ore added to the primary leach slurry is determined by the free acid remaining from the primary pressure leach step, the acid released during the

iron precipitation as goethite and/or hematite and the acid consumption of high Mg saprolite fraction at given extractions of Ni, Co, Fe, Mn, Mg and other ions.

When the processes of the atmospheric leaching are deemed complete
5 classical liquid /solids separation of the slurry (21) may be effected followed by further treatment of the liquor prior to the recovery of nickel and cobalt (23) and the discharge of the goethite and/or hematite solids to tailings (19) after adequate pH adjustment.

10 Figure 3 is a variation of the process described for Fig 2 in which only the low Mg limonite fraction (1) is subjected to pressure acid leaching (4) while allowing for the middle Mg laterite (7) and high Mg (9) saprolite fractions of the ore to go directly to the secondary leach stage (18). Further sulfuric acid (3) may be added directly to the secondary leach stage.

15

Figure 4 is a further modification in which the low Mg limonite fraction of the ore (1), is subjected to pressure acid leach leaching (4) while the middle Mg content ore is subjected to a preliminary atmospheric pressure leach (6) with acid (3) at temperatures below the boiling point of the acid (80°C to 105°C). The high Mg
20 saprolite fraction (9) is directed to the secondary atmospheric leach process (20) in combination with the high pressure leach slurry and the slurry from the preliminary atmospheric leaching of the middle Mg laterite ore.

Figure 5 outlines a process where the low Mg limonite fraction (1) is subjected
25 in an autoclave to a high pressure acid leach (4) following the addition of sulfuric acid (3) while both the middle Mg laterite (7) and high Mg (9) saprolite fractions are treated to preliminary atmospheric pressure leach (12) with sulfuric acid (3) at elevated temperatures. The discharges from the high pressure and atmospheric pressure leaches are combined in a secondary atmospheric leach
30 (24). Nickel and cobalt in solution are recovered by liquid/solid separation of the slurry (21) followed by further treatment of the liquid (23) and removal of iron as goethite and/or hematite in solid form.

Examples:

Example 1: Ore processing, chemical assay and mineralogy investigation

Three limonite ore samples were agitated in tap water for two hours and
5 screened at 1mm. Any oversize material was milled in a rod mill with water
which was low in Na, K, and NH₄ ions to less than 1mm. Two saprolite samples
were milled in a rod mill with water which was low in Na, K, and NH₄ ions to
P₈₀< 75µm and P₁₀₀<650 µm. The slurries of limonite and saprolite were
adjusted to a solids concentration of 30%w/w and 25%w/w respectively. The
10 SG and real PSD (particle size distribution) of the ores were measured with
Malvern Instrument is shown in Table 1.

Table 1: SG and PSD of Feed Ore

Feed Ore	SG g/mL	PSD		
		P ₈₀ µm	P ₅₀ µm	P ₁₀ µm
Limonite 1	3.38	19.3	7.69	2.86
Limonite 2	3.52	20.7	8.63	3.14
Limonite 3	3.70	37.0	6.55	0.75
Saprolite 1	2.77	52.0	11.9	0.76
Saprolite 2	3.38	46.1	17.46	3.54

15

The chemical assay results of the ore samples are listed in Table2.

Table 2: Chemical Analysis Laterite Samples

Sample	Al %	Ca %	Co %	Cr %	Cu %	Fe %	Mg %	Mn %	Na %	Ni %	Pb %	S %	Si %	Zn %
Limonite 1	1.80	0.02	0.15	1.80	0.01	37.80	4.90	0.85	0.00	1.60	0.00	0.17	7.5	0.03
Limonite 2	2.00	0.04	0.18	2.20	0.01	41.50	2.70	0.95	0.03	1.80	0.00	0.17	5.80	0.03
Limonite 3	0.91	0.31	0.08	0.31	0.01	25.20	5.20	0.35	1.80	2.30	0.00	0.17	15.30	0.00
Saprolite 1	1.70	0.93	0.12	0.93	0.02	13.80	14.00	0.66	0.00	1.90	0.00	0.02	17.70	0.01
Saprolite 2	0.73	0.13	0.12	0.95	0.01	16.10	12.40	0.38	0.08	2.40	0.00	0.03	18.10	0.01

The results of the ore sample mineralogy investigation are briefly summarised in Table 3.

Table 3: Mineralogy

Ore	Major Ni-containing Mineral
Limonite 1	Goethite
Limonite 2	Goethite
Limonite 3	Goethite
Saprolite 1	Serpentine, garnierite
Saprolite 2	Serpentine, asbolane nontronite

5

Example 2: Consecutive pressure leach with Limonite 1 containing 4.9% Mg and atmospheric leach with Saprolite 2

914g of 30.3%w/w Limonite 1 slurry (shown in Example 1) and 118g 98% H_2SO_4 were added to a 2-litre titanium autoclave. The pressure leach in the
10 agitated autoclave lasted one hour (excluding heat up time) at 250°C and 48 bar. Simultaneously, 1101g 25.2%w/w Saprolite 2 slurry (shown in Example 1) and 159g 98% H_2SO_4 were combined in a 3-litre agitated glass reactor and leached for 30 minutes at 95°-104°C and atmospheric pressure. The saprolite was heated to 60°C prior to the addition of the acid. The final solution acidity of
15 both the pressure leach with limonite and the atmospheric leach with saprolite were 38.3g/L and 15.7g/L respectively. The pressure leach slurry was transferred while still hot (~90°C) into the glass reactor and mixed with saprolite leach slurry to continue the atmospheric leach and iron precipitation at a temperature of 95°-104°C for a further 9.5 hours. The ORP was controlled in the
20 range of 523-605mV (versus AgCl probe) by adding lithium bisulfite solution that will not cause the formation of jarosite. The nickel and iron concentration in solution after this atmospheric leach was 4.0 and 3.2g/L respectively. Limestone slurry (20% w/w, and prepared with water low in Na,K, and NH_4 ions) was added to the reactor to reach a pH of 2, maintaining a temperature of 85°-100°C
25 for one hour, completing iron precipitation. The final nickel and iron

18
A

concentration in solution after the limestone addition stage was 4.1g/L and 0.35g/L respectively.

Table 4 illustrates the key operational conditions and overall extractions of nickel and cobalt. Mineralogical investigation of the final residue using
5 XRD/SEM/EDS indicated the major phase and minor phase of iron precipitation were hematite and goethite respectively. No jarosite was found in final residue.

Table 4: Major Operational Conditions and Overall Ni and Co Extractions

Acid/limonite (kg/t)	Acid/saprolite (kg/t)	Limonite/saprolite Wt Ratio	Acid/ore* (kg/t)	Ni Ext. %	Co Ext. %
419	562	1:1	490	82.5	86.7

* limonite plus saprolite

10

Example 3: Consecutive pressure leach with Limonite2 containing 2.7% Mg and atmospheric leach with Saprolite2

914g of 30.5%w/w Limonite 2 slurry (shown in Example 1) and 104g 98% H₂SO₄ were combined in a 2-litre agitated titanium autoclave. The pressure
15 leach in the autoclave lasted one hour (excluding heat up time) at 250° C and 48 bar. Simultaneously, 1101g 25.2%w/w Saprolite 2 slurry (shown in Example 1) and 181g 98% H₂SO₄ were combined in a 3-litre agitated glass reactor and leached for 30 minutes at 95°-104° C and atmospheric pressure. The saprolite
20 was heated to 60° C prior to the addition of the acid. The final solution acidity of both the pressure leach with limonite and atmospheric leach with saprolite were 46.1g/L and 22.6g/L respectively. The pressure leach slurry was transferred whilst hot (~90° C) into the glass reactor and mixed with the saprolite leach
slurry to continue the atmospheric leach and iron precipitation at a temperature of 95°-104° C for a further 9.5 hours. The ORP was controlled in the range of
25 552-621mV (versus AgCl probe) by adding lithium bisulfite solution that will not cause the formation of jarosite. The nickel and iron concentration in solution after the atmospheric leach was 4.9 and 8.4g/L respectively. Limestone slurry (20% w/w and prepared with water low in Na,K, and NH₄ ions) was added to

complete the iron precipitation. The slurry was slowly added into the reactor to a target pH of 2, at 85°-100°C over a one hour period. The final nickel and iron concentration after the limestone addition stage was 4.3g/L and 0.48g/L respectively.

- 5 Table 5 illustrates the key operational conditions and overall extractions of nickel and cobalt. Mineralogical investigation of the final residue using XRD/SEM/EDS indicated the major phase and minor phase of iron precipitation were hematite and goethite respectively. No jarosite was found in final residue.

10 **Table 5: Major Operational Conditions and Overall Ni and Co Extractions**

Acid/limonite (kg/t)	Acid/saprolite (kg/t)	Limonite/saprolite Wt Ratio	Acid/ore* (kg/t)	Ni Ext. %	Co Ext. %
369	639	1:1	505	86.7	86.4

*limonite plus saprolite

Example 4: Consecutive pressure leach with Limonite 3 containing 5.2% Mg and atmospheric leach with Saprolite 1

- 15 923g 29.9%w/w Limonite 3 slurry (shown in Example 1) and 114g 98% H₂SO₄ were combined in a 2-litre titanium autoclave. The pressure leach in the autoclave lasted one hour (excluding heat up time) at 250°C and 48 bar. Simultaneously, 1088g 24.7%w/w Saprolite 1 slurry (shown in Example 1) and 180g 98% H₂SO₄ were combined in a 3-litre glass reactor and leached for 30
- 20 minutes at 95°-104°C and atmospheric pressure. The saprolite was heated to 60°C prior to the addition of the acid. The final solution acidity of both the pressure leach with limonite and atmospheric leach with saprolite were 36.3g/L and 16.7g/L respectively. The pressure leach slurry was transferred whilst hot (90°C) into the glass reactor and mixed with the saprolite leach slurry to
- 25 continue the atmospheric leach and iron precipitation at a temperature 95°-104°C for a further 9.5 hours. The ORP was controlled in the range of 459-576mV (versus AgCl probe) by adding lithium bisulfite solution that will not cause the formation of jarosite. The nickel and iron concentrations in solution

after the atmospheric leach stage were 4.3 and 1.7g/L respectively. Limestone slurry (20% w/w and prepared with water low in Na,K, and NH₄ ions) was added to the reactor to a target of pH2, at 85°-100°C for one hour, to complete the iron precipitation. The final nickel and iron concentration in solution was 4.2g/L and 0.86g/L respectively.

Table 6 illustrates the key operational conditions and overall extractions of nickel and cobalt. Mineralogical investigation of the final residue employing XRD/SEM/EDS indicated the major phase and minor phase of iron precipitation were hematite and goethite respectively. No jarosite was found in final residue.

Table 6: Major Operational Conditions and Overall Ni and Co Extractions

Acid/limonite (kg/t)	Acid/saprolite (kg/t)	Limonite/saprolite Wt Ratio	Acid/ore* (kg/t)	Ni Ext. %	Co Ext. %
405	656	1:1	533	90.6	91.0

*limonite plus saprolite

The above description is intended to be illustrative of the preferred embodiment of the present invention. It should be understood by those skilled in the art, that various modifications and/or alterations may be made without departing from the spirit of the invention, and still within the scope of the invention.

CLAIMS:

1. A process for the recovery of nickel and cobalt from a nickeliferous laterite ore including the steps of:
- a) providing a nickeliferous laterite ore and separating that ore into its low magnesium limonite fraction and high magnesium saprolite fraction;
 - b) treating the limonite fraction with acid in a primary high pressure leach step to produce a primary leach slurry;
 - c) adding the saprolite fraction to the primary leach slurry to initiate precipitation of iron as goethite and/or hematite, while simultaneously releasing further acid from the iron precipitation, to effect a secondary atmospheric leach step, producing a secondary leach slurry;
- wherein all water used to prepare the ore slurries and/or acid solutions has an ionic composition that substantially avoids jarosite formation.
2. A process according to claim 1 wherein the ore fractions are first prepared as a slurry before being subjected to the leach process.
3. A process according to claim 1 wherein the ionic composition of the water used to prepare the ore slurries and/or acid solutions contains low levels of the alkali-metallic ions, sodium, potassium and ammonia.
4. A process according to claim 1 including the further steps of:
- d) partially neutralising the secondary leach slurry to raise the pH to around 1.5 to 2.5 to substantially complete the precipitation of iron as goethite and/or hematite; and
 - e) raising the pH of the secondary leach slurry to around 2.5 to 4.5 to precipitate other impurities.
5. A process according to claim 4 wherein a calcium carbonate or hydroxide slurry, or a magnesium carbonate or oxide slurry is used to raise the pH of the secondary leach slurry.

- 22
22
6. A process according to claim 5 wherein water used to form the slurry used to raise the pH of the secondary leach slurry contains low levels of the alkali-metallic ions, sodium, potassium and ammonia.
- 5
7. A process according to claim 6 wherein the low levels of the alkali-metallic ions is sufficiently low such that only insignificant levels of precipitation of jarosite occurs.
- 10
8. A process according to claim 1 wherein the limonite fraction contains equal to or greater than 15% iron and equal to or less than 6% magnesium.
- 15
9. A process according to claim 1 wherein the saprolite fraction contains equal to or less than 25% iron and equal to or greater than 6% magnesium.
- 20
10. A process according to claim 1 wherein the nickeliferous laterite ore also includes a transition zone ore having from 5% to 7% magnesium content.
- 25
11. A process according to claim 10 wherein any transition zone laterite or oxidic ore material is processed either with the limonite fraction in the primary pressure leach step, processed together with the saprolite fraction, or separately leached at atmospheric pressure with the resultant slurry combined with the primary leach slurry in the secondary atmospheric leach step.
- 30
12. A process according to claim 1 wherein the limonite fraction is subjected to a pressure acid leach in an autoclave at temperatures of from 230°C to 270°C and a pressure of from 40 to 50 Bar.

13. A process according to claim 1 wherein the saprolite fraction is first subjected to a preliminary atmospheric leach step by the addition of an acid solution to produce a preliminary leach slurry, which is then combined with the primary leach slurry.
14. A process according to claim 1 wherein the secondary atmospheric leach step is conducted within the range of about 80°C-105°C.
15. A process according to claim 1 wherein additional sulfuric acid is added during the secondary atmospheric leach step to supplement the acid released during iron precipitation.
16. A process according to claim 1 wherein the discharge from the pressure leach contains high free acidity which is contacted with the saprolite fraction leaching slurry at atmospheric pressure and a temperature below the boiling point of the acid.
17. A process according to claim 16 wherein the temperature of the discharge from the pressure leach is in the range of from 80°C-105°C.
18. A process according to claim 1 wherein the hematite and/or goethite formed is used as a source of fresh concentrated seed material to accelerate the hematite and/or goethite precipitation at atmospheric pressure.
19. A process according to claim 1 wherein acid used in the primary high pressure leach step is concentrated sulfuric acid.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/AU2006/000186

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int. Cl.

C22B 3/08 (2006.01)

C22B 3/10 (2006.01)

C22B 23/00 (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)

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)

DWPI: IPC - C22B 3/00, 3/04, 3/06, 3/08, 3/10, 23/00, 23/04; & Keywords - nickeliferous, laterite, limonite, saprolite, sulphide, sulfide, nickel, Ni, cobalt, Co

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4548794 A (LOWENHAUPT ET AL) 22 October 1985 See whole document, especially column 5 lines 50-55	1-20
X Y	WO 2003/093517 A (QNI TECHNOLOGY PTY LTD) 13 November 2003 See whole document, especially p 6 lines 10-13	1-20
X	US 6391089 B (CURLOOK) 21 May 2002 Whole document	1-20



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

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

"C" 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)

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

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

"F" 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

"G" 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

"H" 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

"I" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

08 March 2006

Date of mailing of the international search report

2-8 MAR. 2006

Name and mailing address of the ISA/AU

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

Authorized officer

Thara Fernando
Telephone No : (02) 6283 2486

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/AJ2006/000186

31
25

C (Classification) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2005/003671 A (BHP BILLITON SEMI TECHNOLOGY PTY LTD) 20 January 2005 See whole document	1-20
A	WO 2001/032944 A (BHP MINERALS INTERNATIONAL, INC) 10 May 2001 See whole document	1-20
A	WO 2001/032943 A (BHP MINERALS INTERNATIONAL, INC) 10 May 2001 See whole document	1-20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/AU2006/000186

26

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 those particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent Document Cited in Search Report			Patent Family Member		
US	4548794	AU 30891/84	BR	8403655	FR 2549492
		GR 82205	JP	60075536	PH 20875
		YU 129684			
WO	03093517	AU 2003209829	BR	0309382	CA 2484134
		CN 1650038	EP	1499751	US 2005226797
US	6391089	AU 2002223341	WO	2002050321	
WO	2005005671	NONE			
WO	0132944	AU 24697/01	BR	0015305	CA 2389653
		EP 1232290	US	6379636	US 2002006370
		ZA 200203242			
WO	0132943	AU 26176/01	BR	0015328	CA 2389635
		EP 1228257	US	6261527	US 6680035
		US 2002041840	ZA	200203241	
Due to data integration issues this family listing may not include 10 digit Australian applications filed since May 2001.					
END OF ANNEX					

RESUMEN

Un proceso para la recuperación de níquel y cobalto de minerales de laterita portando níquel incluyendo los pasos de:

a) suministrando un mineral de laterita portando níquel y separando el mismo en su fracción de limonita de bajo magnesio y saprofitita de alto magnesio;

b) tratando 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) añadiendo la fracción de saprofitita 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 todo 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 portando níquel, mediante el tratamiento hidrometalúrgico de ambas, la fracción de "limonita" y la fracción de "saprofita" del mineral, en una forma secuencial para recuperar ambos, el níquel y el cobalto. En particular, la presente invención se refiere a un proceso que combina la lixiviación de ácido a alta presión de la fracción de mineral de limonita de la laterita, con lixiviación de ácido a presión atmosférica de la fracción de saprofita 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 minerales de laterita es un mineral sometido a oxidación, y un cuerpo de mineral de laterita consta generalmente de una capa superior de limonita (del perfil del mineral) y una capa inferior de saprofita. Los estudios geológicos han mostrado, que el mineral conteniendo la mayor parte de níquel en la capa inferior de saprofita, son las especies conteniendo alto magnesio, serpentina, clorita, esmectita y nontronita. El contenido de cobalto de la capa de saprofita 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, económico del cuerpo de mineral de laterita, todos los tipos de minerales conteniendo níquel y cobalto, deberían ser tratados 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 de ambiente, es la forma del compuesto de hierro contenido en los desechos de minerales de desecho. Con respecto al costo, una alta recuperación del hierro es una consideración mayor con respecto a la cantidad y de esta manera el costo del ácido usado en el proceso de lixiviación.

La lixiviación de ácido de sólidos de mineral de laterita, o sea por el tratamiento a presión en una autoclave, o por lixiviación a presión atmosférica y temperaturas elevadas, resulta en una descarga con ácidos, 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 (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 saprofita 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 de ácido a presión de limonita, seguida por lixiviación a presión atmosférica de saprofita, usando la lechada de descarga de autoclave, en combinación con iones de metal alcalino seleccionados para formar jarosita, $\text{M}(\text{Fe}_3(\text{SO}_4)_2(\text{OH})_6)$, $\text{M}=\text{Na}, \text{K}, \text{o } \text{NH}_4$, la forma en la cual el hierro es descargado a los reservorios de slam.

Sin embargo, el hierro descargado como jarosita, resulta con 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 saprofito. La jarosita no es un compuesto estable y desprende ácido lentamente, cuando es expuesta a la intemperie, que podría tener impactos negativos al ambiente.

Patente U.S. No. 6391089 (Curlood) describe un proceso de lixiviación, por donde la solución de descarga acidica de la autoclave fue reciclada a la etapa de preparación de la alimentación del mineral, así efectuando 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 $(Mg(HSO_4)_2)$, a la temperatura de la autoclave.

Se desea como consecuencia, un proceso que combina los beneficios de una alta recuperación de metal, por mol de ácido consumido, del cuerpo de mineral entero y la descarga de sólidos de desperdicios aceptables en el ambiente.

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 especificación, solamente con fines del suministro de un contexto para la presente invención. No se sugiere ni se exige, que cualesquiera o todos de estos ítems han formado parte de la base de técnica anterior o eran conocimientos generales comunes en el campo relevante a la presente invención, como hayan existidos antes de la fecha de prioridad de esta solicitud.

SUMARIO 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 ambas, la fracción de "limonita" y la fracción de "saproilita" del mineral, en una forma secuencial para recuperar ambos, el níquel y el cobalto, mientras que se desprende hierro como tanto goetita, hematita y/o cualquiera forma distinta de óxido de hierro de bajo sulfato o hidróxido.

Toda 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 debería una composición iónica que esté sustancialmente libre de iones de sodio,

potasio y amoníaco. Esto es porque estos iones en particular, son los componentes de 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. Como sea conveniente, 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 incluyendo los pasos de:

a) suministrando un mineral de laterita portando níquel y separando el mismo en su fracción de limonita de bajo magnesio y saprofitita de alto magnesio;

b) tratando 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) añadiendo la fracción de saprofitita 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 todo 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 como una lechada, ambas, las fracciones de minerales de limonita y saprofita 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 ambas, de las lechadas de limonita y saprofita, es preferiblemente entre 20% y 40% por peso. Todas las lechadas de mineral y soluciones de ácido para los pasos de lixiviación, son preparadas con agua conteniendo bajos niveles de los iones alcali metálico, sodio, potasio y amoníaco. Mientras que niveles menores 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. Un componente de jarosita, o son iones de sodio, o de potasio, o de amoníaco.

La fracción de saprofita 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 saprofita 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 saprofita, 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) neutralizando 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) elevando el pH a aproximadamente 2.5 a 4.5 para precipitar otras impurezas.

Entonces, de la segunda lechada de lixiviación, níquel y cobalto pueden ser recuperados, usando técnicas establecidas.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA PRESENTE INVENCION

El proceso de lixiviación comienza con la lixiviación de ácido a presión de la lechada de la fracción de limonita de una minerales de alterita o minerales oxidica 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 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 conteniendo bajos niveles de los iones álcali metálicos sodio, potasio y amoniaco. Mientras que niveles bajos de iones de sodio, potasio y amoniaco 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 coma una fracción de laterita de bajo contenido de magnesio. Unos depósitos mayores de laterita - níquel en todo el mundo, tendrían componentes de limonita con contenido de hierro en

la gama de 15% a 40% de hierro, e incluyen minerales tales como goetita, hematita, nontranita y clorita.

El paso de lixiviación primario de ácido a presión, es generalmente seguido por la lixiviación de la fracción de saprolita en un paso secundario de lixiviación atmosférica. La fracción de saprolita 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 es formada 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 por 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) es preferiblemente controlado, 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 h hierro como goetita y/o hematita, que desprende simultáneamente niveles mas altos

de ácido resultando 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 en la gama de aproximadamente 80°C a 150°C. El ácido descargado de la autoclave de la lixiviación primaria de ácido a presión de la fracción de limonita, es usado también para asistir en la lixiviación secundaria a presión atmosférica de la fracción de saprolita.

En un englobamiento, 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 el iniciar el proceso secundario de lixiviación atmosférica. Se puede añadir ácido sulfúrico adicional en esta etapa, para completar el ácido producido durante la precipitación de hierro.

En otro englobamiento, 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 va a iniciar la precipitación como hematita y/o goetita y es separada. Ya que hay presencia de bajos niveles de los iones de sodio, potasio y amoníaco en el agua usada para preparar las lechadas de minerales y soluciones de ácido, el hierro solamente a bajos niveles estará sustancialmente libre de jarosita. El ácido desprendido 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 o del entero cuerpo de minerales.

Los sólidos de slam finalmente separados, contienen hierro como goetita y/o hematita y son una descarga aceptable para el ambiente. Sustancialmente, no hay iones álcali 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 un englobamiento, 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 es de aproximadamente 80°C a 105°C. Se puede añadir ácido sulfúrico adicional. A una gama de pH de aproximadamente 1.5 a 2.5 y una acidez de 0 a 10 g/l de H₂SO₄, los iones férricos disueltos de la saprolita y los iones férricos residuales remanente 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 la gama 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, es preferiblemente parcialmente neutralizada 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 es

sustancialmente terminada. 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 teniendo bajos niveles de los iones álcali metálico, sodio, potasio y amoníaco, para evitar la formación de jarosita.

La minerales en su total puede tener también un contenido de mineral de zona de transición, que contiene un nivel mediano de un contenido de magnesio. Generalmente, la zona de transición que es encontrada entre las fracciones de limonita y saprolita en el cuerpo de minerales, tendrá un contenido de magnesio de aproximadamente 5% a 7%. Esta minerales de contenido mediano de magnesio puede ser procesado con, o la fracción de limonita, o la fracción de saprolita, es decir, que puede ser sometida 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 un englobamiento adicional, la fracción de contenido mediano 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 una minerales de laterita o oxhidrica durante el proceso, por donde 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 conteniendo níquel y cobalto disuelto, puede ser sometida a técnicas de separación de líquidos / sólidos establecidas, 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 es separado.

La separación 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 de ilustración de englobamientos preferidos de las invenciones y el alcance de la presente invención no debe considerarse de estar limitado a los mismos.

En cada uno de los dibujos, el mineral entero 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 mediano de magnesio, que se encuentra generalmente en la zona de transición entre las fracciones de limonita y de saprolita, puede ser procesado, como ilustrado, 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 mediano".

También, in 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) un una etapa de lixiviación a presión (5) a aproximadamente 250°C y una presión de 45 bar, junto con la

laterita de Mg mediano (7). La fracción de alto contenido de Mg del mineral (9) (sapolita) es tratada con ácido sulfúrico (3) en una lixiviación preliminar de 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 es calculado según las propiedades predeterminadas de sapolita, y la proporción deseada entre limonita y sapolita a ser procesada. Esta característica de este englobamiento permite la variación de la proporción entre limonita y sapolita a ser procesado, mientras se mantienen las recuperaciones altas de metal. La lechada de lixiviación atmosférica de sapolita 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 sapolita y la precipitación de hierro como goetita y/o hematita. Con la introducción de la lechada de lixiviación de sapolita, sucede generalmente la precipitación de hierro como goetita y/o hematita, desprendiendo más ácido para asistir en una lixiviación futura. La sapolita 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 conteniendo concentraciones mas altas de goetita y/o hematita, esto puede ser añadido para asistir en el proceso de precipitación y mejorar la lixiviación.

Cuando los procesos de la lixiviación secundaria se consideran estar completos, se puede efectuar la separación clásica de líquidos / sólidos 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 un segundo englobamiento descrito en el dibujo 2, la fraccionamiento 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 mediano (7) a aproximadamente 25 °C y una presión de 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, es determinada 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 a extracciones dada de Ni, Co, Fe, Mn, Mg y otros iones.

Cuando los procesos de la lixiviación secundaria se consideran estar completos, se puede efectuar la separación clásica de líquidos / sólidos 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.

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 de ácido a presión (4), mientras se permite a las fracciones de la laterita de Mg mediano (7) y las fracciones de saprolita de alto Mg (9) del mineral, a 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 de ácido a presión (4) mientras que el mineral con contenido mediano 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 mediano.

EL dibujo 5 indica un proceso en donde la fracción de limonita de bajo Mg es sometida en una autoclave a una lixiviación de ácido a alta presión (4) siguiendo la adición de ácido sulfúrico (3) mientras ambas, la fracción de laterita de Mg mediano (7), y la fracción de saprolita de alto Mg (9) son tratadas a una lixiviación preliminar a presión atmosférica (12) con ácido sulfúrico (3) a temperaturas elevadas. Las descargas de las lechadas de presión alta y presión atmosférica son combinadas en una lixiviación secundaria atmosférica (24). El níquel y cobalto en solución, son recuperados por la separación de líquido / sólido de la lechada (21) seguido 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 fue molido a menos de 1 mm, en un molino de barras con agua que fue baja en iones de Na, K y NH_4 . Dos muestras de saprolita fueron molidas en un molino de barra con agua que fue baja en iones de Na, K y NH_4 a $\text{P80} < 75$ micrómetros y $\text{P100} < 650$ micrómetros. Las lechadas de limonita y saprolita fueron ajustadas 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 fue medida con un instrumento Malvern y se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: SG y PSD de la minerales de alimentación

Mineral de alimentación	SG g/ml	PSD		
		P ₈₀ μm	P ₅₀ μm	P ₁₀ 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 muestra 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 conteniendo 4.9 mg y lixiviación atmosférica con saprolita 2

914 gramos de 30.3 de lechada Limonita 1 (mostrada en el ejemplo 1) y 118 gramos de 98% H_2SO_4 fueron añadidos a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación de presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a $250^{\circ}C$ y 48 bar. Simultáneamente, 1101 gramos de lechada 25.2 % por peso saprolita 2 (mostrada en el ejemplo 1) y 159 gramos de 98% H_2SO_4 , fueron combinados en un reactor de vidrio de 3 litros agitado y sometidos a lixiviación por 30 minutos a $95^{\circ}C$ - $104^{\circ}C$ y presión atmosférica. La saprolita fue calentada a $60^{\circ}C$ 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 presión fue transferida mientras era todavía caliente ($\approx 90^{\circ}C$) al reactor de vidrio y mezclada con lechada de lixiviación de saprolita para continuar la lixiviación atmosférica y precipitación de hierro a una temperatura de $95^{\circ}C$ a $104^{\circ}C$ por 9.5 horas más. El ORP fue controlado en la gama de 523 - 605 mV (versus prueba AgCl), por 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% por peso, y preparada con agua baja en iones Na, K, y 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 condiciones principales operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y fase menor de la precipitación de hierro fue 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 / Limonita (kg/t)	Acido / Saprolita (kg/t)	Limonita/Sapro- lita-Proporción Peso-t	Acido / Ext. Ni mineral* (kg/t)	Ext. Ni %	Ext. Co %
419	562	1 : 1	490	82.5	86.7

* limonita más saprolita

Ejemplo 3: lixiviación a presión consecutiva con limonita2 conteniendo 2.7% mg y lixiviación atmosférica con saprolita 2

914 gramos de 30.5 de lechada Limonita 2 (mostrada en el ejemplo 1) y 104 gramos de 98% H2SO4 fueron añadidos a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación de presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a 250°C y 48 bar. Simultáneamente, 1101 gramos de lechada 25.2 % por peso saprolita 2 (mostrada en el ejemplo 1) y 181 gramos de 98% H2SO4, 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 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 46.1 gramos por litro y 22.6 gramos por litro respectivamente. La lechada de presión fue transferida mientras era todavía caliente ($\approx 90^{\circ}\text{C}$) al reactor de vidrio y mezclada 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 la gama de 552-621 mV (versus prueba AgCl), por 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_4) para completar la precipitación de hierro. La lechada fue añadida lentamente al reactor para alcanzar un pH de meta 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 condiciones principales operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando

XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y fase menor de la precipitación de hierro fue hematita y goetita respectivamente. No se encontró jarosita alguna en el residuo final.

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

Acido / Limonita (kg/t)	Acido / Saprolita (kg/t)	Limonita/Sapro- lita-Proporción Peso-t	Acido / Ext. Ni mineral* (kg/t)	Ext. Co %	Ext. Co %
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 29.09% por peso de lechada Limonita 3 (mostrada en el ejemplo 1) y 114 gramos de 98% H2SO4 fueron añadidos a una autoclave de titanio de 2 litros. La lixiviación de presión en la autoclave agitada duró una hora (excluyendo el tiempo de calentamiento) a 250°C y 48 bar. Simultáneamente, 1088 gramos de lechada 24.7 % por peso saprolita 1 (mostrada en el ejemplo 1) y 180 gramos de 98%

H₂SO₄, 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 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 presión fue transferida mientras era todavía caliente (90°C) al reactor de vidrio y mezclada 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 la gama de 459 - 576 mV (versus prueba AgCl), por 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 NH₄) 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 condiciones principales operativas y extracciones globales de níquel y cobalto. La investigación mineralógica del residuo final usando XRD/SEM/EDS indicó que la fase mayor y fase menor de la precipitación de hierro fue hematita y goetita respectivamente. No se encontró jarosita alguna en el residuo final.

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

Acido / Limonita (kg/t)	Acido / Saprolita (kg/t)	Limonita/Sapro- lita-Proporción Peso-t	Acido / Ext. Ni mineral* (kg/t)	Ext. Ni %	Ext. Co %
405	656	1 : 1	533	90.6	91.0

*limonita más saprolita

La anterior descripción tiene el propósito de ser ilustrativa del englobamiento preferido 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 portando níquel incluyendo los pasos de:

a) suministrando un mineral de laterita portando níquel y separando el mismo en su fracción de limonita de bajo magnesio y saprofitita de alto magnesio;

b) tratando 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) añadiendo la fracción de saprofitita 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 todo 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.

2. Un proceso conforme 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 conforme reivindicación 1, en donde la composición iónica del agua usada para preparar las lechadas de minerales y/o soluciones de ácido, contiene bajos niveles de los iones alcali metálicos, sodio, potasio y amoníaco.
4. Un proceso conforme reivindicación 1, incluyendo los pasos adicionales de:
 - d) parcialmente neutralizando la lechada secundaria de lixiviación 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) elevando el pH de la lechada secundaria de lixiviación a aproximadamente 2.5 a 4.5 para precipitar otras impurezas.
5. Un proceso conforme reivindicación 4, en donde una lechada de carbonato de calcio o hidróxido, o una lechada de carbonato de magnesio u óxido, es usada para elevar el pH de la lechada secundaria de lixiviación.
6. Un proceso conforme reivindicación 5, en donde el agua usada para formar la lechada usada para elevar el pH de la lechada secundaria de lixiviación, contiene niveles

bajos de los iones álcali metálicos, sodio, potasio y amoníaco.

7. Un proceso conforme reivindicación 6, en donde los niveles bajos de los iones álcali metálicos son lo suficientemente bajos así que suceden solamente niveles no significativos de precipitación de jarosita.
8. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la fracción de limonita contiene la cantidad iguala, o mayor del 15% de hierro e igual a, o mayor de, 6% de magnesio.
9. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la fracción de saprolita contiene la cantidad iguala, o mayor del 25% de hierro e igual a, o mayor de, 6% de magnesio.
10. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde el mineral de laterita portando níquel, incluye también una zona de transición de mineral teniendo un contenido de 5% a 7%.
11. Un proceso conforme reivindicación 10, en donde cualquier laterita de la zona de transición o material de mineral de oxidación, es procesado, o con la fracción de limonita en el paso primario de lixiviación a presión, procesado junto con la fracción de saprolita, o sometida a lixiviación por separado a presión

atmosférica con la lechada resultante combinada con la lechada primaria de lixiviación en el paso secundario de lixiviación atmosférica.

12. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la fracción de limonita es sometida a una lixiviación de ácido a presión en una autoclave a temperaturas de 230°C a 270°C y una presión de 40 a 50 bar.
13. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la fracción de saprolita es primero sometida a un paso de lixiviación preliminar atmosférica por la adición de una solución de ácido para producir una lechada preliminar de lixiviación, que entonces es combinada con la lechada primaria de lixiviación.
14. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde el paso secundario de lixiviación atmosférica es realizado dentro de la gama de aproximadamente 80°C a 105°C.
15. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde ácido sulfúrico adicional es añadido durante el paso secundario de lixiviación atmosférica, para complementar el ácido desprendido durante la precipitación del hierro.
16. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la descarga de la lechada de presión, contiene acidez libre alta que 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.

17. Un proceso conforme reivindicación 16, en donde la temperatura de la descarga de la lechada de presión está en la gama de 80°C - 105°C.
18. Un proceso conforme 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.
19. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde el ácido usado en el paso primario de lixiviación a alta presión, es ácido sulfúrico concentrado.
20. Un proceso conforme reivindicación 1, en donde la lechada secundaria de lixiviación es sometida para establecer técnicas de separación de líquidos / sólidos con el fin de la recuperación de níquel y cobalto de la lechada.



No. 07-093397-00000-0000

Fecha: 2007-09-11 12:34:40
Tra. 11 PATENTE IYU
Act. 411 PRESENTACION

Dep. 2020 NUECREACION
Eve: 378 FASE NACIONAL
Folios: 75



Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA

Delegatura de Propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones

REQUISITOS NECESARIOS PARA PRESENTACION Y AGILIZACION DEL TRÁMITE

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

Firma responsable:

Claudia M. Nava C.

Fecha:

27
67

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
CASTELLANOS ABONDANO MARGARITA

REFERENCIA	Radicación No.	7 93397
	Solicitud internacional	PCT/AU2006/000186
	Fecha inicio fase nacional	14/09/07
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	12054

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 traducción de los capítulos descriptivo y reivindicatorio debe estar acompañada de los respectivos dibujos.
2. 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.
3. 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 Única No.10 de 2001.

Continúa en la página siguiente...