

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

OL
PCT

Delegatura de Propiedad Industrial

División de Nuevas Creaciones

INVENTARIO

PCT

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

09-22782

21. EXPEDIENTE No.

54. TÍTULO PROCESO PARA EL TRATAMIENTO HIDROMETALÚRGICO DE UN MINERAL DE COBALTO/NÍQUEL LATERÍTICO Y PROCESO PARA PRODUCIR CONCENTRADOS INTERMEDIOS DE NÍQUEL Y/O COBALTO O PRODUCTOS COMERCIALES QUE LO USAN

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE ERAMET

DOMICILIO PARÍS, FRANCIA

74. APODERADO CARLOS ORLANDO MAYA RODRIGUEZ

22. BOGOTÁ, D. C., 05 de MARZO de 2009

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-022782- -00000-0000

Fecha: 2009-03-05 15:54:40 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTE I Y II Eve. 378 FASE NACIONAL I
Act. 411 PRESENTACION Folios: 139

FORMULARIO UNICO DE SOLICITUD DE PATENTE

PCT
ENTRADA EN FASE NACIONAL

06-24-24

1. SOLICITUD DE:

☒ Patente de Invención

☐ Patente de Modelo de Utilidad

☒ Capítulo I

☐ Capítulo II

2.
SOLICITANTE
(71)

Nombre:

ERAMET

Dirección:

33 Avenue du Maine - Tour Maine
Montparnasse - 75015, Paris.

Nacionalidad o Domicilio:

Paris, Francia.

Lugar de Constitución:

FRANCIA

Teléfono

Fax:

E-mail:

IDENTIFICACION

C.C. ☐

NIT ☐

C.E. ☐

Otro ☐

Cual _____

Número: _____

3.
REPRESENTANTE
O APODERADO

Nombre: CARLOS ORLANDO MAYA
RODRIGUEZ

Dirección: Cr. 13 A No 28-38, Mz 2
Bufete 245. Parque Central Bavaria

Teléfono 3419841 Fax: 3368592

E-mail: consultas@tmcarlos.net

IDENTIFICACION

C.C. ☐

NIT ☐

C.E. ☐

Otro ☐

Cual _____

Número: 17.117.818 TP: 17.402

4.
INVENTOR(ES)
(72)

Nombres: 1.- AGIN Jérôme
2.- LE QUESNE Yves
3.- BERTHOMIEU Bertrand

Dirección: 1.- 29-31, rue Boussingault - 75013 Paris - Francia
2.- 79, avenue du Coin du Bois - 78120 Rambouillet - Francia
3.- 2, rue du Débouché - 78120 Rambouillet - Francia

Nacionalidad o Domicilio: 1.- Ciudadano de Francia
2.- Ciudadano de Francia
3.- Ciudadano de Francia

5. PCT (86)

Solicitud internacional No. PCT/FR2007/001389

Fecha: 22/08/2007

Publicación internacional No. WO 2008/029009 A1

Fecha: 13/03/2008

6. Título (54)

"PROCESO PARA EL TRATAMIENTO HIDROMETALÚRGICO DE UN MINERAL DE COBALTO/NÍQUEL LATERÍTICO Y PROCESO PARA PRODUCIR CONCENTRADOS INTERMEDIOS DE NÍQUEL Y/O COBALTO O PRODUCTOS COMERCIALES QUE LO USAN"

7. Clasificación Internacional (51)

8. Prioridad

Si ☒ No ☐

(33) País de Origen

FR.

(32) Fecha

SEP/06/2006

(31) Número de Solicitud

06 07816

9.

Comprobante de pago No. 09-17607 y 09-17608

Fecha MARZO 05/2009

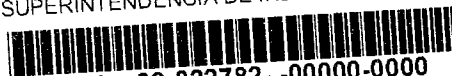


SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 09 - 17,607
FECHA : MARZO 5 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-022782- -00000-0000

Fecha: 2009-03-05 15:54:40 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 139

***** CONSIGNACION *****

DEBITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
CARLOS TAMAYO Y ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	98541575	05/03/2009	1,386,400.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	540,000.00
		TOTAL :	\$ 540,000.00

SON: QUINIENTOS CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

CERTIFICACION DE EXCEDENTE : 09 - 17,608
FECHA : MARZO 5 DE 2009

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-022782- -00000-0000

Fecha: 2009-03-05 15:54:40 Dep. 2020 NUECREACION
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 139

***** CONSIGNACION *****

DEBITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
CARLOS TAMAYO Y ASOCIADOS	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	98541575	05/03/2009	1,386,400.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-09	OTROS SERVICIOS DE PROPIEDAD I	
		99 OTROS SERVICIOS ADMINISTRATIVOS	32,400.00
		TOTAL :	\$ 32,400.00

SON: TREINTA Y DOS MIL CUATROCIENTOS PESOS

RESPONSABLE : 

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

ESTA CERTIFICACION DE EXCEDENTE DE PAGO SOLO PODRA SER UTILIZADA
COMO PARTE DE LA CANCELACION DE UNA TARIFA VIGENTE Y NO PODRA SER
SUSTITUIDA POR NINGUN RECIBO.

Procédé de traitement hydrométallurgique d'un minéral de nickel et de cobalt latéritique, et procédé de préparation de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux de nickel et/ou de cobalt l'utilisant.

5 L'invention concerne le traitement des minerais oxydés de nickel et de cobalt par voie hydrométallurgique, en vue de l'obtention d'une solution renfermant notamment le nickel et le cobalt extraits des minerais, que l'on peut traiter ensuite pour en récupérer le nickel et/ou le cobalt sous forme de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux.

10 Les minerais de nickel et de cobalt se répartissent en diverses catégories. L'une des principales est les minerais dits « oxydés » ou « latéritiques » dans lesquels le nickel et le cobalt sont sous forme d'oxydes, et qui se présentent sous forme de deux fractions disposées en couches superposées :

15 - une fraction dite « limonite » (ou, parfois, « latérite »), relativement pauvre en magnésium et relativement riche en fer ;

- une fraction dite « saprolite », qui, inversement, est relativement riche en magnésium et relativement pauvre en fer.

20 Différents procédés hydrométallurgiques pour l'obtention de cette solution de nickel et de cobalt, préalable à leur récupération sous forme métallique, ont été proposés. Le procédé le plus classique est le procédé « Moa Bay » dans lequel on réalise la lixiviation d'une pulpe à 40% de solides d'un minéral constitué essentiellement de limonite dans de l'acide sulfurique à 245-270°C et 35-55 bar, suivie par une séparation solide/liquide et une neutralisation de l'acide libre à pression atmosphérique. Le fer et l'aluminium restant en solution sont précipités par ajout de calcaire broyé (historiquement de la boue de corail). Le nickel et le cobalt sont récupérés à partir de la solution par précipitation de sulfures.

25 : Un inconvénient de ce procédé est que la présence conjointement à la limonite d'une fraction importante de minéral saprolitique, qui est fortement basique du fait de sa forte concentration en magnésium, provoque une consommation d'acide élevée.

30 Des solutions dérivées de ce procédé ont été proposées, visant à traiter au mieux les différents types de minerais latéritiques ou leurs fractions, en consommant le moins d'acide possible et/ou en se passant des autoclaves

35

coûteux et à la fiabilité délicate à assurer, que l'on doit utiliser lorsqu'on travaille sous pression.

En particulier, on peut citer le document US-A-3 793 432 qui propose de lixivier de la limonite seule avec de l'acide sulfurique à un pH inférieur à 1,5, tout en ajoutant des agents provoquant la précipitation du fer au sein d'un précipité de jarosite. Cette lixiviation a lieu à pression atmosphérique, mais requiert des temps de traitement très élevés, 40 à 100 heures, pour l'obtention d'une bonne extraction du nickel et d'une précipitation du fer suffisante.

Concernant la saprolite seule, on a proposé, dans le document US-A-4 410 498, de la lixivier avec de l'acide sulfurique à pression atmosphérique, tout en ajoutant un réducteur maintenant le potentiel redox du bain à 400-600 mV.

Dans les documents US-B1-6 261 527 et US-B2-6 680 035, on propose de réaliser d'abord une lixiviation poussée à pression atmosphérique d'une fraction de limonite pour dissoudre le fer et le nickel, puis d'ajouter un agent de précipitation du fer pour réaliser la précipitation de la jarosite, et simultanément de réaliser la neutralisation de la pulpe au moyen de saprolite de manière à maintenir dans la phase liquide une concentration en H_2SO_4 libre de 5 à 15 ou 5 à 30 g/l. On obtient dans la solution finale une teneur en fer de moins de 3 g/l ou de moins de 10g/l selon la quantité d'agent précipitant le fer ajoutée.

Un moyen d'ajouter cet agent précipitant le fer, en l'occurrence des ions Na^+ , consiste à réaliser les mises en pulpe de la limonite et de la saprolite avec de l'eau de mer. Si cela constitue l'unique source d'agent précipitant le fer, on n'a accès qu'à la partie supérieure de la gamme de teneurs en fer de moins de 10 g/l précédemment citée.

Ce procédé, appelé JAL (Jarosite Atmospheric Leaching), a l'avantage de donner de bons résultats en termes de composition de la solution finale de lixiviation et de ne pas nécessiter d'appareillages très coûteux ou difficilement fiables (autoclaves) pour la mise en œuvre de sa partie hydrométallurgique. Cependant, comme les précédents, il nécessite une extraction minière sélective ou un traitement préalable de séparation des fractions de limonite et de saprolite d'un minerai latéritique. Or, pour certains gisements, cette séparation est difficile à réaliser efficacement, soit du fait de la faible épaisseur des couches de limonite et de saprolite, soit du fait de la géométrie compliquée de leur interface. Dans

certains gisements, il existe également des saprolites très ferrifères qu'on ne sait pas vraiment séparer des limonites en exploitation minière. Elles sont superposées à des saprolites peu ferrifères et plus magnésiennes. Enfin certains gisements ont été remobilisés (par exemple par glissement en masse vers des zones basses), et les divers types de minerais mélangés lors du déplacement ne peuvent plus être efficacement séparés.

Lorsqu'elle est possible, et ce n'est pas toujours le cas, cette séparation est donc difficile, et son coût grève sensiblement le prix de revient de l'extraction minière, de la minéralurgie et du traitement hydrométallurgique des minerais de nickel et de cobalt en vue de la récupération de ces métaux.

Le but de l'invention est de proposer un nouveau procédé de traitement hydrométallurgique d'un minerai latéritique de nickel et de cobalt, dont l'utilisation permet d'obtenir dans des conditions économiques satisfaisantes des concentrés intermédiaires ou des produits commerciaux du nickel et du cobalt d'une bonne pureté, et ce à partir d'une grande variété de minerais latéritiques.

A cet effet, l'invention a pour objet un procédé de traitement hydrométallurgique d'un minerai de nickel et de cobalt de type latéritique constitué par un mélange de limonite et de saprolite, caractérisé en ce que :

- on met en pulpe le mélange de limonite et de saprolite en présence d'un agent précipitant le fer, pour former une pulpe initiale, avec un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids, de préférence entre 20 et 30% .

- on réalise une lixiviation de la pulpe initiale de limonite et de saprolite avec de l'acide sulfurique, à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution de préférence entre 90°C et l'ébullition, à pression atmosphérique ;

- on réalise optionnellement une neutralisation de la pulpe issue de la lixiviation, de manière à obtenir un pH compris entre 2 et 3 ;

- et on réalise une séparation solide – liquide sur ladite pulpe, de préférence par décantation et lavage à contre-courant ou filtration, de manière à obtenir un résidu solide contenant du fer et principalement à l'état de jarosite, et une solution contenant des ions nickel et cobalt ;

Le ratio saprolite/limonite du mélange est de préférence compris entre 0,5 et 3 ;

Le temps de séjour de la pulpe lors de la lixiviation à l'acide sulfurique est, de préférence, compris entre 1 et 24h, de préférence 6 à 12h ;

La quantité d'acide sulfurique ajoutée lors de la lixiviation de la pulpe est, de préférence, telle que la concentration de la pulpe en acide sulfurique en fin de lixiviation est de 10 à 50 g/l, de préférence 20 à 40 g/l ;

Selon une variante de l'invention, le ratio saprolite/limonite du mélange autorise l'obtention, en fin d'une première étape de sa lixiviation, d'une concentration en acide sulfurique de 25 à 50 g/l, et de plus, on réalise séparément une mise en pulpe de saprolite avec un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids, de préférence entre 20 et 30%. Ladite pulpe de saprolite est ajoutée à la pulpe de saprolite et de limonite, en cours de lixiviation, de manière à procéder à une deuxième étape de ladite lixiviation pendant une durée de 5 à 8h, à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90° et l'ébullition, la concentration de la pulpe en acide sulfurique en fin de la deuxième étape de la lixiviation étant comprise entre 10 et 50 g/l, de préférence entre 20 et 40 g/l, avant de procéder à ladite neutralisation optionnelle et à ladite séparation solide/liquide.

Le temps de séjour de la pulpe initiale de limonite et saprolite, lors de la première étape de la lixiviation, est de préférence compris entre 1h et 8h, de préférence 4 à 6h.

On réalise de préférence la lixiviation en présence d'un agent réducteur, tel que du SO₂, maintenant le potentiel électrochimique inférieur ou égal à 1000 mV par rapport à l'électrode normale à hydrogène.

La lixiviation de la pulpe initiale de limonite et de saprolite est, de préférence, réalisée en présence de germes de jarosite.

Le ratio germes/minerais est de préférence compris entre 0 et 2, mieux entre 0,2 et 0,6.

Lesdits germes sont, de préférence, constitués par la fraction solide obtenue lors d'une séparation solide/liquide d'une partie de la pulpe issue de ladite lixiviation, de préférence dans un décanteur.

Ladite fraction solide issue de ladite séparation a de préférence un taux de solides d'au moins 30%.

Lesdits germes peuvent résulter de la filtration de ladite fraction solide issue de ladite séparation.

L'agent précipitant le fer est, de préférence, choisi parmi Na^+ , K^+ et NH_4^+ .

L'ajout d'agent précipitant le fer est réalisé, de préférence, au moins en partie par l'utilisation d'eau de mer pour ladite mise en pulpe du mélange de
5 limonite et de saprolite et/ou pour ladite mise en pulpe de la saprolite.

L'invention a également pour objet un procédé de préparation de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux de nickel et/ou de cobalt à partir d'un minerai latéritique, caractérisé en ce que :

- on procède à un traitement hydrométallurgique dudit minerai
10 latéritique comme exposé précédemment ;
- et on exécute sur ladite solution contenant les ions nickel et cobalt des opérations de purification et de récupération du nickel et/ou du cobalt sous forme de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux.

Comme on l'aura compris, une différence essentielle entre les
15 procédés de l'art antérieur décrits dans US-B1-6 261 527 et US-B2-6 680 035 et le procédé selon l'invention est que, dans l'invention, il n'est pas nécessaire de réaliser au préalable une séparation du minerai latéritique entre une fraction de limonite à relativement haute teneur en fer et relativement basse teneur en magnésium et une fraction de saprolite à relativement basse teneur en fer et
20 relativement haute teneur en magnésium. Une pulpe d'un minerai latéritique contenant une fraction élevée de saprolite peut être directement traitée par lixiviation atmosphérique à l'acide sulfurique, donc sans qu'il soit nécessaire d'avoir recours à des températures et à des pressions élevées lors de la lixiviation. Ainsi, le prix de revient global du traitement d'un tel minerai peut être
25 sensiblement abaissé, pour un rendement de récupération du nickel qui demeure compétitif, voire est équivalent à ce que les procédés de l'art antérieur cités permettent d'obtenir. Cela permet de traiter dans des conditions économiques satisfaisantes des variétés de minerais latéritiques pour lesquelles des opérations de séparation efficaces en limonite et saprolite seraient trop difficiles et/ou trop
30 coûteuses.

Si, par ailleurs, on dispose d'une source de saprolite, on peut améliorer les performances du procédé, en ajoutant une pulpe de saprolite à la pulpe initiale au cours de sa lixiviation. Le seul réacteur supplémentaire nécessaire à la mise en œuvre de cette variante est celui dans lequel la saprolite

est mise en pulpe, et est donc de conception très simple. L'augmentation du coût du procédé, occasionnée par cette variante, demeure donc très raisonnable, d'autant qu'elle peut permettre de raccourcir la durée totale de la lixiviation. La durée globale de la mise en œuvre du procédé peut donc rester comparable à celle de sa version de base.

De préférence, on réalise la lixiviation de la pulpe initiale de limonite et saprolite en présence de germes contenant de la jarosite. Ces germes sont, de préférence, obtenus au cours même de l'exécution du procédé, par exemple au moyen d'une séparation solide/liquide effectuée sur une portion de la pulpe résultant de la lixiviation.

L'exécution des mises en pulpe avec de l'eau de mer permet d'introduire à peu de frais un agent précipitant le fer, en l'occurrence des ions Na^+ . Grâce à lui, le fer présent dans la solution après attaque des minerais par l'acide sulfurique va précipiter dans la jarosite. La quantité d'ions Na^+ apportée par l'eau de mer dans les conditions prescrites pour les mises en pulpe est suffisante pour obtenir une précipitation de fer qui laisse dans la solution finale une quantité de fer dissous qui sera le plus généralement considérée comme au moins acceptable. Si on désire obtenir une solution finale contenant très peu de fer, on peut spécifiquement rajouter aux pulpes un ou des agents précipitant le fer (composés renfermant des ions Na^+ , K^+ , NH_4^+ ...), ou réaliser les mises en pulpe avec de l'eau douce additivée par un ou plusieurs tels agents dans une quantité adéquate. Une neutralisation de la pulpe résultant de la lixiviation, de manière à obtenir un pH de 2 à 3, est également favorable à l'obtention d'une très faible teneur en fer de la solution finale.

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description qui suit donnée en référence aux figures annexées suivantes :

- la figure 1 qui schématise une première version du procédé selon l'invention ;
- la figure 2 qui schématise une seconde version du procédé selon l'invention ;
- la figure 3 qui montre l'évolution de la teneur en fer de la fraction liquide de la pulpe lors de trois essais de lixiviation ; et
- la figure 4 qui montre l'évolution de la teneur en H_2SO_4 libre de la fraction liquide de la pulpe lors de ces mêmes essais.

On précise tout d'abord que dans le texte qui suit, les définitions suivantes doivent être appliquées à certains termes dont la signification exacte n'est pas toujours très homogène dans la littérature technique :

- limonite : fraction de minerai renfermant 50 à 70% de Fe_2O_3 et au maximum 5% de MgO ;
- saprolite : fraction de minerai renfermant 7 à 27% de Fe_2O_3 et au moins 10% de MgO .

La version de base du procédé selon l'invention, qui sera désignée dans la suite du texte par « version 1 », est schématisée sur la figure 1.

10 Dans une première étape, on réalise la mise en pulpe d'un mélange 2 de limonite et de saprolite avec de l'eau de mer 3. Ce mélange 2 de limonite et de saprolite est optimalement un minerai de nickel latéritique dont on n'a pas séparé les fractions à haute et basse teneur en magnésium. Le ratio saprolite/limonite est de préférence compris entre 0,5 et 3. Cette mise en pulpe
15 permet d'obtenir un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids, de préférence entre 20 et 30%.

Dans une deuxième étape 4, on réalise une lixiviation à l'acide sulfurique 5 de la pulpe obtenue dans la première étape 1. Cette lixiviation 4 est effectuée à la pression atmosphérique et à une température comprise entre 70°C
20 et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90°C et le point d'ébullition, une température élevée favorisant la dissolution des éléments à lixivier. Elle n'utilise donc pas forcément d'appareils complexes, coûteux et de fiabilité incertaine pour son exécution, tels que les autoclaves utilisés habituellement pour les lixiviations à haute température et sous pression,
25 nécessités par certains autres procédés de traitement de minerais de nickel. Le temps de séjour de la pulpe lors de la lixiviation 4 est généralement compris entre 1h et 24h, de préférence entre 6 et 12h. Il est à optimiser en fonction des divers paramètres techniques et économiques du procédé, pour concilier une dissolution du nickel aussi complète que possible et une durée du traitement pas
30 trop élevée. La quantité d'acide sulfurique ajoutée est de préférence, celle nécessaire pour qu'en fin d'opération, la concentration en acide sulfurique soit de 10 à 50 g/l, de préférence de 20 à 40g/l de manière à obtenir un bon compromis entre un rendement de la lixiviation du nickel élevé et une teneur en fer soluble faible dans la solution de lixiviation. Egalement, comme il est connu dans d'autres

procédés, on peut imposer à la solution un potentiel électrochimique inférieur ou égal à 1000 mV par rapport à l'électrode normale à hydrogène. En effet, dans les minerais latéritiques, une fraction prépondérante du cobalt est incluse dans des composés oxydés du manganèse, du type asbolane, et le cobalt est libéré
5 lorsque le manganèse est solubilisé par réduction de la valence IV à la valence II. Mais si on ne désire pas spécialement optimiser la lixiviation du cobalt, cette imposition d'un potentiel électrochimique n'est pas nécessaire. Cette imposition est obtenue par ajout d'un agent réducteur, par exemple par une insufflation de SO₂. On obtient la précipitation d'une fraction solide contenant de la jarosite, qui
10 renferme elle-même la plus grande partie du fer initialement présent dans le mélange 2, ce fer étant indésirable à haute teneur dans la solution finale sur laquelle auront lieu les opérations de récupération du nickel et/ou du cobalt.

De préférence, mais pas obligatoirement (d'où la représentation en pointillés de cette opération sur la figure 1), la lixiviation 4 est effectuée après un
15 ajout à la pulpe d'un germe de résidu d'attaque contenant de la jarosite, afin de favoriser une initiation rapide de la précipitation de la jarosite dans la fraction solide. Le ratio en poids germe/minerais est de préférence 0 à 2, mieux 0,2 à 0,6, pour obtenir l'effet recherché dans de bonnes conditions économiques. Ce ratio est un paramètre sur lequel on peut jouer pour optimiser finement le procédé de
20 l'invention, en fonction de la composition précise du minerai de départ. Un moyen privilégié d'obtenir ce germe consiste, comme schématisé sur la figure 1, à réaliser une séparation solide/liquide 6 sur une fraction de la pulpe issue de la lixiviation 4, de préférence dans un décanteur, et à renvoyer la sous-verse dans le réacteur de lixiviation. Cette sous-verse, de préférence, a une teneur en solide
25 d'au moins 30% en poids, l'épaississement ayant intérêt à être aussi élevé que possible pour limiter le recyclage de liquide vers la lixiviation. Une filtration de la pulpe de la sous-verse permettrait d'obtenir une teneur en solide très élevée.

Puis, la pulpe issue de la lixiviation 4, éventuellement additivée par la surverse liquide de la séparation 6, subit optionnellement une étape de
30 neutralisation 7 au moyen d'un agent neutralisant tel que du calcaire finement broyé, pour porter son pH final entre 2 et 3, de préférence à environ 2,5, de manière à minimiser la teneur en fer soluble et éviter une co-précipitation d'une partie du cobalt et du nickel.

Enfin, une séparation solide/liquide 8 de la pulpe est effectuée, de préférence par décantation et lavage à contre-courant ou par filtration. On obtient ainsi un résidu 9 sensiblement exempt de cobalt et nickel solubles et renfermant, notamment, l'essentiel du fer initialement présent dans le minerai de départ, et
5 une solution renfermant les ions nickel et cobalt solubilisés et dont la teneur en fer, si on ne procède pas à la neutralisation 7 optionnelle, est typiquement de 4 à 30 g/l environ, de préférence de 4 à 15 g/l. La neutralisation 7 peut permettre d'abaisser cette teneur en fer à moins de 1 g/l.

On peut alors appliquer à cette solution les procédés classiques de
10 récupération 10 du nickel et/ou du cobalt, en vue d'obtenir isolément l'un au moins de ces éléments sous forme de concentré intermédiaire ou d'un produit commercial de type habituel. Les procédés par voie sulfate sont particulièrement indiqués. Comme ils sont classiques et que les étapes antérieures du procédé selon l'invention n'interfèrent pas de manière particulière avec eux, il n'est pas
15 nécessaire de les décrire plus en détail ici.

La figure 2 schématise une variante du procédé selon l'invention que l'on désignera dans la suite du texte par « version 2 ». Elle se différencie de la version 1 essentiellement en ce que la lixiviation s'effectue en deux étapes, la deuxième étape étant initiée par un ajout de pulpe de saprolite au cours de la
20 lixiviation de la pulpe initiale.

La première étape 1 de mise en pulpe d'un mélange de limonite et saprolite avec de l'eau de mer 3 est effectuée, comme dans la version 1, en obtenant un taux de matières solides dans la pulpe de 10 à 40%, de préférence 20 à 30%.

Le critère pour la détermination du ratio saprolite/limonite est, toutefois, différent : ici on impose un ratio tel qu'il autorise en fin de la première
25 étape de lixiviation 4 la présence d'une concentration en acide sulfurique relativement élevée, de 25 à 50g/l, fournissant les rendements de lixiviation du nickel et du cobalt.

On procède ensuite à une lixiviation de la pulpe en deux étapes 4, 11.
30 La première étape 4 est comparable à la lixiviation 4 en une seule étape de la version 1, en ce qu'elle est effectuée également à pression atmosphérique et à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90°C et l'ébullition, en imposant un potentiel inférieur ou égal à

1000 mV par rapport à l'électrode normale à hydrogène si on désire optimiser la lixiviation du cobalt.

La quantité d'acide sulfurique 5 ajoutée est, cette fois, telle qu'après la deuxième étape 11 de la lixiviation qui sera décrite plus loin, la concentration en acide sulfurique soit de 10 à 50 g/l, de préférence 20 à 40 g/l.

Cette première étape 4 de la lixiviation dure généralement de 1 à 8h, de préférence 4 à 6h.

Parallèlement à l'exécution de la mise en pulpe 1 du mélange limonite/saprolite et de la première étape 4 de la lixiviation, on réalise la mise en pulpe 12 d'une fraction de saprolite 13 avec de l'eau de mer 14, de manière à obtenir un taux de matières solides dans la pulpe de 10 à 40%, de préférence 20 à 30%.

Puis, lorsque la première étape 4 de la lixiviation a progressé au point que la teneur en acide sulfurique de la pulpe a atteint 25 à 50g/l, on procède à l'ajout, dans la pulpe lixiviée, de la pulpe de saprolite résultant de la mise en pulpe 12, sans qu'un ajout supplémentaire d'acide sulfurique soit nécessaire à ce stade, sauf pour corriger une éventuelle déviation accidentelle du procédé. Une deuxième étape 11 de la lixiviation débute alors, toujours exécutée à pression atmosphérique et à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90°C et l'ébullition. Cette étape 11 dure de 5 à 8h. Elle permet d'obtenir une pulpe lixiviée finale, dont la fraction solide contient de la jarosite renfermant la plus grande partie du fer initialement présent dans le mélange limonite/saprolite initial 2 et la saprolite ajoutée 13.

Puis cette pulpe subit les mêmes opérations de neutralisation 7 optionnelle, de séparation solide/liquide 8 et de récupération du nickel et/ou du cobalt 9 que dans la version 1.

De même que dans la version 1, de préférence on exécute la lixiviation 4, 11 en présence d'un germe contenant de la jarosite. Il est ajouté à la pulpe préalablement à la première étape 4 de la lixiviation, là encore avec un ratio en poids germe/minerais préférentiel de 0 à 2, mieux 0,2 à 0,6. Avantagusement, ce germe est obtenu par une séparation solide/liquide 6 effectuée sur une fraction de la pulpe issue de la deuxième étape 11 de la lixiviation. Là encore, la sous-verse résultant de cette séparation 6 a de préférence une teneur en solides d'au

moins 30%, et c'est elle (ou la pulpe résultant de sa filtration) qui est envoyée dans le réacteur de lixiviation.

La surverse liquide résultant de cette séparation 6 est rajoutée à la pulpe issue de la deuxième étape 11 de la lixiviation, en vue soit de la neutralisation 7 si elle a lieu, soit directement de la séparation solide/liquide 8.

La version 2 permet, par rapport à la version 1, d'augmenter les rendements de lixiviation du nickel et du cobalt. C'est également le but de l'addition à la pulpe initiale de limonite et saprolite, avant le début de sa lixiviation 4, des germes contenant de la jarosite. Cette addition permet d'accélérer la cinétique de précipitation de la jarosite, et de réduire la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour l'obtention des rendements de lixiviation visés, pour une teneur en fer de la solution finale donnée. En effet, la précipitation de la jarosite provoque un relargage d'une quantité d'acide qui est ainsi disponible pour dissoudre davantage le nickel et le cobalt.

On va à présent décrire le déroulement et les résultats d'essais de laboratoire portant sur différentes variantes du procédé selon l'invention.

Dans une première série d'essais (référencés 1 à 5), on a expérimenté les versions 1 et 2 du procédé selon l'invention, mais sans avoir recours à l'introduction délibérée de germes contenant de la jarosite lors de la lixiviation.

Les essais ont été réalisés sur des minerais typiques issus de Nouvelle-Calédonie et dont les caractéristiques principales sont données dans le tableau 1.

Leurs principales conditions opératoires sont résumées dans le tableau 2.

Minerai	Ni%	Co%	Fe%	Mg%	Si%	Al%	Mn%	Cr%
limonite	1,29	0,29	41,9	2,34	3,8	2,51	1,63	2,12
saprolite	1,68	0,03	11,4	15,3	20,3	0,27	0,19	0,48

Tableau 1 : composition des minerais des essais.

Essai	procédé	ratio limonite/saprolite approximatif	H ₂ SO ₄ (g/g de minerai sec)
1	version 1	1 : 1	0,77
2	version 1	1 : 1	0,80

3	version 1	1 : 1	0,87
4	version 1	1 : 2	0,89
5	version 2	1 : 2	0,83

Tableau 2 : conditions opératoires de la première série d'essais

5

Concernant l'essai 5, l'acidité est considérée par rapport à la quantité totale de minerais ajoutée dans les deux étapes de la lixiviation. On se reportera à la description détaillée de l'essai pour plus d'explications.

10

Essai n° 1 : version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio 1 : 1.

15

269 g sec de limonite et 281 g sec de saprolite en mélange sont ajoutés à 1620 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans un réacteur de 2 litres à double enveloppe thermostatée équipé d'un système de reflux. 443 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerais en pulpe, soit 0,77 g de H₂SO₄ / g sec de minerais. Le réacteur est équipé d'un système de bullage de dioxyde de soufre et d'une mesure de potentiel redox utilisant une électrode Ag/AgCl. Il est mis en rotation à 318 tr/min pour obtenir une agitation de la pulpe.

20

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 30 minutes de réaction, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5h. L'évolution du potentiel est :

25

Temps	0h	0.3 h	0.6 h	5.8h	24 h
Potentiel (Ag/AgCl)	1016mV	977mV	650mV	570Mv	523mV

30

Un prélèvement réalisé à 5,8 h montre que le lixiviat contient 3,8 g/l Ni, 0,51 g/l Co et 34 g/l Fe, soit approximativement des rendements de lixiviation de 70% pour Ni, 92% pour Co et une précipitation de 28% pour Fe.

A la fin de l'essai, le mélange réactionnel, qui constitue 1930 ml de pulpe, est ensuite filtré ; on récupère 1300 ml de filtrat à 4,7 g/l Ni et 0,51 g/l Co, 7,7 g/l Fe et 39 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids

constant. On récupère 551 g sec de résidu, soit 1,00 g sec de résidu / g sec de minerais.

Les rendements de lixiviation sont : 86,6% pour Ni, 92,4% pour Co et 8% pour Fe.

5

Essai n° 2 : version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio

1 : 1.

333 g sec de limonite et 333 g sec de saprolite en mélange sont ajoutés à 2000 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment, agité dans les mêmes conditions. 557 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 0,80 g d'H₂SO₄ / g sec de minerais.

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

Temps	0h	0.5 h	1 h	2 h	8 h	16 h	28 h
Potentiel (Ag/AgCl)	1000 mV	830 mV	704 mV	589 mV	579 mV	601 mV	528 mV

Le mélange réactionnel final, qui constitue 1300 ml de pulpe, est filtré ; on récupère 940 ml de filtrat à 4,8 g/l Ni et 0,55 g/l Co, 27,4 g/l Fe et 25 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 356 g sec de résidu.

Les rendements de lixiviation sont : 87,3% pour Ni, 95,3% pour Co et 26% pour Fe.

25

Essai n° 3 : version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio

1 : 1.

269 g sec de limonite et 281 g sec de saprolite en mélange sont ajoutés à 1620 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment, agité dans les mêmes conditions. 500 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 0,87 g d'H₂SO₄/g sec de minerais.

30

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes de réaction, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

5

Temps	0.8 h	4.5 h	23.3 h
Potentiel (Ag/Ag Cl)	645 mV	543 mV	528 mV

Le mélange réactionnel, qui constitue 1920 ml de pulpe, est filtré ; on récupère 1355 ml de filtrat à 4,6 g/l Ni et 0,46 g/l Co, 21,4 g/l Fe et 36 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 475 g sec de résidu, soit 0,86 g sec de résidu / g sec de minerais.

10

Les rendements de lixiviation sont : 93,6% pour Ni, 96,7% pour Co et 24% pour Fe.

Essai n°4 : version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio

15 **1 : 2.**

135 g sec de latérite et 270 g sec de saprolite en mélange sont ajoutés à 1215 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment, agité dans les mêmes conditions. 375 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 0,89 g d'H₂SO₄ / g sec de minerais.

20

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes de réaction, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

25

Temps	0 h	1.5 h	17.8 h
Potentiel (Ag/AgCl)	943 mV	586 mV	575 mV

Le mélange réactionnel qui constitue 1500 ml de pulpe, est filtré ; on récupère 1080 ml de filtrat à 4,3 g/l Ni et 0,33 g/l Fe et 30 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 288 g sec de résidu, soit 0,71 g sec de résidu / g sec de minerais.

30

Les rendements de lixiviation sont : 89,0% pour Ni, 93,9% pour Co et 34% pour Fe.

Essai n°5 : version 2 : Lixiviation de limonite et saprolite à ratio

5 **1 : 2.**

1^{ère} étape :

141 g sec de limonite et 139 g sec de saprolite en mélange sont ajoutés à 810 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment, agité dans les mêmes conditions. 363 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 1,24 g d'H₂SO₄ / g sec de minerais par rapport à la quantité de minerais initiale.

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes de réaction, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

Temps	0h	0.5 h	0.7 h	0.9 h	1.5 h	5.7 h
Potentiel (Ag/AgCl)	1026 mV	1090 mV	880 mV	792 mV	623 mV	629 mV

La durée de la première étape est de 5,7 h.

Le mélange réactionnel qui constitue 1092 ml de pulpe est :

- soit filtré ; on récupère 900 ml de filtrat à 4,2 g/l Ni et 0,43 g/l Co, 71 g/l Fe et 30 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 86 g sec de résidu, soit 0,31 g sec de résidu / g sec de minerais. On estime alors les performances de la première étape. Les rendements de lixiviation sont : 97,7% pour Ni, 97,9% pour Co et 94% pour Fe.

- soit utilisé dans la deuxième étape.

2^{ème} étape :

A t=5,7 h, le mélange réactionnel est neutralisé par ajout de 139 g sec de saprolite mise en pulpe dans 405 ml d'eau de mer. Le chauffage du milieu est maintenu jusqu'à l'arrêt de l'essai à t=23,8h. Aucune quantité supplémentaire d'acide n'est ajoutée, ce qui fait que si on raisonne sur la quantité totale de minerais ajoutée lors des deux étapes, la quantité d'acide introduite en début d'essai est de 0,83g / g sec de minerais.

Le potentiel redox final est de 574 mV Ag/AgCl.

Le mélange réactionnel, qui constitue 1590 ml de pulpe, est filtré ; on récupère 1080 ml de filtrat à 5,7g/l Ni, 0,40 g/l Co, 4,9 g/l Fe et 25 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 400 g sec de résidu, soit 0,95 g sec de résidu / g sec de minerais.

Les rendements de lixiviation sont : 93,8% pour Ni, 95,5% pour Co et 8% pour Fe.

Si on réalise un suivi de l'évolution des diverses réactions en jeu lors de la lixiviation de l'essai n°2 on parvient aux constatations suivantes sur le déroulement d'une lixiviation.

Le magnésium est très rapidement lixivié (90% l'est dans la première heure), et consomme une partie importante (40%) de l'acide introduit au départ. La quantité lixiviée augmente peu par la suite (rendement final 95%).

Le fer est lixivié rapidement, mais atteint un rendement de lixiviation maximal de 48% après 3 h, soit une consommation de l'acide introduit de 33%. Ce rendement diminue par la suite, du fait de la précipitation du fer dans la jarosite, jusqu'à la valeur finale 26%, atteinte après environ 15 h. La courbe montrant l'évolution de la teneur en fer de la solution est visible sur la figure 3.

73% du nickel sont lixiviés en 1h, puis la lixiviation se poursuit lentement pour atteindre le rendement final de 87% après 16h.

Le cobalt est lixivié très rapidement (90% en 1h) dès l'ajout du SO₂. Le rendement maximal de 95% est atteint après 10h environ.

La teneur en H₂SO₄ après 1h est de 35 g/l et descend jusqu'à 17 g/l après 3h. Puis l'acidité augmente progressivement, au fil de la précipitation de la jarosite. Celle-ci relargue de l'acide, qui devient disponible pour poursuivre l'attaque du minerai, ce qui se traduit par la poursuite progressive de la lixiviation du nickel. La valeur maximale de la teneur en H₂SO₄ est de 28 g/l, atteinte après 15h environ. Elle redescend ensuite progressivement jusqu'à 25 g/l après 28h. La courbe est visible sur la figure 4.

Essais de référence 1 et 2

On a également réalisé des essais de référence en utilisant le procédé appelé JAL (Jarosite Atmospheric Leaching), qui fait l'objet des documents US-B1-6 261 527 et US-B2-6 680 035.

Selon ce procédé, dans une première étape on réalise une lixiviation de la seule limonite, mise en pulpe avec de l'eau de mer, à pression atmosphérique, en contrôlant le potentiel par ajout d'un réducteur ; puis dans une deuxième étape, on réalise une neutralisation de la pulpe par de la saprolite seule.

Dans ces essais de référence, on a ajouté 0,80 g de H_2SO_4 par g de minéral (total limonite + saprolite) et on a utilisé un ratio limonite / saprolite de 1 :1. De ces points de vue, on s'est placé dans des conditions comparables à celles des essais 1 et 2 selon l'invention. L'essai de référence 1 a été poursuivi pendant 13,3 h, contre 24 h pour l'essai de référence 2.

Les résultats des essais de référence 1 et 2 et des essais 1 à 5 selon l'invention sont résumés dans le tableau 3.

N° d'essai	Procédé testé	Nombre d'étapes de lixiviation	Proportion limonite : saprolite	Étapes	Minéraux traités (en unités de masse)		Equivalent d'acide/minéraux	Temps de séjour de chaque étape et temps de séjour total de l'essai (h)	Température (°C)	Rendements globaux			
										Rdt Ni*	Rdt Co	Acidité finale	Fe résiduel
Ref 1	JAL	2	1 : 1	n°1 n°2	1		1.60 g/g =0.80 g/g global	5.3 h +8h= 13.3h	100 °C 100 °C	99.5% 91.7%	99.3 % 96.9%	66 g/l 28 g/l	120 g/l 7.5 g/l
Ref 2	JAL	2	1 : 1	n°1 n°2	1		1.60 g/g =0.80 g/g global	5.8 h +18.2h=24h	100 °C 100 °C	99.5% 93.1%	99.0% 92.7%	68 g/l 34 g/l	143 g/l 5.4 g/l
n°1	Invention version 1	1	1 : 1	-	1		0.77 g/g global	24 h	100 °C	86.6%	92.4%	39 g/l	7.7 g/l
n°2	Invention, version 1	1	1 : 1	-	1		0.80 g/g global	28 h	100 °C	87.3%	95.3%	25 g/l	27.4 g/l
n°3	Invention, version 1	1	1 : 1	-	1		0.87 g/g global	23.3 h	100 °C	93.6%	96.7%	36 g/l	21.4 g/l
n°4	Invention, version 1	1	1 : 2	-	1	2	0.89 g/g global	17.8 h	100 °C	89.0%	93.9%	30 g/l	23.6 g/l
n°5	Invention, version 2	2	1 : 2	n°1 n°2	1	1	1.25 g/g =0.83 g/g global	5.7 h +18.1h=23.8h	100 °C	97.7% 93.8%	97.9% 95.5%	30 g/l 25 g/l	71 g/l 4.9 g/l

Tableau 3 : résultats des essais 1 à 5 et des essais de référence 1 et 2

* Pour les essais Ref 1, Ref 2 et n°5, le rendement Ni indiqué à l'étape n°2 est le rendement global de l'essai, calculé sur la totalité des minerais introduits lors des deux étapes.

Dans tous les cas, la lixiviation du cobalt atteint de bons rendements, de l'ordre de 92 – 98%. Le procédé selon l'invention donne des résultats très comparables à ceux du procédé JAL de référence. Cela s'explique par le fait que la lixiviation du cobalt dépend très fortement de l'introduction d'un réducteur du manganèse, auquel le cobalt est associé. C'est le SO_2 qui joue ici ce rôle, aussi bien dans les essais de référence que dans les essais selon l'invention.

Concernant la lixiviation du nickel, les rendements sont assez comparables, de l'ordre de 90% pour tous les essais. La version 1 du procédé selon l'invention, lorsque le ratio limonite/saprolite est de 1 : 1, procure un rendement de l'ordre de 87% avec une acidité d'environ 0,80 g/g et donne donc un résultat un peu inférieur à ceux des essais de référence, à acidité égale. Avec une acidité plus élevée, de l'ordre de 0,90 g/g on retrouve un rendement comparable à celui des références. Si on augmente le ratio limonite/saprolite à 1 : 2, à acidité égale on abaisse légèrement le rendement de lixiviation du nickel dans le cas de la version 1 du procédé selon l'invention.

Mais si on applique la version 2 du procédé selon l'invention avec un ratio limonite/saprolite de 1 : 2, même avec une acidité de seulement 0,80 g/g environ, on obtient un rendement de lixiviation du nickel très élevé, de l'ordre de 94%.

L'invention permet donc, dans ses versions 1 et, surtout, 2, de retrouver des résultats de lixiviation du nickel peu dégradés ou tout à fait comparables à ceux obtenus par le procédé JAL classique, à composition des minerais traités et quantité d'acide consommée équivalentes.

Remarquablement, ces résultats sont obtenus sans qu'une séparation préalable de la limonite et de la saprolite soit nécessaire pour réaliser la première ou l'unique étape de lixiviation. Ceci constitue un important avantage économique par rapport au procédé JAL en général pour les gisements latéritiques ayant une proportion notable de saprolite, et en particulier pour ceux où l'extraction minière sélective ou la séparation par minéralurgie des fractions de limonite et de saprolite n'est pas possible ou trop coûteuse.

Concernant la présence de fer résiduel dans la solution finale, les résultats obtenus avec le procédé selon l'invention dans les essais 1 à 5 semblent relativement erratiques à première vue. La teneur en fer tend à augmenter avec la quantité d'acide introduite (entre 5 et 8 g/l de Fe pour 0,77 à

0,83 g/g de H₂SO₄ introduits, entre 21 et 24 g/l de Fe pour 0,87 à 0,89 g/g de H₂SO₄ introduits), mais on remarque que l'essai 2 (0,80 g/g de H₂SO₄) a conduit a une teneur en Fe assez élevée de 27,4 g/l, malgré une quantité de H₂SO₄ de seulement 0,80 g/g.

5 Une explication à cette constatation est que la cinétique de précipitation de la jarosite s'avère très dépendante de la présence ou non de germes contenant de la jarosite au début de la lixiviation. Or, il se trouve que le réacteur avait été très soigneusement nettoyé avant le début de l'essai 2. De tels germes de jarosite étaient donc complètement absents du milieu initial, alors que
10 ce n'était très probablement pas le cas lors des autres essais selon l'invention, conformément à ce qui se passerait le plus fréquemment dans une pratique industrielle.

 Sur la base de cette constatation, on a donc effectué de nouveaux essais pour étudier l'influence d'un ajout délibéré de germes de jarosite dans la
15 pulpe avant la lixiviation.

 Ces essais ont porté sur la version 1 du procédé selon l'invention, où la lixiviation s'effectue en une seule étape. Mais leurs résultats sont transposables à la version 2 comportant une lixiviation en deux étapes, avec ajout intermédiaire de saprolite.

20 On a réalisé deux essais numérotés 6 et 7, dans des conditions comparables à celles de l'essai 2 précédent du point de vue de la version du procédé employée (version 1), du ratio limonite/saprolite (1 : 1) et de la quantité de H₂SO₄ ajoutée (0,80 g environ par g de minerai sec). A la différence de l'essai 2, on a rajouté à la pulpe, avant le début de la lixiviation, des germes de résidu
25 de jarosite, dans un ratio germes/minerai sec de 1 / 6 (essai 6) ou 1 / 2 (essai 7). On a également augmenté la vitesse de rotation du réacteur pour favoriser la dispersion des germes. Les conditions des essais 2 (pour rappel), 6 et 7 sont résumées dans le tableau 4.

30

Essai	Procédé	Ratio limonite/saprolite approximatif	H ₂ SO ₄ ajouté (g/g de minerai sec)	Germes/minerai sec	Agitation tr/min
2	Version 1	1 : 1	0,80	0	318
6	—	1 : 1	0,84	1 / 6 (0,17)	538
7	—	1 : 1	0,80	1 / 2 (0,50)	515

Tableau 4 : conditions opératoires de la deuxième série d'essais

Essai n°6 - version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio 1 : 1, avec 0,17 g germes/ g minerais.

5 260 g sec de limonite, 258 g sec de saprolite et 88 g de germes de résidu jarosite en mélange sont ajoutés à 1580 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment. 450 g d'acide sulfurique 96% sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 0,84 g d'H₂SO₄ /g sec de minerais. Le réacteur est équipé d'un système de bullage de dioxyde de soufre et d'une mesure de potentiel redox, et est mis en rotation à 538 tr/min.

10 Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

15

Temps	0h	0.5 h	1.0 h	2.0 h	4.0 h	7.9 h	24.4 h
Potentiel (Ag/AgCl)	936 mV	757 mV	691 mV	628 mV	622 mV	621 mV	588 mV

 Des prélèvements réguliers d'environ 50 ml de pulpe ont été effectués toutes les heures. Les prélèvements ont été filtrés immédiatement, les gâteaux lavés. Les filtrats, les lavages et les gâteaux lavés sont analysés.

20 Le mélange réactionnel final est filtré ; on récupère 990 ml de filtrat à 4,5 g/l Ni et 0,50 g/l Co, 11,2 g/l Fe et 36 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 484 g sec de résidu, soit en tenant compte des 88 g de germes ajouté au départ : 0,77 g de nouveau résidu /g de minerais.

25 Les rendements de lixiviation sont : 93,7% pour Ni, 96,5% pour Co et 9,6% pour Fe.

Essai n°7 : version 1 – Lixiviation de limonite et saprolite à ratio 1 : 1, avec 0,50 g germes / g minerais.

30 333 g sec de limonite, 333 g sec de saprolite et 333 g de germes de résidu jarosite en mélange sont ajoutés à 2000 ml d'eau de mer contenant 11 g/l Na dans le même réacteur que précédemment. 556 g d'acide sulfurique 96%

sont ajoutés lentement au mélange de minerai en pulpe, soit 0,80 g d'H₂SO₄ / g sec de minerais. Le réacteur est équipé d'un système de bullage de dioxyde de soufre et d'une mesure de potentiel redox, et est mis en rotation à 515 tr/min.

Le milieu réactionnel est porté à une température entre 95°C et l'ébullition pendant toute la durée de l'essai. Après 15 minutes, le potentiel de la pulpe est contrôlé à environ 650 mV Ag/AgCl au maximum par ajout de SO₂ pendant environ 5 heures. L'évolution du potentiel est :

Temps	0.2 h	0.5 h	1.0 h	2.1 h	8.0 h	24.3 h
Potentiel (Ag/AgCl)	1050 mV	808 mV	623 mV	625 mV	591 mV	551 mV

Des prélèvements réguliers d'environ 50 ml de pulpe ont été effectués toutes les heures. Les prélèvements ont été filtrés immédiatement, les gâteaux lavés. Les filtrats, les lavages et les gâteaux lavés sont analysés.

Le mélange réactionnel final, qui constitue 2135 ml de pulpe, est filtré ; on récupère 1227 ml de filtrat à 4,8 g/l Ni et 0,51 g/l Co, 7,6 g/l Fe et 42 g/l d'H₂SO₄. Le gâteau est lavé sur filtre et séché à poids constant. On récupère 839 g sec de résidu, soit en tenant compte des 333 g de germes ajouté au départ : 0,76 g de nouveau résidu / g de minerais.

Les rendements de lixiviation sont : 97,1% pour Ni, 94,6% pour Co et 5,3% pour Fe.

Le suivi des évolutions des milieux réactionnels lors de la lixiviation permet de parvenir aux conclusions suivantes :

La présence de germes améliore sensiblement le rendement de lixiviation du Ni et accélère la cinétique de cette lixiviation, d'autant plus que la quantité de germes introduite est importante.

Dans l'essai 2, au bout d'une heure on a lixivié 72% du Ni, contre 75% dans l'essai 6 et 88% dans l'essai 7. Pour cet essai 7, on atteint 92,9% en seulement 2h, alors que l'essai 2 ne permet pas d'atteindre cette valeur, même après 24h. Après 8h dans l'essai 7, on atteint 96%, et 97% après 24h, ce qui est excellent et supérieur à ce que l'on obtient lors des essais de référence par l'application du procédé JAL. L'essai 6 permet, au bout de 24h, d'atteindre un rendement de 93,7%, donc tout aussi bon que celui des essais JAL de référence.

Les résultats de lixiviation du cobalt sont comparables dans les trois essais (94 – 96% atteints au bout de deux heures), pour les mêmes raisons qui ont été vues à propos de la série d'essais 1 – 5. On retrouve donc des résultats semblables à ceux des essais JAL de référence.

5 La cinétique de lixiviation du magnésium est rapide dans tous les cas (de 88 à 92% au bout d'une heure). Au bout de 24 heures on atteint des taux de lixiviation de l'ordre de 95% dans tous les cas. L'introduction des germes n'a pas d'effet assurément très significatif sur ce point.

10 La figure 3 montre l'évolution de la concentration en fer dans la fraction liquide de la pulpe au cours des essais 2, 6 et 7. On voit qu'après une dissolution initiale partielle du fer du minerai, la cinétique de précipitation du fer dans la jarosite est très dépendante de la quantité de germes introduite.

15 En l'absence de germes (essai 2), la précipitation du fer ne commence à l'emporter sur la dissolution qu'à partir de 3h environ, et la concentration en fer de la solution atteint au bout de 16h sa valeur minimale de 27,4 g/l, qui se maintient jusqu'à la fin de l'expérience (28h).

20 Avec 0,17 g/g de germes ajoutés (essai 6), la précipitation du fer l'emporte sur la dissolution au bout d'une heure environ, et on observe une poursuite de la précipitation jusqu'à l'obtention d'une teneur en fer de 11,2 g/l au bout de 24,4 h.

25 Avec 0,5 g/g de germes ajoutés (essai 7), là encore la précipitation du fer l'emporte sur sa dissolution au bout de 1h. Au bout de seulement 8h, on a déjà atteint un niveau de fer dans la solution relativement bas, de 14g/l. Au bout de 24,3h ce niveau est de 7,6 g/l seulement, donc comparable à ce que l'on obtient dans les essais JAL de référence.

30 Ces expériences montrent clairement que l'introduction délibérée de germes de jarosite avant la lixiviation procure une très sensible accélération de la cinétique de précipitation de la jarosite, et permet d'obtenir une solution finale avant séparation liquide/solide à faible teneur en fer avec des temps de traitement pas trop longs.

La figure 4 montre l'évolution de la teneur en H_2SO_4 libre dans la fraction liquide de la pulpe au cours des essais. La lixiviation démarre en milieu très acide et la dissolution des composants du minerai consomme rapidement l'acide initialement introduit. Cette consommation est en compétition avec le

relargage d'acide provoqué notamment par la précipitation de la jarosite. Il est donc normal que l'évolution qualitative des courbes de la teneur en H_2SO_4 libre suive assez sensiblement, mais de manière inversée, l'évolution qualitative des courbes de la teneur en fer de la figure 3.

5 En l'absence de germes de jarosite (essai 2), l'acidité diminue fortement jusqu'à 3-4h d'essai, puis remonte progressivement jusqu'à atteindre un palier à environ 28 g/l après 15h. La teneur finale au bout de 28h est de 25 g/l.

 Avec 0,17 g/g de germes de jarosite (essai 6), l'acidité cesse de diminuer après 2h et remonte progressivement au fil de la précipitation de la jarosite, jusqu'à atteindre 36 g/l après 24h. Avec 0,50 g/g de germes de jarosite (essai 7), on observe une évolution similaire, jusqu'à une teneur finale de 42 g/l au bout de 24,3h.

 L'acidité en début d'essai est d'autant moins diminuée que la quantité de germes introduits est forte. Avec l'introduction des germes, on favorise donc grandement la disponibilité de l'acide libre pour la lixiviation des minerais, et cela explique les meilleurs rendements de lixiviation du nickel observés dans les essais 6 et 7 par rapport à l'essai 2, à quantité d'acide introduite comparable. L'opérateur a donc le choix entre deux solutions et leurs compromis :

- soit profiter de l'introduction des germes pour diminuer la quantité d'acide introduite en visant un rendement de lixiviation du nickel identique ;
- soit conserver la même quantité d'acide introduite qu'en l'absence de germes, et récupérer au final une quantité de nickel supérieure à celle obtenue en l'absence de germes grâce à l'augmentation du rendement de lixiviation.

 En prenant en compte le cours des métaux, les frais miniers, le coût des matières consommables, les investissements et l'entretien du matériel, un calcul économique permettra à l'opérateur de choisir la solution la mieux adaptée à son cas, notamment en fonction des caractéristiques du gisement qu'il doit valoriser.

 On constate également que l'introduction de germes de jarosite permet aussi d'augmenter la précipitation de l'aluminium et du chrome parallèlement à celles du fer, du soufre et du sodium. On retrouvera donc ces deux éléments en plus faibles quantités dans la solution finale. La présence de ces éléments à titre d'impuretés dans les concentrés intermédiaires ou les

produits commerciaux de nickel et de cobalt obtenus à partir de cette solution sera donc plus réduite ou leur élimination ultérieure sera facilitée.

De manière générale, l'adjonction au procédé selon l'invention, dans ses deux versions, d'une addition de germes de jarosite à la pulpe de limonite et saprolite, avant sa lixiviation, permet au procédé selon l'invention de procurer des résultats aussi bons que ceux du procédé JAL, sans nécessiter de séparation initiale de la fraction limonitique et de la fraction saprolitique du minerai, donc dans de meilleures conditions économiques. Optimalement, les germes de jarosite utilisés résultent d'une séparation solide/liquide effectuée sur une fraction de la pulpe lixiviée obtenue lors de la mise en œuvre du procédé lui-même, de sorte qu'aucun apport de matière extérieure au procédé n'est nécessaire pour bénéficier de cette amélioration.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement hydrométallurgique d'un minerai de nickel et de cobalt de type latéritique constitué par un mélange (2) de limonite et de saprolite, caractérisé en ce que :

5 - on met en pulpe (1) le mélange (2) de limonite et de saprolite en présence d'un agent précipitant le fer, pour former une pulpe initiale, avec un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids, de préférence entre 20 et 30% .

 - on réalise une lixiviation (4) de la pulpe initiale de limonite et de
10 saprolite avec de l'acide sulfurique (5), à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90°C et l'ébullition, à pression atmosphérique ;

 - on réalise optionnellement une neutralisation (7) de la pulpe issue de la lixiviation (4), de manière à obtenir un pH compris entre 2 et 3 ;

15 - et on réalise une séparation solide – liquide (8) sur ladite pulpe, de préférence par décantation et lavage à contre-courant ou filtration, de manière à obtenir un résidu solide (9) contenant du fer principalement à l'état de jarosite, et une solution contenant des ions nickel et cobalt.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le ratio
20 saprolite/limonite du mélange (2) est compris entre 0,5 et 3.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le temps de séjour de la pulpe lors de la lixiviation (4) à l'acide sulfurique est compris entre 1 et 24h, de préférence 6 à 12h.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que
25 la quantité d'acide sulfurique (5) ajoutée lors de la lixiviation de la pulpe est telle que la concentration de la pulpe en acide sulfurique en fin de lixiviation (4) est de 10 à 50 g/l, de préférence 20 à 40 g/l.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le ratio
30 saprolite/limonite du mélange (2) autorise l'obtention, en fin d'une première étape de sa lixiviation (4), d'une concentration en acide sulfurique de 25 à 50 g/l, et en ce que de plus, on réalise séparément une mise en pulpe (12) de saprolite (13) avec un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids, de préférence entre 20 et 30%, en ce que ladite pulpe de saprolite est ajoutée à la pulpe de saprolite et de limonite, en cours de lixiviation, de manière à procéder à

une deuxième étape (11) de ladite lixiviation pendant une durée de 5 à 8h, à une température comprise entre 70°C et le point d'ébullition de la solution, de préférence entre 90°C et l'ébullition, la concentration de la pulpe en acide sulfurique en fin de la deuxième étape (11) de la lixiviation étant comprise entre
5 10 et 50 g/l, de préférence entre 20 et 40 g/l, avant de procéder à ladite neutralisation (7) optionnelle et à ladite séparation solide/liquide (8).

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que le temps de séjour de la pulpe initiale de limonite et saprolite, lors de la première étape (4) de la lixiviation, est compris entre 1h et 8h, de préférence 4 à 6h.

10 7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'on réalise la lixiviation (4 ; 4,11) en présence d'un agent réducteur, tel que du SO₂, maintenant le potentiel électrochimique inférieur ou égal à 1000 mV par rapport à l'électrode normale à hydrogène.

15 8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que la lixiviation (4 ; 4,11) de la pulpe initiale de limonite et de saprolite est réalisée en présence de germes de jarosite.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le ratio germes/minerais est compris entre 0 et 2, de préférence entre 0,2 et 0,6.

20 10. Procédé selon la revendication 8 ou 9, caractérisé en ce que lesdits germes sont constitués par la fraction solide obtenue lors d'une séparation solide/liquide (6) d'une partie de la pulpe issue de ladite lixiviation (4, 11), de préférence dans un décanteur.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que ladite fraction solide issue de ladite séparation (6) a un taux de solides d'au moins 30%.

25 12. Procédé selon la revendication 11, caractérisé en ce que lesdits germes résultent de la filtration de ladite fraction solide issue de ladite séparation (6).

13. Procédé selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce que l'agent précipitant le fer est choisi parmi Na⁺, K⁺ et NH₄⁺.

30 14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que l'ajout d'agent précipitant le fer est réalisé au moins en partie par l'utilisation d'eau de mer (3, 14) pour ladite mise en pulpe (1) du mélange (2) de limonite et de saprolite et/ou pour ladite mise en pulpe (12) de la saprolite (13).

15. Procédé de préparation de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux de nickel et/ou de cobalt à partir d'un minerai latéritique, caractérisé en ce que :

- on procède à un traitement hydrométallurgique dudit minerai
- 5 latéritique selon l'une des revendications 1 à 14 ;
- et on exécute sur ladite solution contenant les ions nickel et cobalt des opérations (10) de purification et de récupération du nickel et/ou du cobalt sous forme de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux.

1/3

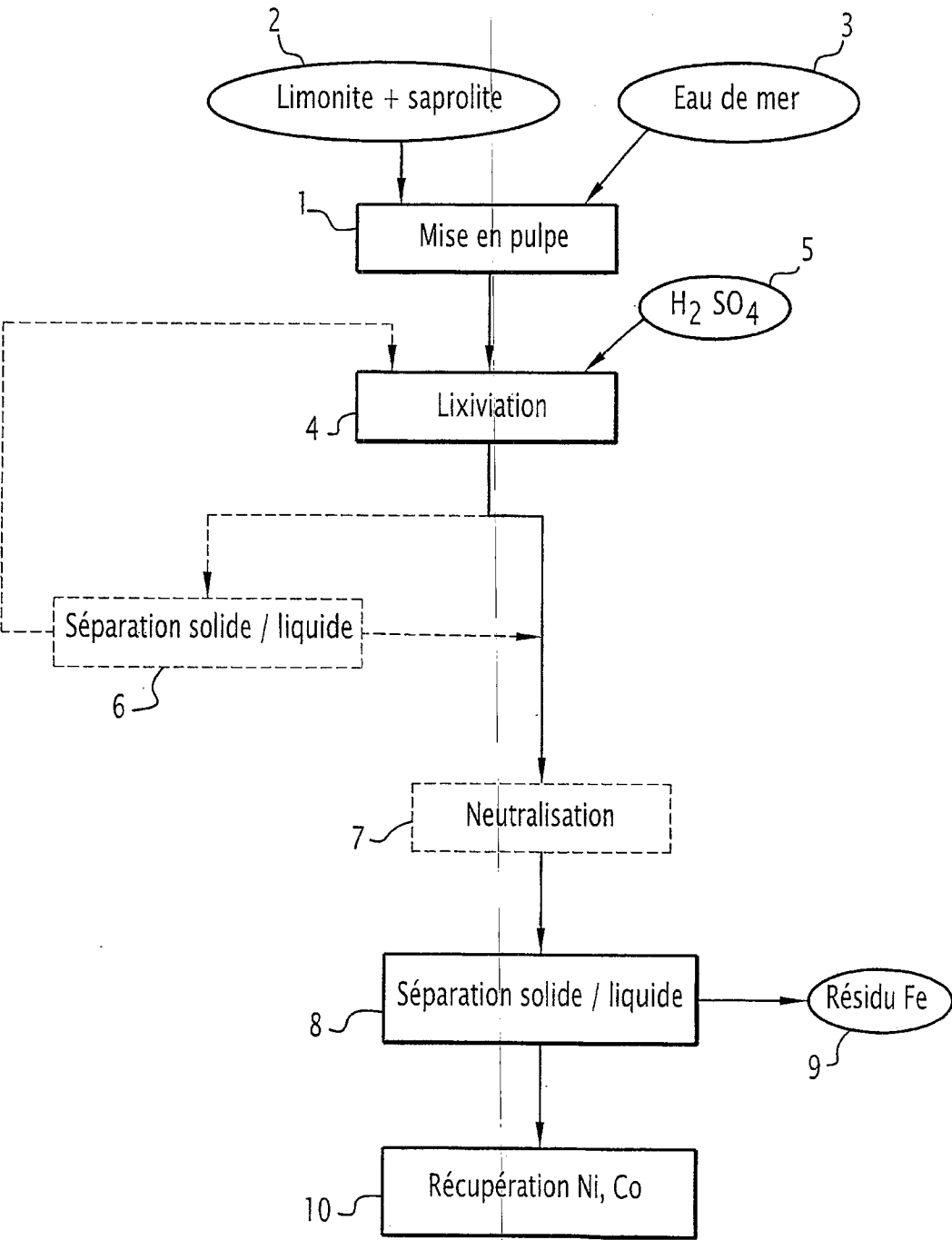


FIG.1

2/3

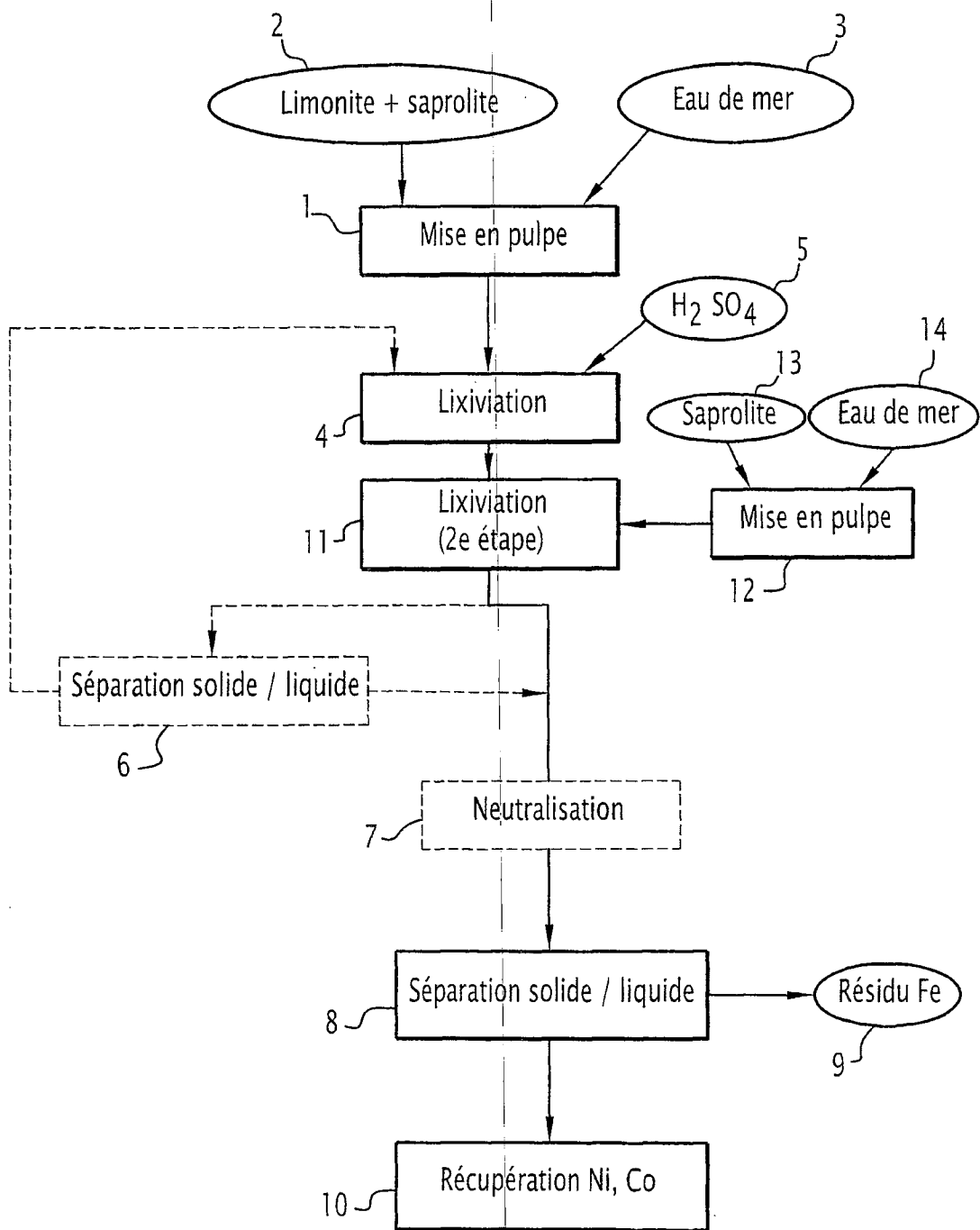


FIG.2

3/3

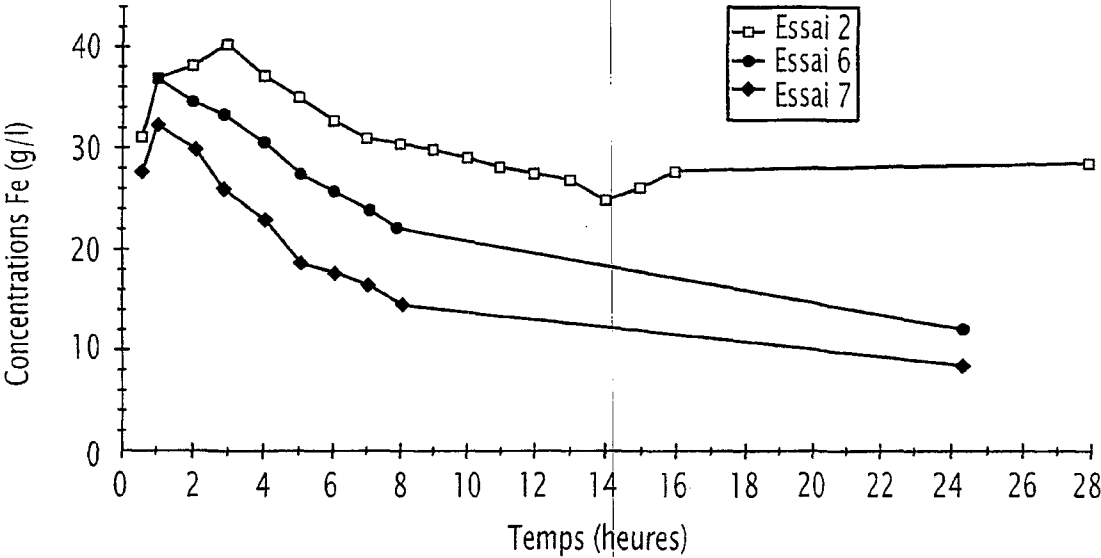


FIG.3

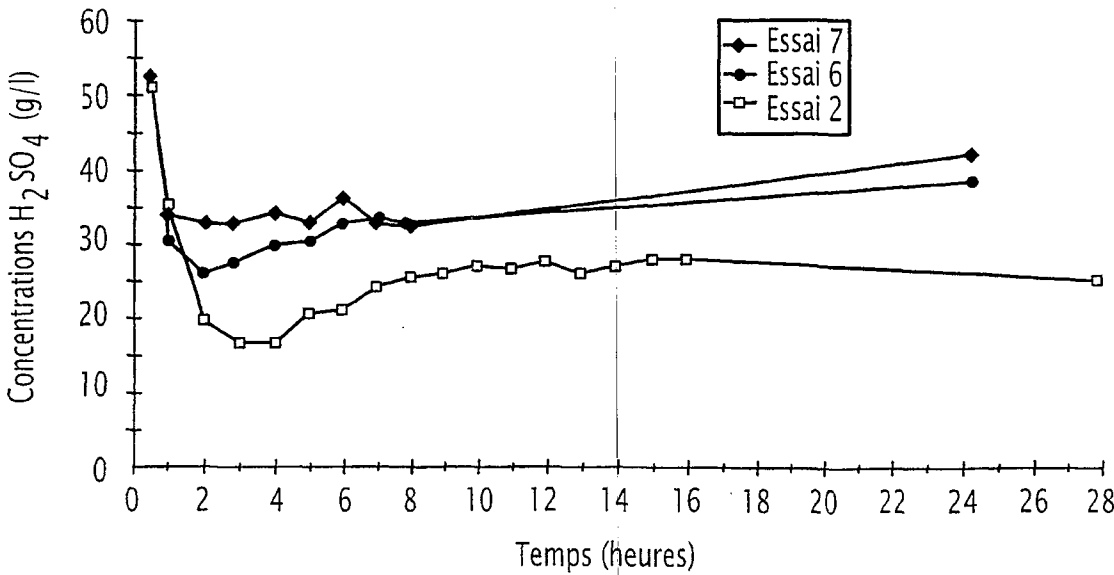


FIG.4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2007/001389

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C22B23/00		
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) C22B		
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 practical, search terms used) EPO-Internal, COMPENDEX		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 01/32943 A (BHP MINERALS INT INC [US]) 10 May 2001 (2001-05-10) cited in the application the whole document	1-15
A	WO 01/32944 A1 (BHP MINERALS INT INC [US]) 10 May 2001 (2001-05-10) cited in the application the whole document	1-15
A	WO 03/093517 A (QNI TECHNOLOGY PTY LTD [AU]; LIU HOUYUAN [AU]; GILLASPIE JAMES D [CA];) 13 November 2003 (2003-11-13) the whole document	1-15
A	US 4 541 868 A (LOWENHAUPT E HARRIS [US] ET AL) 17 September 1985 (1985-09-17) the whole document	1-15
-/--		
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 11 janvier 2008		Date of mailing of the international search report 12/02/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Juhart, Matjaz

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2007/001389

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	STOPIC S ET AL: "SULPHURIC ACID LEACHING OF THE SERBIAN NICKEL LATERITIC ORE SCHWEFELSAURE LAUGUNG SERBISCHER NICKELLATERITERZE LIXIVIATION SULFURIQUE DES MINERAIS LATERITIQUES DE NICKEL" ERZMETALL, GMBD - MEDIENVERLAG, CLAUSTHAL-ZELLERFELD, DE, vol. 56, no. 4, 2003, pages 204-209, XP001162519 ISSN: 0044-2658 * page 205, "Experiments" * -----	1
A	FR 2 459 295 A (ELEUSIS BAUXITE MINES INC [GR]) 9 January 1981 (1981-01-09) * page 2, lignes 3-5; revendication 1 * -----	1
A	AGATZINI-LEONARDOU S ET AL: "Beneficiation of a Greek serpentinitic nickeliferous ore Part II. Sulphuric acid heap and agitation leaching" HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 74, no. 3-4, October 2004 (2004-10), pages 267-275, XP004572058 ISSN: 0304-386X * pages 267-268, "Introduction" * -----	1
A	US 6 379 637 B1 (CURLLOOK WALTER [CA]) 30 April 2002 (2002-04-30) * revendication 1 * -----	1
A	"NICKEL LATERITES: TO SQUEEZE OR NOT TO SQUEEZE?" MINING JOURNAL, MINING JOURNAL LTD. LONDON, GB, vol. 338, 2002, page 7, XP001245698 the whole document -----	1-15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2007/001389

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0132943	A	10-05-2001	AT 256201 T	15-12-2003
			AU 775697 B2	12-08-2004
			AU 2617601 A	14-05-2001
			BR 0015328 A	09-07-2002
			CA 2389635 A1	10-05-2001
			DE 60007169 D1	22-01-2004
			DE 60007169 T2	27-05-2004
			EP 1228257 A1	07-08-2002
			ES 2212782 T3	01-08-2004
			JP 2003514109 T	15-04-2003
			US 6261527 B1	17-07-2001
			US 2002041840 A1	11-04-2002
			ZA 200203241 A	28-11-2002
WO 0132944	A1	10-05-2001	AT 256203 T	15-12-2003
			AU 779844 B2	17-02-2005
			AU 2469701 A	14-05-2001
			BR 0015305 A	08-10-2002
			CA 2389653 A1	10-05-2001
			DE 60007175 D1	22-01-2004
			DE 60007175 T2	26-08-2004
			EP 1232290 A1	21-08-2002
			ES 2213066 T3	16-08-2004
			JP 2003514110 T	15-04-2003
			US 2002006370 A1	17-01-2002
			ZA 200203242 A	26-11-2002
WO 03093517	A	13-11-2003	BR 0309582 A	01-03-2005
			CA 2484134 A1	13-11-2003
			CN 1650038 A	03-08-2005
			EP 1499751 A1	26-01-2005
			JP 2005523996 T	11-08-2005
			US 2005226797 A1	13-10-2005
			ZA 200408324 A	26-07-2006
US 4541868	A	17-09-1985	AU 570379 B2	10-03-1988
			AU 3089584 A	24-01-1985
			PH 21539 A	16-11-1987
FR 2459295	A	09-01-1981	AU 539429 B2	27-09-1984
			AU 5884080 A	08-01-1981
			GR 63003 A1	03-08-1979
US 6379637	B1	30-04-2002	AU 776553 B2	16-09-2004
			AU 1371202 A	15-05-2002
			WO 0236838 A2	10-05-2002
			EP 1337677 A2	27-08-2003

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2007/001389

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C22B23/00

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C22B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 01/32943 A (BHP MINERALS INT INC [US]) 10 mai 2001 (2001-05-10) cité dans la demande le document en entier -----	1-15
A	WO 01/32944 A1 (BHP MINERALS INT INC [US]) 10 mai 2001 (2001-05-10) cité dans la demande le document en entier -----	1-15
A	WO 03/093517 A (QNI TECHNOLOGY PTY LTD [AU]; LIU HOUYUAN [AU]; GILLASPIE JAMES D [CA];) 13 novembre 2003 (2003-11-13) le document en entier -----	1-15
A	US 4 541 868 A (LOWENHAUPT E HARRIS [US] ET AL) 17 septembre 1985 (1985-09-17) le document en entier ----- -/--	1-15



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

T document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

X document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

Y document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

& document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

11 janvier 2008

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

12/02/2008

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Juhart, Matjaz

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2007/001389

C(sulte). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	STOPIC S ET AL: "SULPHURIC ACID LEACHING OF THE SERBIAN NICKEL LATERITIC ORE SCHWEFELSAURE LAUGUNG SERBISCHER NICKELLATERITERZE LIXIVIATION SULFURIQUE DES MINERAIS LATERITIQUES DE NICKEL" ERZMETALL, GMBD - MEDIENVERLAG, CLAUSTHAL-ZELLERFELD, DE, vol. 56, no. 4, 2003, pages 204-209, XP001162519 ISSN: 0044-2658 * page 205, "Experiments" *	1
A	FR 2 459 295 A (ELEUSIS BAUXITE MINES INC [GR]) 9 janvier 1981 (1981-01-09) * page 2, lignes 3-5; revendication 1 *	1
A	AGATZINI-LEONARDOU S ET AL: "Beneficiation of a Greek serpentinitic nickeliferous ore Part II. Sulphuric acid heap and agitation leaching" HYDROMETALLURGY, ELSEVIER SCIENTIFIC PUBLISHING CY. AMSTERDAM, NL, vol. 74, no. 3-4, octobre 2004 (2004-10), pages 267-275, XP004572058 ISSN: 0304-386X * pages 267-268, "Introduction" *	1
A	US 6 379 637 B1 (CURLOOK WALTER [CA]) 30 avril 2002 (2002-04-30) * revendication 1 *	1
A	"NICKEL LATERITES: TO SQUEEZE OR NOT TO SQUEEZE?" MINING JOURNAL, MINING JOURNAL LTD. LONDON, GB, vol. 338, 2002, page 7, XP001245698 le document en entier	1-15

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2007/001389

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 0132943	A	10-05-2001	AT 256201 T	15-12-2003
			AU 775697 B2	12-08-2004
			AU 2617601 A	14-05-2001
			BR 0015328 A	09-07-2002
			CA 2389635 A1	10-05-2001
			DE 60007169 D1	22-01-2004
			DE 60007169 T2	27-05-2004
			EP 1228257 A1	07-08-2002
			ES 2212782 T3	01-08-2004
			JP 2003514109 T	15-04-2003
			US 6261527 B1	17-07-2001
			US 2002041840 A1	11-04-2002
			ZA 200203241 A	28-11-2002
WO 0132944	A1	10-05-2001	AT 256203 T	15-12-2003
			AU 779844 B2	17-02-2005
			AU 2469701 A	14-05-2001
			BR 0015305 A	08-10-2002
			CA 2389653 A1	10-05-2001
			DE 60007175 D1	22-01-2004
			DE 60007175 T2	26-08-2004
			EP 1232290 A1	21-08-2002
			ES 2213066 T3	16-08-2004
			JP 2003514110 T	15-04-2003
			US 2002006370 A1	17-01-2002
			ZA 200203242 A	26-11-2002
WO 03093517	A	13-11-2003	BR 0309582 A	01-03-2005
			CA 2484134 A1	13-11-2003
			CN 1650038 A	03-08-2005
			EP 1499751 A1	26-01-2005
			JP 2005523996 T	11-08-2005
			US 2005226797 A1	13-10-2005
			ZA 200408324 A	26-07-2006
US 4541868	A	17-09-1985	AU 570379 B2	10-03-1988
			AU 3089584 A	24-01-1985
			PH 21539 A	16-11-1987
FR 2459295	A	09-01-1981	AU 539429 B2	27-09-1984
			AU 5884080 A	08-01-1981
			GR 63003 A1	03-08-1979
US 6379637	B1	30-04-2002	AU 776553 B2	16-09-2004
			AU 1371202 A	15-05-2002
			WO 0236838 A2	10-05-2002
			EP 1337677 A2	27-08-2003

Process for the hydrometallurgical treatment of a lateritic nickel/cobalt ore and process for producing nickel and/or cobalt intermediate concentrates or commercial products using it

The invention relates to the hydrometallurgical treatment of nickel and cobalt oxide ores so as to obtain a solution containing, in particular, the nickel and cobalt extracted from the ores, which solution may then be treated in order to recover the nickel and/or cobalt in the form of intermediate concentrates or commercial products.

Nickel and cobalt ores are divided into various categories. One of the main categories is “oxide” or “lateritic” ores in which the nickel and cobalt are in the form of oxides and are present in the form of two fractions arranged in superimposed layers:

- a “limonite” (or sometimes “laterite”) fraction which is relatively low in magnesium and relatively high in iron;
- a “saprolite” fraction which, conversely, is relatively high in magnesium and relatively low in iron.

Various hydrometallurgical processes for obtaining said nickel and cobalt solution before their recovery in metal form have been suggested. The most conventional process is the “Moa Bay” process in which a pulp having 40 % solids of an ore consisting substantially of limonite is leached in sulphuric acid at 245 to 270 °C and 35 to 55 bar and then undergoes solid-liquid separation and neutralisation of the free acid at atmospheric pressure. The iron and aluminium remaining in solution are precipitated by adding crushed limestone (historically from coral mud). The nickel and cobalt are recovered from the solution by precipitating sulphurs.

A drawback of this process is that the presence of both limonite and a significant fraction of saprolitic ore, which is largely basic owing to its high concentration in magnesium, results in increased acid consumption.

Solutions obtained using this process have been proposed with a view to treating, as well as possible, the various types of lateritic ore or their fractions with as little acid consumption as possible and/or without the use of expensive autoclaves which are not very reliable and must be used when working at high pressure.

In particular, document US-A-3 793 432 may be cited which suggests leaching only limonite with sulphuric acid at a pH lower than 1.5 whilst adding agents which induce the precipitation of iron within a jarosite precipitate. This leaching process takes place at atmospheric pressure but requires an extremely long treatment time (40 to 100 hours) in order to obtain a good extraction of nickel and sufficient iron precipitation.

It is suggested in document US-A-4 410 498 to leach only saprolite with sulphuric acid at atmospheric pressure whilst adding a reducing agent which keeps the redox potential of the bath at 400 to 600 mV.

Documents US-B1-6 261 527 and US-B2-6 680 035 suggest first leaching a limonite fraction at atmospheric pressure in order to dissolve the iron and nickel, then adding an iron-precipitating agent so as to obtain jarosite precipitation and, at the same time, neutralising the pulp using saprolite so as to maintain a concentration of free H_2SO_4 of from 5 to 15 or from 5 to 30 g/l in the liquid phase. The final solution has an iron content of less than 3 g/l or of less than 10 g/l based on the amount of iron-precipitating agent added.

One way of adding this iron-precipitating agent, in the case of Na^+ ions, is to make the limonite and saprolite into a pulp using sea water. If this is the only source of iron-precipitating agent then only the upper part of the range of iron contents of less than 10 g/l as mentioned above can be obtained.

This process, known as JAL (jarosite atmospheric leaching), has the advantage of yielding good results in terms of the composition of the final leaching solution and does not require the use of equipment which is rather expensive or unreliable (autoclaves) in order to carry out the hydrometallurgical part of the process. However, as before, selective mining or treatment before the limonite and saprolite fractions are separated from a lateritic ore is required.

However, for some deposits, it is difficult to carry out this separation process effectively, either owing to the thinness of the limonite and saprolite layers or owing to the complicated geometry of their interface. There are also extremely ferriferous saprolites in some deposits and it is not known how to effectively separate these from limonites by means of mining. These saprolites are superimposed by less ferriferous saprolites containing more magnesium. Lastly, some deposits have been remobilised (for example by mass sliding towards low regions) and the various types of ore mixed during displacement cannot be separated effectively.

Whilst it is possible (and this is not always the case), this separation process is thus difficult and its cost substantially affects the cost of mining, mineral processing and hydrometallurgical treatment of the nickel and cobalt ores carried out with a view to recovering these metals.

The object of the invention is to propose a new process for the hydrometallurgical treatment of a lateritic nickel and cobalt ore, the use of which makes it possible to obtain, from a wide range of lateritic ores, nickel and cobalt intermediate concentrates or commercial products having a high level of purity at a satisfactory cost.

The invention thus relates to a process for the hydrometallurgical treatment of a lateritic nickel and cobalt ore formed of a mixture of limonite and saprolite, characterised in that:

- the limonite and saprolite mixture is made into a pulp in the presence of an iron-precipitating agent so as to form an initial pulp having a solids content of between 10 and 40 % by weight, preferably between 20 and 30 %;
- the limonite and saprolite starting pulp is leached with sulphuric acid at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, at atmospheric pressure;
- the pulp obtained from the leaching process is optionally neutralised so as to obtain a pH of between 2 and 3;

- a solid-liquid separation process is carried out on said pulp, preferably via decantation and counter-current washing or filtration, so as to obtain an iron-containing solid residue, mainly in the form of jarosite, and a solution containing nickel and cobalt ions;
- the saprolite/limonite ratio of the mixture is preferably between 0.5 and 3;
- the retention time of the pulp during the leaching process with sulphuric acid is preferably between 1 and 24 h, preferably between 6 and 12 h;
- the amount of sulphuric acid added whilst the pulp is leached is preferably such that the concentration of sulphuric acid in the pulp after the leaching process is from 10 to 50 g/l, preferably from 20 to 40 g/l;

According to a variation of the invention, the saprolite/limonite ratio of the mixture makes it possible to obtain, after a first step of the leaching process thereof, a concentration of sulphuric acid of 25 to 50 g/l and, furthermore, saprolite is separately made into a pulp having a solids content of between 10 and 40 % by weight, preferably between 20 and 30 %. Said saprolite pulp is added to the saprolite and limonite pulp during the leaching process so as to proceed with a second step of said leaching process for between 5 and 8 h at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, the concentration of sulphuric acid in the pulp after the second step of the leaching process being between 10 and 50 g/l, preferably between 20 and 40 g/l, before proceeding with said optional neutralisation process and said solid-liquid separation process.

The retention time of the initial limonite and saprolite pulp during the first step of the leaching process is preferably between 1 h and 8 h, preferably between 4 and 6 h.

The leaching process is preferably carried out in the presence of a reducing agent, such as SO₂, keeping electrochemical potential lower than or equal to 1,000 mV relative to the standard hydrogen electrode.

The initial limonite and saprolite pulp is preferably leached in the presence of jarosite seeds.

The seed/ore ratio is preferably between 0 and 2, more preferably between 0.2 and 0.6.

Said seeds are preferably formed by the solid fraction obtained during the solid-liquid separation of some of the pulp obtained from said leaching process, preferably in a decanter.

Said solid fraction obtained by said separation process preferably has a solids content of at least 30 %.

Said seeds may result from the filtration of said solid fraction obtained by said separation process.

The iron-precipitating agent is preferably selected from Na^+ , K^+ and NH_4^+ .

The iron-precipitating agent is preferably added, at least in part, using sea water so as to make the limonite and saprolite mixture into a pulp and/or to make the saprolite into a pulp.

The invention also relates to a process for preparing nickel and/or cobalt intermediate concentrates or commercial products from a lateritic ore, characterised in that:

- the hydrometallurgical treatment of said lateritic ore is carried out as explained above;
- said solution containing nickel and cobalt ions undergoes processes to purify and recover the nickel and/or cobalt in the form of intermediate concentrates or commercial products.

As will have been understood, a substantial difference between the processes of the prior art disclosed in US-B1-6 261 527 and US-B2-6 680 035 and the processes according to the invention is that, in the invention, is not necessary to first separate the lateritic ore into a

limonite fraction having a relatively high content of iron and a relatively low content of magnesium and a saprolite fraction having a relatively low content of iron and a relatively high content of magnesium. A pulp of lateritic ore containing a high saprolite fraction may be directly treated by means of atmospheric leaching with sulphuric acid without it therefore being necessary to use high temperatures and high pressures during the leaching process. The total cost for treating an ore of this type may thus be reduced substantially with a recovery yield of nickel which is still competitive and is even the same as that which can be obtained using the processes of the prior art mentioned above. A variety of lateritic ores for which the processes to effectively separate them into limonite and saprolite would be too difficult and/or too expensive can thus be treated at a satisfactory cost.

If a source of saprolite is also available it is possible to improve the performances of the process by adding a saprolite pulp to the initial pulp during the leaching process thereof. The only additional reactor necessary for implementing this variation is that in which the saprolite is made into a pulp and is therefore of very simple construction. The increase in the cost of the process resulting from said variation thus remains extremely reasonable, all the more so since it makes it possible to shorten the total duration of the leaching operation. The total duration of the process thus remains comparable to that of the standard process.

The initial limonite and saprolite pulp is preferably leached in the presence of jarosite-containing seeds. These seeds are preferably obtained whilst the process itself is carried out, for example by means of a solid-liquid separation process carried out on some of the pulp obtained by the leaching process.

By carrying out the pulping processes with sea water it is possible to introduce, at a low cost, an iron-precipitating agent in the case of Na^+ ions. Thanks to this agent, the iron present in the solution once the ores have been leached with sulphuric acid will precipitate in the jarosite. The amount of Na^+ ions introduced by the sea water in the conditions described for the pulping processes is sufficient to obtain iron precipitation which leaves in the final solution a dissolved amount of iron which is more generally considered as at least acceptable. If it is sought to obtain a final solution containing very little iron, one or more iron-precipitating agents (compounds containing Na^+ , K^+ and NH_4^+ ions, etc.) may specifically be

added to the pulps, or the pulping processes may be carried out with soft water together with a suitable amount of one or more of said agents. It is also favourable to neutralise the pulp resulting from the leaching process so as to obtain a pH of from 2 to 3 in order to obtain a very low iron content in the final solution.

The invention will be better understood upon reading the following description, given with reference to the following appended figures, in which:

- Fig. 1 is a diagram showing a first version of the process according to the invention;
- Fig. 2 is a diagram showing a second version of the process according to the invention;
- Fig. 3 shows the evolution of the iron content in the liquid fraction of the pulp during three leaching tests; and
- Fig. 4 shows the evolution of the free H_2SO_4 content in the liquid fraction of the pulp during the same tests.

It should first be noted that in the text below the following definitions are to be applied to specific terms, of which the exact meaning is not always the same within the technical literature:

- limonite: ore fraction containing from 50 to 70 % Fe_2O_3 and at most 5 % MgO ;
- saprolite: ore fraction containing from 7 to 27 % Fe_2O_3 and at least 10 % MgO .

Fig. 1 shows the standard version of the process according to the invention which will be referred to hereinafter as "version 1".

In a first step a limonite and saprolite mixture 2 is made into a pulp with sea water 3. This limonite and saprolite mixture 2 is preferably a lateritic nickel ore of which the fractions containing high and low amounts of magnesium have not been separated. The saprolite/limonite ratio is preferably between 0.5 and 3. This pulping process makes it possible to obtain a solids content of between 10 and 40 % by weight, preferably between 20 and 30 %.

In a second step 4 the pulp obtained in the first step 1 is leached with sulphuric acid 5. This leaching process 4 is carried out at atmospheric pressure and at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, a high temperature promoting the dissolution of the elements to be leached. In the case of this process it is therefore possible to dispense with complex and expensive equipment which is not always reliable, such as the autoclaves conventionally used for leaching processes at high temperature and high pressure which are required by some other processes for treating nickel ores. The retention time of the pulp during the leaching process 4 is generally between 1 h and 24 h, preferably between 6 and 12 h. The time may be optimised as a function of various technical and cost parameters of the process in order to obtain a dissolution of nickel which is as complete as possible and a treatment duration which is not excessively long. The amount of sulphuric acid added is preferably the amount necessary so that, at the end of the entire process, the concentration of sulphuric acid is from 10 to 50 g/l, preferably from 20 to 40 g/l so as to obtain a good compromise between a high leaching yield of nickel and a low content of soluble iron in the leaching solution. It is also known in other processes to impose electrochemical potential lower than or equal to 1000 mV relative to the standard hydrogen electrode to the solution. In fact, in lateritic ores, a preponderant fraction of cobalt is included in the manganese oxide compounds, of the asbolite type, and the cobalt is released when the manganese is rendered soluble by reducing the valence IV to the valence II. However, if it is not sought in particular to optimise the process for leaching cobalt, it is not necessary to impose electrochemical potential. Electrochemical potential is imposed by adding a reducing agent, for example by means of SO₂ insufflation. A solid fraction containing jarosite, which in turn contains most of the iron initially present in the mixture 2, is precipitated, it being undesirable for there to be a high content of said iron in the final solution on which the processes for recovering nickel and/or cobalt will be carried out.

Preferably but not obligatorily (this process is therefore shown with a dashed line in Figure 1), the leaching process 4 is carried out after adding a jarosite-containing leaching residue seed to the pulp so as to quickly induce jarosite precipitation in the solid fraction. The seed/ore ratio by weight is preferably from 0 to 2, more preferably from 0.2 to 0.6 so as to obtain the desired effect at a low cost. This ratio is a parameter which may be changed so as to finely optimise the process of the invention depending on the exact composition of the initial ore. A preferred way of obtaining this seed consists, as shown in Figure 1, in carrying out a solid-liquid separation process 6 on a fraction of the pulp obtained by the leaching process 4, preferably in a decanter, and in returning the underflow to the leaching reactor. This underflow preferably has a solids content of at least 30 % by weight, it being beneficial for thickening to be as high as possible so as to limit the amount of liquid recycled for leaching. Filtering the pulp of the underflow makes it possible to obtain a rather high solids content.

The overflow liquid of the separation process 6 is optionally added to the pulp obtained by the leaching process 4 which then optionally undergoes a step of neutralisation 7 using a neutralising agent such as finely ground limestone in order to bring its final pH to between 2 and 3, preferably approximately 2.5, so as to minimise the soluble iron content and to avoid co-precipitation of some of the cobalt and nickel.

Lastly, the pulp undergoes a solid-liquid separation process 8, preferably by decantation and counter current washing or by filtration. A residue 9 which is substantially free of soluble cobalt and nickel and which contains, in particular, substantially all the iron which was initially present in the initial ore is obtained as well as a solution containing nickel and cobalt ions which have been rendered soluble and of which the iron content, if the optional neutralisation process 7 has not been carried out, is typically from approximately 4 to 30 g/l, preferably from 4 to 15 g/l. The neutralisation process 7 may lower this iron content to less than 1 g/l.

This solution may then undergo conventional recovery processes 10 for recovering nickel and/or cobalt with a view to isolating at least one of these elements in the form of an

intermediate concentrate or a commercial product of the conventional type. In particular, processes using sulphate are indicated. Since these processes are conventional and the earlier steps of the process according to the invention do not particularly interfere with them it is not necessary to describe them here in more detail.

Figure 2 shows a diagram of a variation of the process according to the invention which will be referred to hereinafter as "version 2". It differs from version 1 mainly in that the leaching process is carried out in two steps, the second step being initiated by adding a saprolite pulp whilst the initial pulp is being leached.

The first step 1 of making a limonite and saprolite mixture into a pulp with sea water 3 is carried out as in version 1 and a solids content in the pulp of from 10 to 40 %, preferably from 20 to 30 % is obtained.

However, the criterion for determining the saprolite/limonite ratio is different: in this case, a ratio is set which, at the end of the first step of the leaching process 4, allows a relatively high concentration of sulphuric acid, of from 25 to 50 g/l, thus providing the leaching yields of nickel and cobalt.

The pulp is then leached in two steps 4 and 11. The first step 4 is comparable to the leaching process 4 in a single step of version 1, in that it is also carried out at atmospheric pressure and at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, and potential lower than or equal to 1000 mV relative to the standard hydrogen electrode is imposed if it is sought to optimise the process for leaching cobalt.

This time, the amount of sulphuric acid 5 added is such that after the second step 11 of the leaching process, which will be described later, the concentration of sulphuric acid is from 10 to 50 g/l, preferably from 20 to 40 g/l.

This first step 4 of the leaching process generally lasts from 1 to 8 h, preferably from 4 to 6 h.

When the limonite/saprolite mixture is made into a pulp 1 and the first step 4 of the leaching process is carried out, a saprolite fraction 13 is also made into a pulp 12 with sea water 14 so as to obtain a solids content in the pulp of from 10 to 40 %, preferably from 20 to 30 %.

When the first step 4 of the leaching process has progressed to the point at which the sulphuric acid content in the pulp has reached from 25 to 50 g/l, the saprolite pulp resulting from the pulping process 12 is then added to the leached pulp, there being no need to add any more sulphuric acid at this point, except to correct a possible unintentional deviation from the process. A second step 11 of the leaching process thus begins but is carried out at atmospheric pressure and at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point. Said step 11 lasts for between 5 and 8 h. It yields a final leached pulp, of which the solid fraction contains jarosite, which in turn contains most of the iron initially present in the initial limonite/saprolite mixture 2, and the added saprolite 13.

This pulp then undergoes the same optional processes of neutralisation 7, solid-liquid separation 8 and recovery of the nickel and/or cobalt 9 as in version 1.

As in version 1, the leaching process 4, 11 is preferably carried out in the presence of a jarosite-containing seed. It is added to the pulp before the first step 4 of the leaching process, again with a preferred seed/ore ratio by weight of from 0 to 2, more preferably from 0.2 to 0.6. This nucleus is advantageously obtained by means of a solid-liquid separation process 6 carried out on a fraction of the pulp obtained by the second step 11 of the leaching process. Again, the underflow resulting from this separation process 6 preferably has a solids content of at least 30 % and it is the underflow (or the pulp obtained by the filtration thereof) which is sent to the leaching reactor.

The liquid overflow resulting from this separation process 6 is added to the pulp obtained by the second step 11 of the leaching process with a view to undergoing either a neutralisation process 7 (if this is to take place) or with a view to immediately undergoing the solid-liquid separation process 8.

Version 2, in comparison to version 1, makes it possible to increase the leaching yields of nickel and cobalt. This is also the object of adding jarosite-containing seeds to the initial limonite and saprolite pulp before it undergoes a leaching process 4. This addition makes it possible to accelerate the rate of jarosite precipitation and to reduce the amount of sulphuric acid necessary to obtain the desired leaching yields for a given iron content in the final solution. In fact, jarosite precipitation results in an amount of acid being released which is then available to further dissolve the nickel and cobalt.

Laboratory test procedures and the results thereof will now be described with reference to different variations of the process according to the invention.

In a first set of tests (numbered 1 to 5) versions 1 and 2 of the process according to the invention were followed but without the deliberate introduction of jarosite-containing seeds during the leaching process.

The tests were carried out on typical ores obtained from New Caledonia and of which the main features are given in table 1.

The main operating conditions are summarised in table 2.

ore	Ni %	Co %	Fe %	Mg %	Si %	Al %	Mn %	Cr %
limonite	1.29	0.29	41.9	2.34	3.8	2.51	1.63	2.12
saprolite	1.68	0.03	11.4	15.3	20.3	0.27	0.19	0.48

Table 1: composition of the test ores.

Test	Process	Approximate limonite/ saprolite ratio	H ₂ SO ₄ (g/g of dry ore)
1	version 1	1:1	0.77
2	version 1	1:1	0.80
3	version 1	1:1	0.87
4	version 1	1:2	0.89
5	version 2	1:2	0.83

Table 2: operating conditions for the first set of tests.

With regard to test 5, acidity is considered relative to the total amount of ore added in the two steps of the leaching process. Refer to the detailed description of the test for more details.

Test no. 1: version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:1

A mixture of 269 g dry limonite and 281 g dry saprolite was added to 1620 ml sea water containing 11 g/l Na in a thermostatically controlled 2-litre double envelope reactor equipped with a reflux system. 443 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the mixture of ores in the form of a pulp, that is to say 0.77 g H₂SO₄/g dry ore. The reactor was equipped with a system for outgassing sulphur dioxide and a system for measuring redox potential using an Ag/AgCl electrode. It was rotated at 318 rpm in order to stir the pulp.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 30 minutes of reaction, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 h. The evolution of potential was as follows:

Time	0 h	0.3 h	0.6 h	5.8 h	24 h
Potential (Ag/AgCl)	1016 mV	977 mV	650 mV	570 mV	523 mV

A sample taken at 5.8 h showed that the leachate contained 3.8 g/l Ni, 0.51 g/l Co and 34 g/l Fe, that is to say leaching yields of approximately 70 % for Ni, 92 % Co and a precipitation of 28 % for Fe.

After the test, the reaction mixture, which consisted of 1930 ml pulp, was then filtered; 1300 ml of filtrate was recovered with 4.7 g/l Ni and 0.51 g/l Co, 7.7 g/l Fe and 39 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 551 g dry residue, that is to say 1.00 g dry residue/g dry ore was recovered.

The leaching yields were: 86.6 % for Ni, 92.4 % for Co and 8 % for Fe.

Test no. 2: version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:1

A mixture of 333 g dry limonite and 333 g dry saprolite was added to 2000 ml sea water containing 11 g/l Na in the same reactor as before and stirred under the same conditions. 557 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of a pulp, that is to say 0.80 g H₂SO₄/g dry ore.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 hours. The evolution of potential was as follows:

Time	0 h	0.5 h	1 h	2 h	8 h	16 h	28 h
Potential (Ag/AgCl)	1000 mV	830 mV	704 mV	589 mV	579 mV	601 mV	528 mV

The final reaction mixture, which consisted of 1300 ml pulp, was filtered; 940 ml of filtrate was recovered with 4.8 g/l Ni and 0.55 g/l Co, 27.4 g/l Fe and 25 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 356 g dry residue was recovered.

The leaching yields were: 87.3 % for Ni, 95.3 % for Co and 26 % for Fe.

Test no. 3: version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:1

A mixture of 269 g dry limonite and 281 g dry saprolite was added to 1620 ml sea water containing 11 g/l Na in the same reactor as before and stirred under the same conditions. 500 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of pulp, that is to say 0.87 g H₂SO₄/g dry ore.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes of reaction, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 hours. The evolution of potential was as follows:

Time	0.8 h	4.5 h	23.3 h
Potential (Ag/AgCl)	645 mV	543 mV	528 mV

The final reaction mixture, which consisted of 1920 ml pulp, was then filtered; 1355 ml of filtrate was recovered with 4.6 g/l Ni and 0.46 g/l Co, 21.4 g/l Fe and 36 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 475 g dry residue, that is to say 0.86 g dry residue/g dry ore was recovered.

The leaching yields were: 93.6 % for Ni, 96.7 % for Co and 24 % for Fe.

Test no. 4: version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:2

A mixture of 135 g dry laterite and 270 g dry saprolite was added to 1215 ml sea water containing 11 g/l Na in the same reactor as before and stirred under the same conditions. 375 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of a pulp, that is to say 0.89 g H₂SO₄/g dry ore.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes of reaction, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 hours. The evolution of the potential was as follows:

Time	0 h	1.5 h	17.8 h
Potential (Ag/AgCl)	943 mV	586 mV	575 mV

The reaction mixture, which consisted of 1500 ml pulp, was then filtered; 1080 ml of filtrate was recovered with 4.3 g/l Ni and 0.33 g/l Fe and 30 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 288 g dry residue, that is to say 0.71 g dry residue/g dry ore was recovered.

The leaching yields were: 89.0 % for Ni, 93.9 % for Co and 34 % for Fe.

Test no. 5: version 2 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:2

First step:

A mixture of 141 g dry laterite and 139 g dry saprolite was added to 810 ml sea water containing 11 g/l Na in the same reactor as before and stirred under the same conditions. 363 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of a pulp, that is to say 1.24 g H₂SO₄/g dry ore relative to the amount of initial ore.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes of reaction, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 hours. The evolution of the potential was as follows:

Time	0 h	0.5 h	0.7 h	0.9 h	1.5 h	5.7 h
Potential (Ag/AgCl)	1026 mV	1090 mV	880 mV	792 mV	623 mV	629 mV

The first step lasted for 5.7 h.

The reaction mixture, which consisted of 1092 ml pulp, was:

- either filtered; 900 ml of filtrate was recovered with 4.2 g/l Ni and 0.43 g/l Co, 71 g/l Fe and 30 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 86 g dry residue, that is to say 0.31 g dry residue/g dry ore was recovered. The results of the first step were then assessed. The leaching yields were: 97.7 % for Ni, 97.9 % for Co and 94 % for Fe.
- or used in a second step.

Second step:

At $t = 5.7$ h, the reaction mixture was neutralised by adding 139 g dry saprolite made into a pulp in 405 ml sea water. The medium was heated until the test ended at $t = 23.8$ h. No additional acid was added which means that if the total amount of ore added during the two steps is considered, the amount of acid introduced at the start of the test was 0.83/g dry ore.

The final redox potential was 574 mV Ag/AgCl.

The reaction mixture, which consisted of 1590 ml pulp, was filtered; 1080 ml filtrate was recovered with 5.7 g/l Ni, 0.40 g/l Co, 4.9 g/l Fe and 25 g/l H_2SO_4 . The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 400 g dry residue, that is to say 0.95 g dry residue/g dry ore was recovered.

The leaching yields were: 93.8 % for Ni, 95.5 % for Co and 8 % for Fe.

If the evolution of the various reactions concerned is monitored during the leaching process in test no. 2, the following conclusions are made with regard to the course of a leaching process.

Magnesium is leached extremely quickly (90 % is leached in the first hour) and consumes a significant portion (40 %) of the acid introduced at the start. The amount leached increases only slightly hereinafter (final yield 95 %).

Iron is leached quickly but reaches a maximum leaching yield of 48 % after 3 h, that is to say a consumption of the acid introduced of 33 %. This yield decreases thereafter owing to iron precipitation in the jarosite until it reaches a final value of 26 % which is obtained after approximately 15 h. The curve showing the evolution of the iron content in the solution can be seen in Fig. 3.

73 % of the nickel is leached within 1 h. Leaching then takes place slowly so as to obtain a final yield of 87 % after 16 h.

Cobalt is leached extremely quickly (90 % within 1 h) after adding SO_2 . The maximum yield of 95 % is obtained after approximately 10 h.

H_2SO_4 content after 1 h is 35 g/l and decreases to 17 g/l after 3 h. Acidity then increases continuously over the course of jarosite precipitation. This releases acid which then becomes available to leach the ore which translates into the continuous leaching of the nickel. The maximum value of H_2SO_4 content is 28 g/l which is obtained after approximately 15 h. It then continuously reduces again to 25 g/l after 28 h. The curve can be seen in Fig. 4.

Reference tests 1 and 2

Reference tests were also carried out using the process known as JAL (jarosite atmospheric leaching) which is the subject-matter of documents US-B1-6 261 527 and US-B2-6 680 035.

According to this process, in a first step limonite alone, which has been made into a pulp with sea water, is leached at atmospheric pressure and potential is checked by adding a reducing agent; in a second step the pulp is neutralised using only saprolite.

In these reference tests, 0.80 g H_2SO_4 was added per g ore (total of limonite + saprolite) and a limonite/saprolite ratio of 1:1 was used. In this respect, conditions were used which are comparable to those used in tests 1 and 2 according to the invention. Reference test 1 was carried out for 13.3 h whilst reference test 2 was carried out for 24 h.

The results of reference tests 1 and 2 and tests 1 to 5 according to the invention are summarised in table 3.

Test no.	Process tested	Number of steps in the leaching process	Limonite/ sapolite ratio	Steps	Treated ores (in units of weight)		Acid/ore equivalent	Retention time of each step and total retention time of the test (h)	Tempera- ture (°C)	Total yields			
					Limonite	sapolite				Ni yield*	Co yield	Final acidity	Residual Fe
Ref 1	JAL	2	1 : 1	No.1 No.2	1		1.60 g/g =0.80 g/g total	5.3 h +8h= 13.3h	100 °C	99.5% 91.7%	99.3% 96.9%	66 g/l 28 g/l	120 g/l 7.5 g/l
Ref 2	JAL	2	1 : 1	No.1 No.2	1		1.60 g/g =0.80 g/g total	5.8 h +18.2h=24h	100 °C	99.5% 93.1%	99.0% 92.7%	68 g/l 34 g/l	143 g/l 5.4 g/l
No.1	Invention version 1	1	1 : 1	-	1	1	0.77 g/g total	24 h	100 °C	86.6%	92.4%	39 g/l	7.7 g/l
No.2	Invention, version 1	1	1 : 1	-	1	1	0.80 g/g total	28 h	100 °C	87.3%	95.3%	25 g/l	27.4 g/l
No.3	Invention, version 1	1	1 : 1	-	1	1	0.87 g/g total	23.3 h	100 °C	93.6%	96.7%	36 g/l	21.4 g/l
No.4	Invention, version 1	1	1 : 2	-	1	2	0.89 g/g total	17.8 h	100 °C	89.0%	93.9%	30 g/l	23.6 g/l
No.5	Invention, version 2	2	1 : 2	No.1	1	1	1.25 g/g	5.7 h	100 °C	97.7%	97.9%	30 g/l	71 g/l
				No.2		1	=0.83 g/g total	+18.1h=23.8h		93.8%	95.5%	25 g/l	4.9 g/l

Table 3: results of tests 1 to 5 and reference tests 1 and 2

* For ref test 1 and ref test 2 as well as test no. 5, the Ni yield indicated in step no. 2 is the total yield of the test, calculated based on the total amount of ore introduced during the two steps.

In all cases, good yields of approximately from 92 to 98 % were obtained by leaching cobalt. The process according to the invention yields results which are extremely comparable to those of the reference JAL process. This is owing to the fact that the process for leaching cobalt depends rather strongly on the introduction of a manganese reducing agent with which the cobalt is associated. In this case it was SO_2 both in the reference tests and in the tests according to the invention.

With regard to the process for leaching nickel, the yields are fairly comparable (approximately 90 % for all the tests). When the limonite/saprolite ratio is 1:1, version 1 of the process according to the invention provides a yield of approximately 87 % with acidity of approximately 0.80 g/g and thus yields a result a little lower than those of the reference tests but with equal acidity. With a higher acidity of approximately 0.90 g/g, a yield comparable to those of the reference tests is obtained. If the limonite/saprolite ratio is increased to 1:2 with equal acidity, the yield obtained by leaching nickel decreases slightly in the case of version 1 of the process according to the invention.

However, if version 2 of the process according to the invention is followed with a limonite/saprolite ratio of 1:2, even with acidity of only approximately 0.80 g/g, a very high yield of approximately 94 % is obtained by leaching nickel.

The invention thus makes it possible with version 1 and, above all, version 2 to obtain results from leaching nickel which are only slightly worse or are quite comparable to those obtained using the conventional JAL process, with an identical composition of the ores treated and an identical amount of acid consumed.

Remarkably, these results were obtained without it being necessary to first separate the limonite and saprolite in order to carry out the first or only step of the leaching process. This is a substantial advantage from a cost point of view compared with the JAL process in general for lateritic deposits having a considerable amount of saprolite and, in particular, for those where selective mining or separating the limonite and saprolite fractions by means of mineral processing is not possible or too expensive.

With regard to the presence of residual iron in the final solution, the results obtained with the process according to the invention in tests 1 to 5 seem relatively inconsistent at first glance. The iron content tends to increase with the amount of acid introduced (between 5 and 8 g/l Fe for 0.77 to 0.83 g/g H_2SO_4 introduced, between 21 and 24 g/l Fe for 0.87 to 0.89 g/g H_2SO_4 introduced) but it is noted that test 2 (0.80 g/g H_2SO_4) resulted in a rather high Fe content of 27.4 g/l despite the amount of H_2SO_4 being only 0.80 g/g.

This finding is explained in that the precipitation rate of jarosite is extremely dependent on the presence or absence of jarosite-containing seeds at the start of the leaching process. In fact, the reactor had in fact been cleaned extremely carefully before test 2 began. Jarosite seeds of this type were thus totally absent from the starting medium whilst this was probably not the case with the other tests according to the invention, which is what would most frequently be the case in industrial practice.

Based on this finding, new tests were therefore carried out so as to study the influence of deliberately adding jarosite seeds to the pulp before the leaching process.

These tests were carried out in accordance with version 1 of the process according to the invention where the leaching process is carried out in a single step. However, the results can also be applied to version 2 which comprises leaching in two steps with an intermediate addition of saprolite.

Two tests numbered 6 and 7 were carried out in conditions comparable to those of test 2 above with regards to the version of the process used (version 1), the limonite/saprolite ratio (1:1) and the amount of H_2SO_4 added (approximately 0.80 g per g dry ore). Unlike in test 2, before leaching began, jarosite residue seeds were added to the pulp at a seed/dry ore ratio of 1:6 (test 6) or 1:2 (test 7). The speed of rotation of the reactor was also increased in order to promote dispersion of the seeds. The conditions for tests 2 (as a reminder), 6 and 7 are summarised in Table 4.

Test	Process	Approximate limonite/saprolite ratio	H ₂ SO ₄ added (g/g dry ore)	seed/dry ore	Stirring rpm
2	Version	1 : 1	0.80	0	318
6	1	1 : 1	0.84	1 / 6 (0.17)	538
7	—	1 : 1	0.80	1 / 2 (0.50)	515

Table 4: Operating conditions for the second set of tests

Test No. 6 – version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:1 with 0.17 g seeds/g ore

A mixture of 260 g dry limonite, 258 g dry saprolite and 88 g jarosite residue seeds was added to 1580 ml seawater containing 11 g/l Na in the same reactor as before. 450 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of a pulp, that is to say 0.84 g H₂SO₄/g dry ore. The reactor was equipped with a system for outgassing sulphur dioxide and a system for measuring redox potential and was set in rotation at 538 rpm.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes, the potential of the pulp was checked at approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO₂ for approximately 5 hours. The evolution of potential was as follows:

Time	0 h	0.5 h	1.0 h	2.0 h	4.0 h	7.9 h	24.4 h
Potential (Ag/AgCl)	936 mV	757 mV	691 mV	628 mV	622 mV	621 mV	588 mV

Regular samples of approximately 50 ml pulp were taken every hour. The samples were immediately filtered and the filter cakes were washed. The filtrates, washes and washed filter cakes were analysed.

The final reaction mixture was filtered; 990 ml filtrate was recovered with 4.5 g/l Ni and 0.50 g/l Co, 11.2 g/l Fe and 36 g/l H₂SO₄. The filter cake was washed over a filter and dried at a

constant weight. 484 g dry residue was recovered, that is to say with the addition of 88 g seeds at the start: 0.77 g new residue/g ore.

The leaching yields were: 93.7 % for Ni, 96.5 % for Co and 9.6 % for Fe.

Test No. 7 – version 1 – leaching limonite and saprolite at a ratio of 1:1 with 0.50 g seeds/g ore

A mixture of 333 g dry limonite, 333 g dry saprolite and 333 g jarosite residue seeds was added to 2000 ml seawater containing 11 g/l Na in the same reactor as before. 556 g 96 % sulphuric acid were slowly added to the ore mixture in the form of a pulp, that is to say 0.80 g of H_2SO_4 /g dry ore. The reactor was equipped with a system for outgassing sulphur dioxide and a system for measuring redox potential and was set in rotation at 515 rpm.

The reaction medium was brought to a temperature between 95 °C and the boiling point for the duration of the test. After 15 minutes, the potential of the pulp was set to approximately 650 mV Ag/AgCl at most by adding SO_2 for approximately 5 hours. The evolution of potential was as follows:

Time	0.2 h	0.5 h	1.0 h	2.1 h	8.0 h	24.3 h
Potential (Ag/AgCl)	1050 mV	808 mV	623 mV	625 mV	591 mV	551 mV

Regular samples of approximately 50 ml pulp were taken every hour. The samples were immediately filtered and the filter cakes were washed. The filtrates, washes and washed filter cakes were analysed.

The final reaction mixture, which consisted of 2135 pulp, was filtered; 1227 ml filtrate was recovered with 4.8 g/l Ni and 0.51 g/l Co, 7.6 g/l Fe and 42 g/l H_2SO_4 . The filter cake was washed over a filter and dried at a constant weight. 839 g dry residue was recovered, that is to say with the addition of 333 g seeds at the start: 0.76 g new residue/g ore.

The leaching yields were: 97.1 % for Ni, 94.6 % for Co and 5.3 % for Fe.

Monitoring the evolutions of the reaction media during the leaching process gave rise to the following conclusions:

The presence of seeds substantially improves the leaching yield of Ni and accelerates the rate of said leaching process, increasingly so the greater the amount of seeds added.

In test 2, after one hour 72 % Ni had been leached compared with 75 % in test 6 and 88 % in test 7. For test 7, 92.9 % was obtained in only 2 h whilst this amount could not be obtained with test 2 even after 24 h. In test 7, after 8 h 96 % had been obtained and 97 % after 24 h which is excellent and higher than the amount obtained with the reference tests using the JAL process. After 24 h, a yield of 93.7 % was obtained with test 6 which was therefore just as good as that obtained with the JAL reference tests.

The results of the process for leaching cobalt are comparable in the three tests (94 to 96 % obtained after two hours) for the same reasons which were seen for the set of tests 1 to 5. Results which were similar to those of the JAL reference tests were therefore obtained.

The rate of the process for leaching magnesium is quick in all cases (from 88 to 92 % after one hour). After 24 hours, leaching rates of approximately 95 % in all cases were obtained. Introducing seeds certainly had no significant effect on this.

Figure 3 shows the evolution of iron concentration in the liquid fraction of the pulp during tests 2, 6 and 7. It can be seen that after an initial partial dissolution of the iron in the ore, the rate of iron precipitation in the jarosite depends largely on the amount of seeds introduced.

In the absence of seeds (test 2), the iron only starts to precipitate after having dissolved after approximately 3 h and the iron concentration in the solution reaches its minimum value of 27.4 g/l after 16 h, which is maintained until the end of the experiment (28 h).

With 0.17 g/g seeds added (test 6), the iron precipitates after having dissolved after approximately one hour and precipitation is observed until an iron content of 11.2 g/l is obtained after 24.4 h.

With 0.5 g/g seeds added (test 7), the iron again precipitates after having dissolved after approximately 1 h. After only 8 h, a relatively low level of iron in the solution of 14 g/l has already been obtained. After 24.3 h this level is only 7.6 g/l which is thus comparable to that obtained with the reference JAL tests,

These experiments clearly show that the deliberate introduction of jarosite seeds before the leaching process rather substantially accelerates the rate of jarosite precipitation and makes it possible to obtain a final solution, before liquid-solid separation, having a low iron content with treatment times which are not excessively long.

Figure 4 shows the evolution of the free H_2SO_4 content in the liquid fraction of the pulp during the tests. The leaching process starts in a rather acidic medium and the dissolution of the ore components quickly consumes the acid initially introduced. This consumption competes with the release of acid which is caused, in particular, by jarosite precipitation. It is therefore normal for the qualitative evolution of the curves of the free H_2SO_4 content to substantially, but inversely, follow the qualitative evolution of the curves of the iron content in Figure 3.

In the absence of jarosite seeds (test 2), acidity rapidly decreases until 3 to 4 h of the test, then continuously increases until reaching a plateau of approximately 28 g/l after 15 h. The final content after 28 h is 25 g/l.

With 0.17 g/g jarosite seeds (test 6), acidity stops decreasing after 2 h and continuously increases during jarosite precipitation until reaching 36 g/l after 24 h. With 0.50 g/g jarosite seeds (test 7), a similar evolution is observed until a final content of 42 g/l is obtained after 24.3 h.

Acidity at the start of the test is lower, the greater the amount of seeds introduced. With the introduction of seeds the availability of free acid for leaching the ore is therefore largely promoted and this explains the higher leaching yields of nickel which are seen in tests 6 and 7 relative to test 2, with a comparable amount of acid introduced. The user must thus choose between two solutions and their compromises:

- either benefit from the introduction of seeds to reduce the amount of acid introduced with a view to obtaining an identical leaching yield of nickel;

- or keep the amount of acid introduced the same as in the absence of seeds and at the end obtain a greater amount of nickel than that obtained in the absence of seeds owing to the increased leaching yield.

Taking into account the price of metals, mining costs, the cost of consumable materials, the equipment investment and maintenance, a cost calculation enables the user to select the solution which is best adapted to the specific case, in particular based on the features of the deposit which he must evaluate.

It has also been found that introducing jarosite seeds makes it possible to increase aluminium and chrome precipitation together with that of iron, sulphur and sodium. These two elements are thus found in smaller quantities in the final solution. The presence of these elements as impurities in the nickel and cobalt intermediate concentrates or commercial products obtained from this solution will thus be reduced or else their subsequent elimination will be facilitated.

Generally, supplementing the process according to the invention, in its two versions, by adding jarosite seeds to the limonite and saprolite pulp before the leaching process thereof makes it possible to obtain results with the process according to the invention which are just as good as those obtained with the JAL process, without having to first separate the limonitic fraction and the saprolitic fraction of the ore, thus reducing costs. The jarosite seeds used preferably result from a solid-liquid separation process carried out on a fraction of the leached pulp obtained during implementation of the process itself in such a way that it is not

necessary to introduce any external matter into the process in order to benefit from this improvement.

Claims

1. Process for the hydrometallurgical treatment of a lateritic nickel/cobalt ore consisting of a mixture (2) of limonite and saprolite, characterised in that:

- the limonite and saprolite mixture (2) is made into a pulp (1) in the presence of an iron-precipitating agent so as to form an initial pulp having a solids content of between 10 and 40 % by weight, preferably between 20 and 30 %;
- the initial limonite and saprolite pulp undergoes a leaching process (4) with sulphuric acid (5) at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, at atmospheric pressure;
- the pulp obtained by the leaching process (4) optionally undergoes a neutralisation process (7) so as to have a pH between 2 and 3;
- and a solid-liquid separation process (8) is carried out on said pulp, preferably by decantation and counter current washing or filtration, so as to obtain an iron-containing solid residue (9), which is mainly in jarosite form, and a solution containing nickel and cobalt ions.

2. Process according to claim 1, characterised in that the saprolite/limonite ratio of the mixture (2) is between 0.5 and 3.

3. Process according to either claim 1 or claim 2, characterised in that the retention time of the pulp during the leaching process (4) with sulphuric acid is between 1 and 24 h, preferably 6 to 12 h.

4. Process according to any one of claims 1 to 3, characterised in that the amount of sulphuric acid (5) added when the pulp is leached is such that the concentration of sulphuric acid in the pulp at the end of the leaching process (4) is from 10 to 50 g/l, preferably from 20 to 40 g/l.

5. Process according to claim 1, characterised in that the saprolite/limonite ratio of the mixture (2) makes it possible, after a first step of the leaching process (4) thereof, to obtain a concentration of sulphuric acid of from 25 to 50 g/l, and in that saprolite (13) is also separately made into a pulp (12) having a solids content of between 10 and 40 % by weight, preferably between 20 and 30 %, in that the saprolite pulp is added to the saprolite and limonite pulp during the leaching process so as to proceed with a second step (11) of said leaching process for between 5 and 8 h, at a temperature between 70 °C and the boiling point of the solution, preferably between 90 °C and the boiling point, the concentration of sulphuric acid in the pulp after the second step (11) of the leaching process being between 10 and 50 g/l, preferably between 20 and 40 g/l, before proceeding with said optional neutralisation process (7) and said solid-liquid separation (8).

6. Process according to claim 5, characterised in that the retention time of the initial limonite and saprolite pulp during the first step (4) of the leaching process is between 1 h and 8 h, preferably from 4 to 6 h.

7. Process according to any one of claims 1 to 6, characterised in that the leaching process (4; 4, 11) is carried out in the presence of a reducing agent, such as SO₂, keeping electrochemical potential less than or equal to 1,000 mV relative to the standard hydrogen electrode.

8. Process according to any one of claims 1 to 7, characterised in that the process (4; 4, 11) for leaching the initial limonite and saprolite pulp is carried out in the presence of jarosite seeds.

9. Process according to claim 8, characterised in that the seeds/ore ratio is between 0 and 2, preferably between 0.2 and 0.6.

10. Process according to either claim 8 or claim 9, characterised in that said seeds are formed by the solid fraction obtained during the solid-liquid separation (6) of some of the pulp obtained by said leaching process (4, 11) preferably in a decanter.

11. Process according to claim 10, characterised in that said solid fraction obtained by said separation process (6) has a solids content of at least 30 %.
12. Process according to claim 11, characterised in that said seeds are obtained by filtering said solid fraction obtained by said separation process (6).
13. Process according to any one of claims 1 to 12, characterised in that the iron-precipitating agent is selected from Na^+ , K^+ and NH_4^+ .
14. Process according to claim 13, characterised in that the iron-precipitating agent is added at least in part by using sea water (3, 14) in order to make the limonite and saprolite mixture (2) into a pulp (1) and/or in order to make saprolite (13) into a pulp (12).
15. Process for preparing nickel and/or cobalt intermediate concentrates or commercial products from a lateritic ore, characterised in that:
 - the hydrometallurgical treatment of said lateritic ore is carried out according to any one of claims 1 to 14;
 - said solution containing nickel and cobalt ions undergoes processes (10) to purify and recover the nickel and/or cobalt in the form of intermediate concentrates or commercial products.

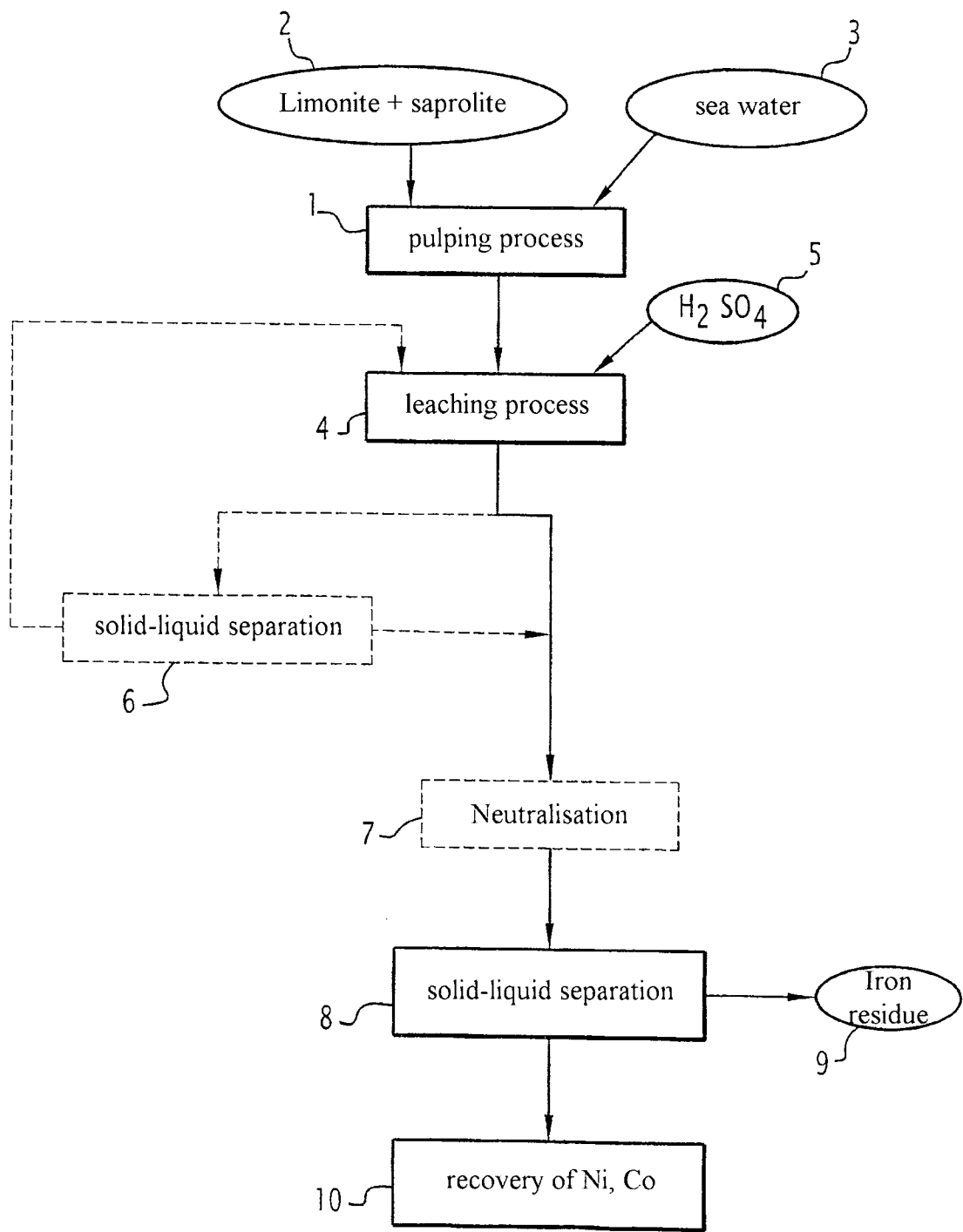


FIG.1

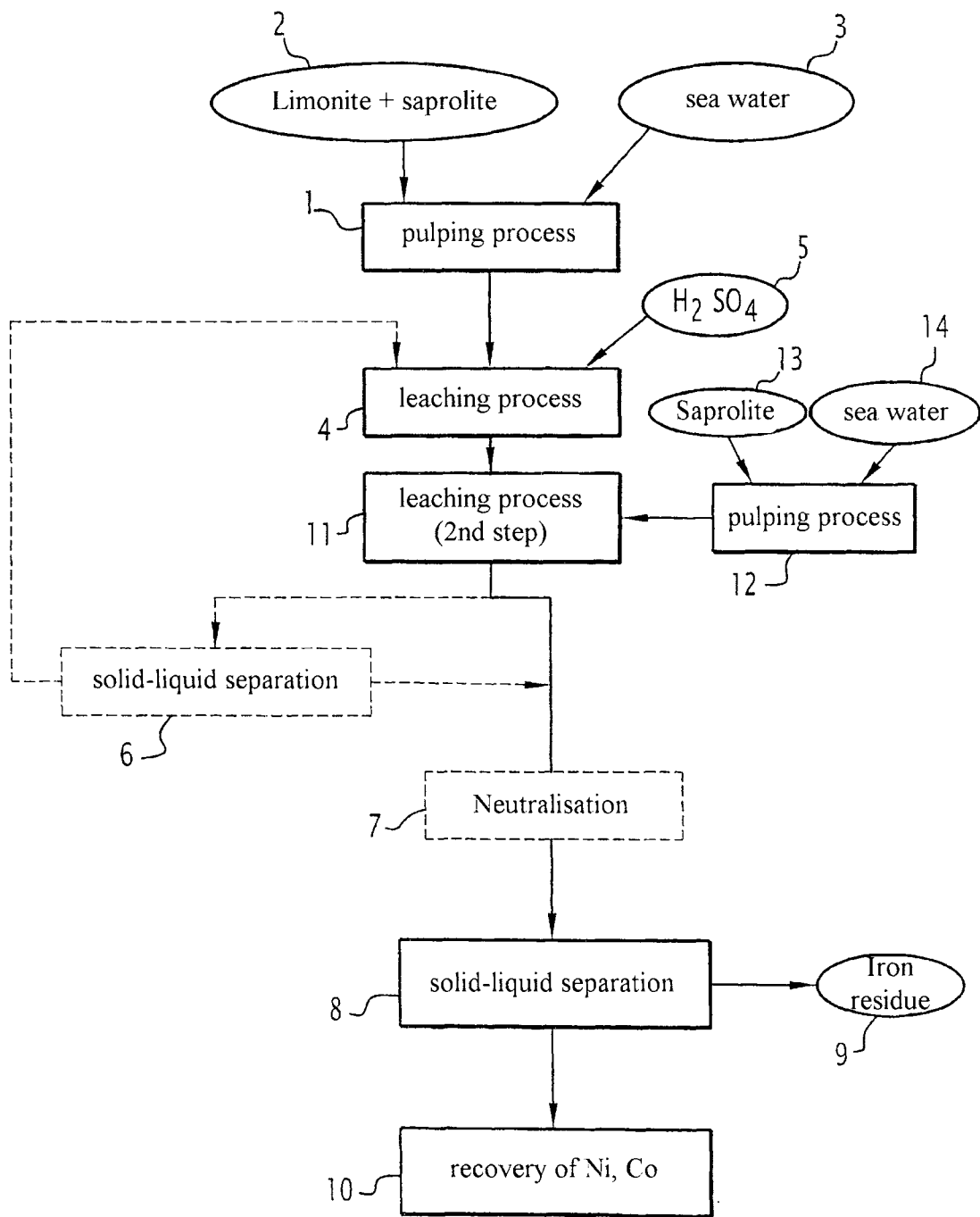


FIG.2

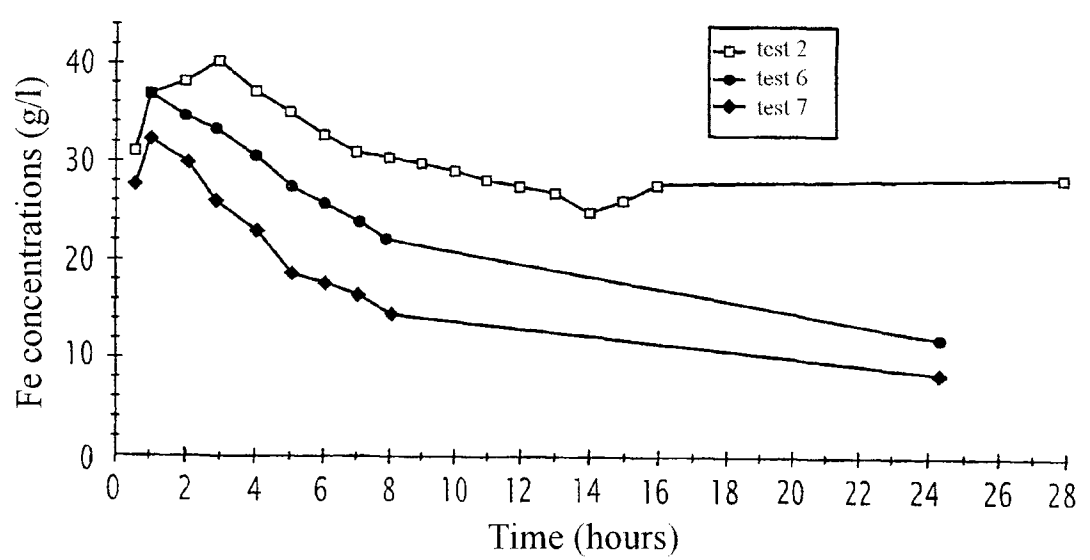


FIG.3

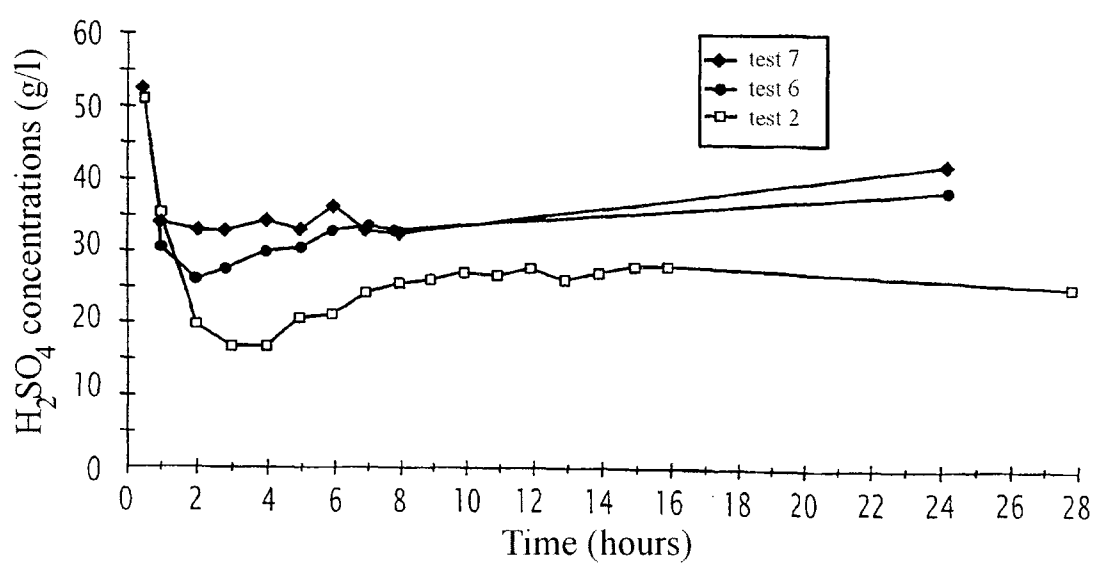


FIG.4

PROCESO PARA EL TRATAMIENTO HIDROMETALÚRGICO DE UN MINERAL DE COBALTO/NÍQUEL LATERÍTICO Y PROCESO PARA PRODUCIR CONCENTRADOS INTERMEDIOS DE NÍQUEL Y/O COBALTO O PRODUCTOS COMERCIALES QUE LO USAN

5

La invención se relaciona con el tratamiento hidrometalúrgico de minerales de óxido de níquel y cobalto de manera tal que se obtenga una solución que contiene, en particular, el níquel y el cobalto extraídos de los minerales, cuya solución puede entonces tratarse para recuperar el níquel y/o el cobalto en la forma de concentrados intermedios o productos comerciales.

15

Los minerales de níquel y cobalto se dividen en diferentes categorías. Una de las principales categorías es "óxido" o minerales "lateríticos" en la cual el níquel y el cobalto están en la forma de óxidos y están presentes en la forma de dos fracciones dispuestas en capas superpuestas:

20

- una fracción de "limonita" (o algunas veces "laterita") que tiene un contenido relativamente bajo de magnesio y relativamente alto de hierro;
- una fracción de "saprolita" que, por el contrario, tiene un contenido relativamente alto de magnesio y relativamente bajo de hierro.

25

Se han sugerido diferentes procesos hidrometalúrgicos para obtener dicha solución de níquel y cobalto antes de su recuperación en forma de metal. El proceso más convencional es el proceso de "Bahía de Moa" en el cual una pulpa que tiene
5 40% de sólidos de un mineral que comprende sustancialmente limonita se lixivia en ácido sulfúrico a una temperatura de 245°C a 270°C y a una presión de 35 a 55 bares y luego pasa por una separación de sólidos y líquidos y una neutralización del ácido libre a presión atmosférica. El hierro y el aluminio
10 que quedan en la solución se precipitan agregando piedra caliza comprimida (históricamente desde lodo de coral). El níquel y el cobalto se recuperan desde la solución precipitando azufres.

15 Un inconveniente de este proceso es que la presencia de limonita y de una fracción significativa de mineral saprolítico, que es principalmente básico debido a su alta concentración en magnesio, deriva en el consumo de ácido aumentado.

20

Se han propuesto soluciones obtenidas usando este proceso con vistas a tratar, lo mejor que sea posible, los diferentes tipos de mineral laterítico o sus fracciones con tan poco consumo de ácido como sea posible y/o sin usar autoclaves

costosos que no son muy confiables y se deben usar cuando se trabaja a presión elevada.

En particular, se puede citar el documento US-A-3.793.432 que
5 sugiere lixiviar solamente limonita con ácido sulfúrico a un
pH inferior a 1,5 mientras se agregan agentes que inducen la
precipitación de hierro dentro de un precipitado de jarosita.
Este proceso de lixiviación tiene lugar a presión atmosférica
pero requiere un tiempo de tratamiento demasiado prolongado
10 (40 a 100 horas) para obtener una buena extracción de níquel y
suficiente precipitación de hierro.

En el documento US-A-4.410.498 se sugiere lixiviar solamente
saprolita con ácido sulfúrico a presión atmosférica mientras
15 se agrega un agente de reducción que mantiene el potencial de
reducción y oxidación del baño de 400 a 600 mV.

Los documentos US-B1-6.261.527 y US-B2-6.680.035 sugieren en
primer lugar lixiviar una fracción de limonita a presión
20 atmosférica para disolver el hierro y el níquel, luego agregar
un agente de precipitación de hierro de manera tal que se
obtenga la precipitación de jarosita y, al mismo tiempo,
neutralizar la pulpa usando saprolita de manera tal que
mantenga una concentración de H_2SO_4 de 5 a 15 o de 5 a 30 g/l
25 en la fase líquida. La solución final tiene un contenido de

hierro inferior a 3 g/l o inferior a 10 g/l basado en la cantidad del agente de precipitación de hierro agregado.

Una manera de agregar este agente de precipitación de hierro, en el caso de iones de Na^+ , es elaborar la limonita y la saprolita en una pulpa usando agua marina. Si ésta es la única fuente del agente de precipitación de hierro luego solamente se puede obtener la parte superior de la gama del contenido de hierro inferior a 10 g/l como se mencionó anteriormente.

10

Este proceso, denominado JAL (lixiviación atmosférica de jarosita), tiene la ventaja de que da buenos resultados en términos de la composición de la solución de lixiviación final y no requiere el uso de equipos que son bastante costosos o no confiables (autoclaves) para realizar la parte hidrometalúrgica del proceso. Sin embargo, como anteriormente, se requiere que la minería o el tratamiento selectivo antes de las fracciones de limonita y saprolita se separen de un mineral latérico.

20

Sin embargo, para algunos depósitos, es difícil llevar a cabo este proceso de separación eficazmente, ya sea debido al espesor de las capas de limonita y de saprolita o debido a la geometría complicada de su interfaz. También hay saprolitas muy ferríferas en algunos depósitos y se sabe cómo separar

25

eficazmente a éstas de las limonitas por medio de la minería. Estas saprolitas tienen superpuestas saprolitas menos ferríferas que contienen más magnesio. Finalmente, algunos depósitos se han removilizado (por ejemplo mediante
5 deslizamiento de masa hacia las regiones bajas) y los diferentes tipos de mineral mezclado durante el desplazamiento no se pueden separar eficazmente.

Si bien es posible (y éste no siempre es el caso), este
10 proceso de separación es entonces difícil y su costo afecta sustancialmente el costo de la minería, del procesamiento del mineral y del tratamiento hidrometalúrgico de los minerales de níquel y cobalto realizado con vistas a recuperar estos metales.

15

El objetivo de la invención es proponer un proceso nuevo para el tratamiento hidrometalúrgico de un mineral de níquel y cobalto laterítico, cuyo uso hace posible obtener, a partir de una amplia gama de minerales lateríticos, concentrados
20 intermedios de níquel y cobalto o productos comerciales que tienen un alto nivel de pureza a un costo satisfactorio.

La invención entonces se relaciona con un proceso para el tratamiento hidrometalúrgico de un mineral de níquel

laterítico y cobalto formado por una mezcla de limonita y saprolita, caracterizado porque:

- la mezcla de limonita y saprolita se hace en una pulpa en la presencia de un agente de precipitación de hierro de manera tal que forme una pulpa inicial que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente entre el 20% y el 30%;
- la pulpa inicial de limonita y saprolita se lixivia con ácido sulfúrico a una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, preferentemente de entre 90°C y el punto de ebullición, a presión atmosférica;
- la pulpa obtenida del proceso de lixiviación se neutraliza optativamente de manera tal que se obtenga un pH de entre 2 y 3;
- 15- un proceso de separación de sólido y líquido se realiza sobre dicha pulpa, preferentemente a través de la decantación y el lavado o la filtración contra la corriente, de manera tal que se obtenga un residuo sólido que contiene hierro, principalmente en la forma de jarosita, y una solución que
20 contiene iones de níquel y cobalto;
- la relación de saprolita/limonita de la mezcla es preferentemente entre 0,5 y 3;
- el tiempo de retención de la pulpa durante el proceso de lixiviación con ácido sulfúrico es preferentemente de entre 1
25 y 24 horas, preferentemente de entre 6 y 12 horas;

- la cantidad de ácido sulfúrico agregada mientras la pulpa se lixivia se preferentemente tal que la concentración del ácido sulfúrico en la pulpa después del proceso de lixiviación es de 10 g/l a 50 g/, preferentemente de 20 a 40 g/l.

5

De acuerdo con una variación de la invención, la relación de saprolita/limonita de la mezcla hace posible obtener, después del primer paso del proceso de lixiviación de ella, una concentración de ácido sulfúrico de 25 a 50 g/l, además la

10 saprolita se elabora por separado en una pulpa que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente de entre el 20% y el 30%. Dicha pulpa de saprolita se agrega a la pulpa de saprolita y de limonita durante el proceso de lixiviación de manera tal que avance con

15 un segundo paso de dicho proceso de lixiviación durante entre 5 y 8 horas a una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, preferentemente de entre 90°C y el punto de ebullición, la concentración del ácido sulfúrico en la pulpa después del segundo paso del proceso de lixiviación

20 es entre 10 y 50 g/l, preferentemente de entre 20 y 40 g/l, antes de avanzar con dicho proceso de neutralización optativo y dicho proceso de separación de sólido y líquido.

El tiempo de retención de la pulpa de limonita y saprolita

25 durante el primer paso del proceso de lixiviación es

preferentemente entre 1 hora y 8 horas, preferentemente entre 4 horas y 6 horas.

El proceso de lixiviación preferentemente se lleva a cabo en la presencia de un agente de reducción, tal como SO_2 , manteniendo el potencial electroquímico menor o igual a 1.000 mV en relación con el electrodo de hidrógeno estándar.

La pulpa de limonita y saprolita inicial preferentemente se lixivia en la presencia de semillas de jarosita.

La relación de semilla/mineral es preferentemente entre 0 y 2, más preferentemente entre 0,2 y 0,6.

Dichas semillas preferentemente están formadas por la fracción sólida obtenida durante la separación de sólido y líquido de algo de la pulpa obtenida del proceso de lixiviación, preferentemente en un decantador.

Dicha fracción sólida obtenida mediante dicho proceso de separación preferentemente tiene un contenido de sólidos de por lo menos el 90%.

Dichas semillas pueden derivar de la filtración de dicha fracción obtenida mediante dicho proceso de separación.

El agente de precipitación de hierro preferentemente se selecciona de Na^+ , K^+ y NH_4^+ .

- 5 El agente de precipitación de hierro preferentemente se agrega, al menos parcialmente, usando agua marina de manera tal que convierta a la mezcla de limonita y saprolita en la pulpa y/o que convierta a la saprolita en una pulpa.
- 10 La invención también se relaciona con un proceso para preparar concentrados intermedios de níquel y/o cobalto o productos comerciales a partir de un mineral laterítico, caracterizado porque:
- 15- el tratamiento hidrometalúrgico de dicho mineral laterítico se lleva a cabo como se explicó anteriormente;
- dicha solución que contiene iones de níquel y cobalto pasa por procesos para purificar y recuperar el níquel y/o el cobalto en la forma de concentrados intermedios o productos
- 20 comerciales.

Como se habrá entendido, la diferencia sustancial entre los procesos del arte previo revelados en US-B1-6.261.527 y US-B2-6.680.035 y los procesos de acuerdo con la invención es que,

25 en la invención, no es necesario primero separar el mineral

laterítico en una fracción de limonita que tiene un contenido relativamente alto de hierro y un contenido relativamente bajo de magnesio y una fracción de saprolita que tiene un contenido relativamente bajo de hierro y un contenido relativamente alto de magnesio. Una pulpa de mineral laterítico que contiene una fracción de saprolita alta se puede tratar directamente mediante la lixiviación atmosférica con ácido sulfúrico sin que en consecuencia sea necesario usar altas temperaturas y altas presiones durante el proceso de lixiviación. El costo total para tratar un mineral de este tipo puede entonces reducirse sustancialmente con un rendimiento de recuperación de níquel que aún es competitivo y aún es el mismo que aquél que se puede obtener usando los procesos del arte previo mencionado anteriormente. Una variedad de minerales lateríticos para la cual los procesos para separarlos eficazmente en limonita y saprolita serían demasiado difíciles y/o demasiado costosos puede entonces tratarse a un costo satisfactorio.

Si también está disponible una fuente de saprolita es posible mejorar el rendimiento del proceso agregando una pulpa de saprolita a la pulpa inicial durante el proceso de lixiviación de ella. El único reactor adicional necesario para implementar esta variación es aquel en el cual la saprolita se convierte en una pulpa y en consecuencia es de una construcción muy simple. El aumento en el costo del proceso que deriva de dicha

variación entonces se mantiene muy razonable, mucho más cuando hace posible acortar la duración total de la operación de lixiviación. La duración total del proceso entonces sigue siendo comparable con aquel del proceso estándar.

5

La pulpa de limonita y saprolita inicial preferentemente se lixivia en la presencia de semillas que contienen jarosita. Estas semillas preferentemente se obtienen mientras se lleva a cabo el proceso en sí, por ejemplo por medio de un proceso de separación de sólido y líquido realizado en algo de la pulpa obtenida mediante el proceso de lixiviación.

10

15

20

25

Mediante la realización de los procesos de elaboración de pulpa con agua marina es posible introducir, a un bajo costo, un agente de precipitación de hierro en el caso de los iones de Na^+ . Gracias a este agente, el hierro presente en la solución una vez que los minerales se han lixiviado con ácido sulfúrico precipita en la jarosita. La cantidad de iones de Na^+ introducidos por el agua marina en las condiciones descritas para los procesos de elaboración de pulpa es suficiente para obtener la precipitación de hierro que deja en la solución final una cantidad disuelta de hierro que se considera más generalmente como por lo menos razonable. Si se intenta obtener una solución final que contiene muy poco hierro, se puede agregar específicamente uno o más agentes de

precipitación de hierro (compuestos que contienen iones de Na^+ , K^+ y NH_4^+) a la pulpa, o los procesos de elaboración de la pulpa se pueden llevar a cabo con agua dulce junto con una cantidad adecuada de uno o más de dichos agentes. También es favorable neutralizar la pulpa que surge del proceso de lixiviación de manera tal que se obtenga un pH de 2 a 3 para obtener un muy bajo contenido de hierro en la solución final.

La invención se entenderá mejor al leer la siguiente descripción, dada con referencia a las siguientes figuras adjuntas, en donde:

- la Figura 1 es un diagrama que muestra una primera versión del proceso de acuerdo con la invención;
- la Figura 2 es un diagrama que muestra una segunda versión del proceso de acuerdo con la invención;
- la Figura 3 muestra la evolución del contenido de hierro en la fracción líquida de la pulpa durante tres ensayos de lixiviación; y
- la Figura 4 muestra la evolución del contenido de H_2SO_4 en la fracción líquida de la pulpa durante los mismos ensayos.

Se deberá señalar en primer lugar que en el texto siguiente las siguientes definiciones se deberán aplicar a términos específicos, cuya definición exacta no siempre es la misma dentro de la bibliografía técnica:

- limonita: fracción de mineral del 50% al 70% de Fe_2O_3 y como máximo un 5% de MgO ;
- 5 saprolita: fracción de mineral que contiene del 7% al 27% de Fe_2O_3 y por lo menos un 10% de MgO .

La Figura 1 muestra la versión estándar del proceso de acuerdo con la invención que se denominará a continuación "versión 1".

10

En un primer paso se convierte una mezcla 2 de limonita y saprolita en una pulpa con agua marina 3. Esta mezcla 2 de limonita y saprolita es preferentemente un mineral de níquel laterítico cuyas fracciones que contienen altas y bajas cantidades de magnesio no se han separado. La relación de saprolita/limonita es preferentemente entre 0,5 y 3. En este proceso de elaboración de pulpa es posible obtener un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente entre el 20% y el 30%.

20

En un segundo paso 4 la pulpa obtenida en el primer paso 1 se lixivia con ácido sulfúrico. Este proceso de lixiviación 4 se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, 25 preferentemente de entre 90°C y el punto de ebullición, una

temperatura elevada que promueve la disolución de los elementos que se debe lixiviar. En el caso de este proceso en consecuencia es posible prescindir del equipo complejo y costoso que no siempre es confiable, tal como los autoclaves

5 que se usan convencionalmente para procesos de lixiviación a alta temperatura y a alta presión que necesitan otros procesos para tratar minerales de níquel. El tiempo de retención de la pulpa durante el proceso de lixiviación 4 es generalmente entre 1 hora y 24 horas, preferentemente entre 6 horas y 12

10 horas. El tiempo se puede optimizar en función de diferentes parámetros técnicos y de costo del proceso para obtener una disolución de níquel que sea tan completa como sea posible y una duración del tratamiento que no sea excesivamente prolongada. La cantidad del ácido sulfúrico agregada es

15 preferentemente la cantidad necesaria de manera tal que, al final del proceso completo, la concentración del ácido sulfúrico sea de 10 g/l a 50 g/l, preferentemente de 20 g/l a 40 g/l de manera tal que se obtenga un buen punto intermedio entre un alto rendimiento de lixiviación de níquel y un bajo

20 contenido de hierro soluble en la solución de lixiviación. También se conoce en otros procesos imponer un potencial electromecánico menor o igual a 1000 mV en relación el electrodo de hidrógeno estándar a la solución. De hecho, en minerales lateríticos, se incluye una fracción preponderante

25 de cobalto en los compuestos óxido de manganeso, del tipo de

asbolita, y el cobalto se libera cuando el manganeso se hace soluble reduciendo la valencia IV a la valencia II. Sin embargo, si no se desea en particular optimizar el proceso para lixiviar cobalto, no es necesario imponer potencial electroquímico. El potencial electroquímico se impone agregando un agente de reducción, por ejemplo mediante insuflación de SO_2 . Una fracción sólida que contiene jarosita, que a su vez contiene la mayor parte del hierro que está inicialmente presente en la mezcla 2, se precipita, siendo entendible que haya un alto contenido de dicho hierro en la solución final en la cual se llevan a cabo los procesos para recuperar níquel y/o cobalto.

Preferentemente pero no obligatoriamente (este proceso en consecuencia se muestra con una línea de guiones en la Figura 1), el proceso de lixiviación 4 se lleva a cabo después de agregar una semilla de residuo de lixiviación que contiene jarosita a la pulpa de manera tal que induzca rápidamente la precipitación de la jarosita en la fracción sólida. La relación de semilla/mineral en peso preferentemente es de 0 a 2, más preferentemente de 0,2 a 0,6 de manera tal que se obtenga el efecto deseado a un bajo costo. Esta relación es un parámetro que se puede cambiar de manera tal que se optimice bien el proceso de la invención según la composición precisa del mineral inicial. Una forma preferida de obtener esta

semilla consiste, como se muestra en la Figura 1, en realizar un proceso de separación de sólido y líquido 6 en una fracción de la pulpa obtenida mediante el proceso de lixiviación 4, preferentemente en un decantador, y en devolver la corriente 5 de fondo al reactor de lixiviación. Esta corriente de fondo preferentemente tiene un contenido de sólidos de por lo menos el 30% en peso, que es beneficioso para que el espesamiento sea tan alto como sea posible de manera tal que limite la cantidad del líquido reciclado para la lixiviación. El 10 filtrado de la pulpa de la corriente de fondo hace posible obtener un contenido de sólidos bastante alto.

La corriente de la superficie líquida del proceso de separación 6 optativamente se agrega a la pulpa obtenida 15 mediante el proceso de lixiviación 4 que luego optativamente pasa por un paso de neutralización 7 usando un agente de neutralización tal como piedra caliza finamente triturada para llevar el pH final a entre 2 y 3, preferentemente 20 aproximadamente 2,5, de manera tal que se minimice el contenido de hierro soluble y se evite la precipitación conjunta de algo del cobalto y el níquel.

Finalmente, la pulpa pasa por un proceso de separación sólido y líquido 8, preferentemente mediante decantación y lavado 25 contra la corriente o mediante filtración. Se obtiene residuo

9 que es sustancialmente libre cobalto y níquel y que contiene, en particular, sustancialmente la totalidad del hierro que estaba presente inicialmente en el mineral inicial así como una solución que contiene iones de níquel y cobalto
5 que se han hecho solubles y cuyo contenido de hierro, si el proceso de neutralización 7 optativo no se ha realizado, es normalmente de 4 a 30 g/l, preferentemente de 4 a 15 g/l. El proceso de neutralización 7 puede disminuir este contenido de hierro a menos de 1 g/l.

10

Esta solución puede luego pasar por un proceso de recuperación convencional 10 para recuperar el níquel y/o cobalto con vistas a aislar por lo menos uno de estos elementos en la forma de un concentrado intermedio o un producto comercial del
15 tipo convencional. En particular, se indican procesos que usan sulfato. Dado que estos procesos son convencionales y que los primeros pasos del proceso de acuerdo con la invención no interfieren particularmente con ellos, no es necesario describirlos aquí más detalladamente.

20

La Figura 2 muestra un diagrama de una variación del proceso de acuerdo con la invención que se denomina en adelante "versión 2". Difiere de la versión 1 principalmente en que el proceso de lixiviación se lleva a cabo en dos pasos, el

segundo paso se inicia agregando una pulpa de saprolita mientras se está lixivando la pulpa inicial.

En el primer paso 1 de convertir una mezcla de limonita y
5 saprolita en una pulpa con agua marina 3 se lleva a cabo como en la versión 1 y se obtiene un contenido de sólidos de la pulpa del 10% al 40%, preferentemente del 20% al 30%.

Sin embargo, el criterio para determinar la relación de
10 saprolita/limonita es diferente en este caso, se establece una relación que, al final del primer paso del proceso de lixiviación 4, permite una concentración relativamente alta de ácido sulfúrico, de 25 g/l a 50 g/l, proporcionando así los rendimientos de lixiviación de níquel y cobalto.

15

La pulpa luego se lixivia en dos pasos 4 y 11. El primer paso
4 es comprable con el proceso de lixiviación 4 en un solo paso de la versión 1, en que también se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura de entre 70°C y el punto de
20 ebullición de la solución, preferentemente de entre 90°C y el punto de ebullición, y se impone un potencial menor o igual a 1000 mV en relación con el electrodo de hidrógeno estándar si se desea optimizar el proceso para lixiviar cobalto.

Este tiempo, la cantidad de ácido sulfúrico 5 agregada es tal que el segundo paso 11 del proceso de lixiviación, que se describirá más tarde, la concentración del ácido sulfúrico es de 10 g/l a 50 g/l, preferentemente de 20 g/l a 40 g/l.

5

El primer paso 4 del proceso de lixiviación generalmente dura de 1 a 8 horas, preferentemente de 4 a 6 horas.

10 Cuando la mezcla de limonita/saprolita se convierte en una pulpa 1 y se lleva a cabo el primer paso 4 del proceso de lixiviación, una fracción de saprolita 13 también se convierte en una pulpa 12 con agua marina 14 de manera tal que se obtenga un contenido de sólidos en la pulpa del 10% al 40%, preferentemente del 20% al 30%.

15

20 Cuando el primer paso 4 del proceso de lixiviación ha avanzado al punto en el cual el contenido de ácido sulfúrico en la pulpa ha alcanzado de 25 g/l a 50 g/l, la pulpa de saprolita que deriva del proceso de producción de pulpa 12 luego se agrega a la pulpa lixiviada, por lo cual no hay necesidad de agregar más ácido sulfúrico en este punto, excepto para corregir un posible desvío no intencional del proceso. Un segundo paso 11 del proceso de lixiviación entonces comienza pero se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura
25 de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución,

preferentemente entre 90°C y el punto de ebullición. Dicho paso 11 dura entre 5 horas y 8 horas. Produce una pulpa lixiviada final, cuya fracción de sólidos contiene jarosita, que a su vez contiene la mayor parte del hierro inicialmente presente en la mezcla 2 de limonita/saprolita inicial y la saprolita 13 agregada.

Esta pulpa luego pasa por los mismos procesos optativos de neutralización 7, separación de sólido y líquido 8 y recuperación del níquel y/o cobalto 9 que en la versión 1.

Como en la versión 1, el proceso de lixiviación 4, 11, preferentemente se lleva a cabo en la presencia de una semilla que contiene jarosita. Se agrega a la pulpa antes del primer paso 4 del proceso de lixiviación, nuevamente con una relación preferida de semilla/mineral en peso de 0 a 2, más preferentemente de 0,2 a 0,6. Este núcleo se obtiene ventajosamente mediante un proceso de separación de sólido y líquido 6 que se lleva a cabo sobre una fracción de la pulpa obtenida mediante el segundo paso 11 del proceso de lixiviación. Nuevamente, la corriente de fondo que surge de este proceso de separación 6 preferentemente tiene un contenido de sólidos de por lo menos el 30% y esta corriente de fondo (o la pulpa obtenida mediante su filtración) es la que se envía al reactor de lixiviación.

La corriente de la superficie líquida que surge de este proceso de separación 6 se agrega a la pulpa obtenida mediante el segundo paso 11 del proceso de lixiviación con vistas a que
5 pase por un proceso de neutralización 7 (si éste debe tener lugar) o con vistas a pasar inmediatamente por el proceso de separación de sólido y líquido 8.

La versión 2, comparada con la versión 1, hace posible
10 aumentar los rendimientos de lixiviación de níquel y cobalto. Éste también es el objetivo de agregar semillas que contienen jarosita a la pulpa de limonita y saprolita antes de que pase por un proceso de lixiviación 4. Este agregado hace posible acelerar la velocidad de precipitación de jarosita y reducir
15 la cantidad del ácido sulfúrico necesario para obtener los rendimientos de lixiviación deseados para un contenido de hierro dado en la solución final. De hecho, la precipitación de jarosita deriva en una cantidad de ácido que se libera que luego está disponible para disolver nuevamente el níquel y el
20 cobalto.

Ahora se describirán procedimientos de ensayo de laboratorio y sus resultados con referencia a diferentes variaciones del proceso de acuerdo con la invención.

En un primer grupo de ensayos (numerados 1 a 4) se siguieron las versiones 1 y 2 de acuerdo con la invención pero sin la introducción deliberada de semillas que contienen jarosita durante el proceso de lixiviación.

5

Los ensayos se llevaron a cabo en minerales típicos obtenidos de Nueva Caledonia y cuyas características principales se dan en la tabla 1.

10 Las principales condiciones de operación se resumen en la tabla 2.

Mineral	Ni %	Co %	Fe %	Mg %	Si %	Al %	Mn %	Cr %
Limonita	1,29	0,29	41,9	2,34	3,8	2,51	1,63	2,12
saprolita	1,68	0,03	11,4	15,3	20,3	0,27	0,19	0,48

Tabla 1: composición de los minerales del ensayo

Ensayo	Proceso	Relación aproximada de limonita/ saprolita	H ₂ SO ₄ (g/g de mineral seco)
1	versión 1	1:1	0,77
2	versión 1	1:1	0,80
3	versión 1	1:1	0,87

4	versión 1	1:2	0,89
5	Versión 2	1:2	0,83

Tabla 2: condiciones de operación del primer grupo de ensayos

Con respecto al ensayo 5, la acidez se considera en relación con la cantidad total del mineral agregada en los dos pasos del proceso de lixiviación. Véase la descripción detallada del ensayo para más detalles.

Ensayo N° 1: versión 1 - lixiviación de limonita y saprolita a una relación de 1:1

10

Se agregó una mezcla de 269 g de limonita seca y 281 g de saprolita seca a 1620 ml de agua marina que contiene 11 g/l de Na en un reactor de doble envoltura de 2 litros controlado termostáticamente equipado con un sistema de reflujo. Se agregaron lentamente 443 g de 96% de ácido sulfúrico a la mezcla de minerales en la forma de una pulpa, es decir 0,77 g de H_2SO_4 /g de mineral seco. El reactor se equipó con un sistema para desgasificar dióxido de azufre y un sistema para medir el potencial de reducción y oxidación usando un electrodo de Ag/AgCl. Se lo rotó a 318 ppm para agitar la pulpa.

20

Se llevó el medio de la reacción a una temperatura de entre 95°C y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 30

minutos de reacción, se controló el potencial de la pulpa a aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO_2 durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la siguiente:

5

Tiempo	0 h	0,3 h	0,6 h	5,8 h	24 h
Potencial (Ag/AgCl)	1016 mV	977 mV	650 mV	570 mV	523 mV

Una muestra tomada a las 5,8 h mostró que el lixiviado contenía 3,8 g/l de Ni, 0,51 g/l de Co y 34 g/l de Fe, es decir rendimientos de lixiviación del 70% para Ni, 92% de Co y una precipitación del 28% para Fe.

Después del ensayo, la mezcla de la reacción, que contenía 1930 ml de pulpa, se filtró; se recuperaron 1300 ml de filtrado con 4,7 g/l de Ni y 0,51 g/l de Co, 7,7 g/l de Fe y 39 g/l de H_2SO_4 . La torta de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 551 g de residuo seco, es decir 1,00 g de residuo seco/g de mineral seco.

Los rendimientos de lixiviación fueron: 86,6% para Ni, 92,4% para Co y 8% para Fe.

Ensayo N° 2; versión 1: lixiviación de limonita y saprolita a una relación de 1:1

Se agregó una mezcla de 333 g de limonita seca y 333 g de saprolita seca a 2000 ml de agua marina que contiene 11 g/l de Na en el mismo reactor que anteriormente y se agitó en las mismas condiciones. Se agregaron lentamente 557 g de 96% de ácido sulfúrico a la mezcla de minerales en la forma de una pulpa, es decir 0,80 g de H₂SO₄ de mineral seco.

10

La mezcla de la reacción se llevó a una temperatura de entre 95°C y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15 minutos, se controló el potencial de la pulpa a aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO₂ durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la siguiente:

Tiempo	0 h	0,5 h	1 h	2 h	8 h	16 h	28 h
Potencial	1000	830	704	589	579	601	528
(Ag/AgCl)	mV	mV	mV	mV	mV	mV	mV

20 La mezcla de la reacción final, que contenía 1300 ml de pulpa, se filtró; se recuperaron 940 ml de filtrado con 4,8 g/l de Ni y 0,55 g/l de Co, 27,4 g/l de Fe y 25 g/l de H₂SO₄. La torta de

filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante.
Se recuperaron 356 g de residuo seco.

Los rendimientos de lixiviación fueron: 87,3% para Ni, 95,3%
5 para Co y 26% para Fe.

**Ensayo N° 3: versión - lixiviación de limonita y saprolita a
una relación de 1:1**

10 Se agregó una mezcla de 269 g de limonita seca y 281 g de
saprolita seca a 1620 ml de agua marina que contiene 11 g/l de
Na en el mismo reactor que anteriormente y se agitó en las
mismas condiciones. Se agregaron lentamente 500 g de 96% de
ácido sulfúrico a la mezcla de minerales en la forma de
15 pulpa, es decir 0,87 g de H_2SO_4 /g de mineral seco.

La mezcla de la reacción se llevó a una temperatura de entre
95°C y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15
minutos de reacción, se controló el potencial de la pulpa a
20 aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO_2
durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial
fue la siguiente:

Tiempo	0,8 h	4,5 h	23,3 h
--------	-------	-------	--------

Potencial (Ag/AgCl)	645 mV	543 mV	528 mV
------------------------	--------	--------	--------

Luego se filtró la mezcla de la reacción final, que consistía en 1920 ml de pulpa; se recuperaron 1355 ml de filtrado con 4,6 g/l de Ni y 0,46 g/l de Co, 21,4 g/l de Fe y 36 g/l de H₂SO₄. La torta de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 475 g de residuo seco, es decir 0,86 g de residuo seco/g de mineral seco.

Los rendimientos de la lixiviación fueron: 93,6% para Ni, 96,7% para Co y 24% para Fe.

Ensayo N° 4: versión 1: lixiviación de limonita y saprolita a una relación de 1:2

Se agregó una mezcla de 135 g de laterita seca y 270 g de saprolita seca a 1215 ml de agua marina que contiene 11 g/l de Na en el mismo reactor que anteriormente y se agitó en las mismas condiciones. Se agregaron lentamente 375 g de 96% de ácido sulfúrico a la mezcla de mineral en la forma de una pulpa, es decir 0,89 g de H₂SO₄/g de mineral seco.

La mezcla de la reacción se llevó a una temperatura de entre 95° y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15

minutos de reacción, se controló el potencial de la pulpa a aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO₂ durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la siguiente:

5

Tiempo	0 h	1,5 h	17,8 h
Potencial (Ag/AgCl)	943 mV	586 mV	575 mV

La mezcla de la reacción, que consistía en 1500 ml de pulpa, luego se filtró; se recuperaron 1080 ml de filtrado con 4,5 g/l de Ni y 0,33 g/l de Fe y 30 g/l de H₂SO₄. La torta de
10 filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 288 g de residuo seco, es decir 0,71 g de residuo seco/g de mineral seco.

Los rendimientos de la lixiviación fueron los siguientes:

15 89,0% para Ni, 93,9% para Co y 34% para Fe.

Ensayo N° 5: versión 2: lixiviación de limonita y saprolita a una relación de 1:2

20 **Primer paso:**

Una mezcla de 141 g de limonita seca y 139 g de saprolita seca se agregaron a 810 ml de agua marina que consistía en 11 g/l de Na en el mismo reactor que anteriormente y se agitó en las mismas condiciones. Se agregaron lentamente 363 g de 96% de ácido sulfúrico a la mezcla de minerales en la forma de una pulpa, es decir 1,24 g de H₂SO₄/g de mineral seco en relación con la cantidad del mineral inicial.

El medio de la reacción se llevó a una temperatura de entre 85°C y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15 minutos de reacción, se controló el potencial de la pulpa a aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO₂ durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la siguiente:

15

Tiempo	0 h	0,5 h	0,7 h	0,9 h	1,5 h	5,7 h
Potencial	1026	1090	880 mV	792 mV	623 mV	629 mV
(Ag/AgCl)	mV	mV				

El primer paso duró 5,7 horas.

20 La mezcla de la reacción, que consistía en 1092 ml de pulpa, se:

- filtró; se recuperaron 900 ml de filtrado con 4,2 g/l de Ni y 0,43 g/l de Co, 71 g/l de Fe y 30 g/l de H_2SO_4 . La torta de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 86 g de residuo seco, es decir 0,31 g de residuo seco/g de mineral seco. Luego se evaluaron los resultados del primer paso. Los rendimientos de la lixiviación fueron: 97,7% para Ni, 97,9% para Co y 94% para Fe.
- o se usó en el segundo paso.

10 **Segundo paso:**

A $t = 5,7$ horas, la mezcla de la reacción se neutralizó agregando 139 g de saprolita seca convertida en una pulpa en 405 ml de agua marina. El medio se calentó hasta que el ensayo terminó a $t = 23,8$ horas. No se agregó ningún ácido adicional lo cual significa que si se considera la cantidad total del mineral agregado durante los dos pasos, la cantidad de ácido introducida al comienzo del ensayo fue de 0,83/g de mineral seco.

20 El potencial de reducción y oxidación final fue 574 mV de Ag/AgCl.

La mezcla de la reacción, que consistía en 1590 ml de pulpa, se filtró; se recuperaron 1080 ml de filtrado con 5,7 g/l de Ni, 0,40 g/l de Co, 4,9 g/l de Fe y 25 g/l de H_2SO_4 . La torta

de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 400 g de residuo seco, es decir 0,95 g de residuo seco/mineral seco.

- 5 Los rendimientos de la lixiviación fueron: 93,8% para Ni, 95,5% para Co y 8% para Fe.

El magnesio se lixivía muy rápidamente (90% se lixivía en la primera hora) y consume una parte significativa (40%) del
10 ácido introducido al comienzo. La cantidad lixiviada aumenta sólo ligeramente en adelante (rendimiento final del 95%).

El hierro se lixivió rápidamente pero llega a un rendimiento de lixiviación máximo del 48% después de 3 horas, es decir un
15 consumo del ácido introducido del 33%. Este rendimiento se reduce luego debido a la precipitación de hierro en la jarosita hasta que alcanza un valor final del 26% que se obtiene después de aproximadamente 15 horas. La curva que muestra la evolución del contenido de hierro en la solución se
20 puede observar en la Figura 3.

Un 73% del níquel se lixivía dentro de 1 hora. La lixiviación luego tiene lugar lentamente de manera tal que se obtenga un rendimiento final del 87% después de 16 horas.

El cobalto se lixivia muy rápidamente (90% dentro de 1 hora) después de agregar SO_2 . El rendimiento máximo del 95% se obtiene después de aproximadamente 10 horas.

5 El contenido de H_2SO_4 después de 1 hora es de 35 g/l y se reduce a 17 g/l después de 3 horas. La acidez luego aumenta continuamente durante el transcurso de la precipitación de jarosita. Esto libera el ácido que luego se pone a disposición para lixiviar el mineral que se traduce en la lixiviación
10 continua del níquel. El valor máximo del contenido de H_2SO_4 es de 28 g/l que se obtiene después de aproximadamente 15 horas. Luego se reduce en forma continua nuevamente a 25 g/l después de 28 horas. La curva se puede observar en la Figura 4.

15 Ensayos de referencia 1 y 2

Se llevaron a cabo ensayos de referencia usando el proceso denominado JAL (lixiviación atmosférica de jarosita) que es el objeto de los documentos US-B1-6.261.527 y US-B2-6.680.035.

20

De acuerdo con este proceso, en un primer paso se lixivia limonita sola, que se ha convertido en una pulpa con agua marina, a presión atmosférica y se controla el potencial agregando un agente de reducción; en un segundo paso la pulpa
25 se neutraliza usando solamente saprolita.

En estos ensayos de referencia, se usó 0,80 g de H_2SO_4 por cada g de mineral (total de limonita + saprolita) y una relación de limonita/saprolita de 1:1. A este respecto, se usaron 5 condiciones que fueron comparables con aquellas usadas en los ensayos 1 y 2 de acuerdo con la invención. El ensayo de referencia 1 se realizó durante 13,3 h mientras que el ensayo de referencia 2 se realizó durante 24 horas.

- 10 Los resultados de los ensayos de referencia 1 y 2 y de los ensayos 1 a 5 de acuerdo con la invención se resumen en la tabla 3.

Ensayo N°	Proceso ensayado	Cantidad pasos en el proceso de lixiviación	Relación de de Limonita / saproli ta	Pasos	Minerales tratados (en unidades de peso)		Equivalente de ácido/mineral	Tiempo de retención de cada paso y tiempo de retención total del ensayo (h)	Tempera tura (°C)	Rendimientos Totales			
					Limonita	saproli ta				Rendimie nto de Ni*	Rendim iento de Co	Acidez Final	Fe residua l
Ref 1	JAL	2	1 : 1	No.1	1		1,60 g/g	5,3 h	100°C	99,5%	99,3 %	66 g/l	120 g/l
				No.2		1	=0.80 g/g total	+8h= 13.3h	100°C	91,7%	96,9%	28 g/l	7,5 g/l
Ref 2	JAL	2	1 : 1	No.1	1		1,60 g/g	5,8 h	100°C	99,5%	99,0%	68 g/l	143 g/l
				No.2		1	=0,80 g/g total	+18,2h=24h	100°C	93,1%	92,7%	34 g/l	5,4 g/l
No.1	Versión 1 de la invenció n	1	1 : 1	-	1	1	0,77 g/g total	24 h	100°C	86,6%	92,4%	39 g/l	7,7 g/l

No.2	Versión 1 de la inveñció n	1	1 : 1	-	1	1	0,80 g/g total	28 h	100°C	87,3%	95,3%	25 g/l	27.4 g/l
No.3	Versión 1 de la inveñció n	1	1 : 1	-	1	1	0,87 g/g total	23,3 h	100°C	93,6%	96,7%	36 g/l	21,4 g/l
No.4	Versión 1 de la inveñció n	1	1 : 2	-	1	2	0,89 g/g total	17,8 h	100°C	89.0%	93,9%	30 g/l	23,6 g/l
No.5	Versión 2 de la inveñció n	2	1 : 2	No.1 No.2	1	1	1,25 g/g =0,83 g/g total	5,7 h +18,1h=23, 8h	100°C	97,7% 93,8%	97,9% 95,5%	30 g/l 25 g/l	71 g/l 4,9 g/l

Tabla 3: resultados de los ensayos 1 a 5 y de los ensayos de referencia 1 y 2

* Para el ensayo de referencia 1 y el ensayo de referencia 2 así como en el ensayo N° 5, el rendimiento de Ni indicado en el paso N° 2 es el rendimiento total del ensayo, calculado basado en la cantidad total de mineral introducido durante los dos pasos.

En todos los casos, se obtuvieron buenos rendimientos de aproximadamente un 92% a 98% lixivando cobalto. El proceso de acuerdo con la invención da resultados que son muy comparables con aquellos del proceso de JAL de referencia. Esto se debe al
5 hecho de que el proceso para lixiviar cobalto depende más fuertemente de la introducción de un agente de reducción de manganeso con el cual está asociado el cobalto. En este caso fue SO_2 tanto en los ensayos de referencia como en los ensayos de acuerdo con la invención.

10

Con respecto al proceso para lixiviar níquel, los rendimientos son bastante comparables (aproximadamente un 90% para todos los ensayos). Cuando la relación de limonita/saprolita es 1:1, la versión 1 del proceso de acuerdo con la invención
15 proporciona un rendimiento de aproximadamente el 85% con una acidez de aproximadamente 0,80 g/g y por lo tanto da un resultado algo menor que aquellos de los ensayos de referencia pero con igual acidez. Con una acidez más alta de aproximadamente 0,90 g/g, se obtiene un rendimiento comparable
20 con aquellos de los ensayos de referencia. Si la relación de limonita/saprolita se aumenta a 1:2 con igual acidez, el rendimiento obtenido lixivando níquel se reduce ligeramente en el caso de la versión 1 del proceso de acuerdo con la invención.

25

Sin embargo, si se sigue la versión 2 del proceso de acuerdo con la invención con una relación de limonita/saprolita de 1:2, aún con una acidez de sólo aproximadamente 0,80 g/g, se obtiene un muy alto rendimiento de aproximadamente el 94%
5 lixiviando níquel.

La invención entonces hace posible con la versión 1 y, sobre todo, con la versión 2, obtener resultados de la lixiviación de níquel que son sólo ligeramente peores o son bastante
10 comparables con aquellos obtenidos usando el proceso de JAL convencional, con una composición idéntica de los minerales tratados y una cantidad idéntica de ácido consumido.

Notablemente, estos resultados se obtuvieron sin que sea
15 necesario primero separar la limonita y la saprolita para realizar el primero o único paso del proceso de lixiviación. Ésta es una ventaja sustancial con respecto a un punto de vista de costo comparado con el proceso de JAL en general para depósitos lateríticos que tienen una cantidad considerable de
20 saprolita y, en particular, para aquellos donde la minería o la separación selectiva de las fracciones de limonita y saprolita por medio del procesamiento de minerales no es posible o es demasiado costosa.

Con respecto a la presencia de hierro residual en la solución final, los resultados obtenidos con el proceso de acuerdo con la invención en los ensayos 1 a 5 parecen relativamente inconsistentes a primera vista. El contenido de hierro tiende a aumentar con la cantidad de ácido introducido (entre 5 y 8 g/l de Fe para 0,77 a 0,83 g/g de H_2SO_4 introducido, entre 21 y 24 g/l de Fe para 0,87 a 0,89 g/g de H_2SO_4 introducido) pero se señala que el ensayo 2 (0,80 g/g de H_2SO_4) derivó en un contenido de Fe bastante alto de 27,4 g/l a pesar de la cantidad de H_2SO_4 que es solamente de 0,80 g/g.

El hallazgo se explica porque la velocidad de precipitación de jarosita depende mucho de la presencia o la ausencia de semillas que contienen jarosita al comienzo del proceso de lixiviación. De hecho, el reactor se había limpiado muy cuidadosamente antes de que comenzara el ensayo 2. Las semillas de jarosita de este tipo por lo tanto estaban totalmente ausentes del medio inicial mientras que éste probablemente no fue el caso de los demás ensayos de acuerdo con la invención, que es el que más frecuentemente sería el caso en la práctica industrial.

Basado en este hallazgo, en consecuencia se realizaron nuevos ensayos de manera tal que se estudió la influencia del

agregado deliberado de semillas de jarosita a la pulpa antes del proceso de lixiviación.

Estos ensayos se realizaron de acuerdo con la versión 1 del proceso de acuerdo con la invención donde el proceso de lixiviación se realiza en un solo paso. Sin embargo, los resultados también se pueden aplicar a la versión 2 que comprende la lixiviación en dos pasos con un agregado intermedio de saprolita.

10

Se realizaron dos ensayos numerados 6 y 7 en condiciones comparables con aquellas del ensayo 2 precedente con respecto a la versión del proceso usada (versión 1), la relación de limonita/saprolita (1:1) y la cantidad de H_2SO_4 agregada (aproximadamente 0,80 g por cada g de mineral seco). A diferencia del ensayo 2, antes de que comenzara la lixiviación, se agregaron semillas de residuo de jarosita a la pulpa a una relación de semilla/mineral seco de 1:6 (ensayo 6) o de 1:2 (ensayo 7). La velocidad de rotación del reactor también se aumentó para promover la dispersión de las semillas. Las condiciones para los ensayos 2 (como recordatorio), 6 y 7 se resumen en la Tabla 4.

20

Ensayo	Proceso	Relación aproximada de limonita/saprolita	H ₂ SO ₄ agregado (g/g mineral seco)	Semilla /mineral seco	Agitación rpm
2	Versión	1 : 1	0,80	0	318
6	1	1 : 1	0,84	1/6(0,17)	538
7	—	1 : 1	0,80	1/2(0,50)	515

Tabla 4: Condiciones de operación para el segundo grupo de ensayos

5 **Ensayo N° 4 - versión 1 - lixiviación de limonita y saprolita a una relación de 1:1 con 0,17 g de semillas / g de mineral**

Una mezcla de 260 g de limonita seca, 258 g de saprolita seca y 88 g de semillas de residuo de jarosita se agregaron a 1580 ml de agua marina que contiene 11 g/l de Na en el mismo reactor que anteriormente. Se agregaron lentamente 450 g de 96% de ácido sulfúrico a la mezcla de minerales en la forma de una pulpa, es decir 0,84 g de H₂SO₄/g de mineral seco. El reactor se equipó con un sistema para desgasificar dióxido de azufre y un sistema para medir el potencial de reducción y oxidación y se fijó en una rotación a 538 rpm.

El medio de la reacción se llevó a una temperatura de entre 95°C y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15 minutos, el potencial de la pulpa se controló a aproximadamente 650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO₂ 5 durante aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la siguiente:

Tiempo	0 h	0,5 h	1,0 h	2,0 h	4,0 h	7,9 h	24,4 h
Potencial	936	757	691	628	622	621	588
(Ag/AgCl)	mV	mV	mV	mV	mV	mV	mV

Se tomaron muestras regulares de aproximadamente 50 ml de 10 pulpa cada hora. Las muestras se filtraron inmediatamente y las tortas de filtro se lavaron. Los filtrados, los lavados y las tortas de filtro lavadas se analizaron.

La mezcla de la reacción final se filtraron: se recuperaron 15 990 ml de filtrado con 4,5 g/l de Ni y 0,50 g/l de Co, 11,2 g/l de Fe y 36 g/l de H₂SO₄. La torta de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso constante. Se recuperaron 484 g de residuo seco, es decir con el agregado de 88 g de semillas al comienzo: 0,77 g de residuo nuevo/g de mineral.

20

Los rendimientos de la lixiviación fueron: 93,7% para Ni, 96,5% para Co y 9,6% para Fe.

Ensayo N° 7 - versión 1 - lixiviación de limonita y saprolita
a una relación de 1:1 con 0,50 g de semillas / g de mineral

Se agregó una mezcla de 333 g de limonita seca, 333 g de
5 saprolita seca y 333 g de semillas de residuo de jarosita a
2000 ml de agua marina que contiene 11 g/ de Na en el mismo
reactor que anteriormente. Se agregaron lentamente 556 g de
96% de ácido sulfúrico a la mezcla de mineral en la forma de
una pulpa, es decir 0,80 g de H₂SO₄/g de mineral seco. Se
10 equipó el reactor con un sistema para desgasificar dióxido de
azufre y un sistema para medir el potencial de reducción y
oxidación y se fijó en una rotación a 515 rpm.

El medio de reacción se llevó a una temperatura de entre 95°C
15 y el punto de ebullición durante el ensayo. Después de 15
minutos, el potencial de la pulpa se fijó a aproximadamente
650 mV de Ag/AgCl como máximo agregando SO₂ durante
aproximadamente 5 horas. La evolución del potencial fue la
siguiente:

20

Tiempo	0,2 h	0,5 h	1,0 h	2,1 h	8,0 h	24,3 h
Potencial (Ag/AgCl)	1050 mV	808 mV	623 mV	625 mV	591 mV	551 mV

Se tomaron muestras regulares de aproximadamente 50 ml de pulpa cada hora. Las muestras se filtraron inmediatamente y la tortas de filtro se lavaron. Los filtrados, los lavados y las tortas de filtro lavadas se analizaron.

5

La mezcla de la reacción final, que consistió en 2135 de pulpa, se filtró; se recuperaron 1227 ml de filtrado con 4,8 g/l de Ni y 0,51 g/l de Co, 7,6 g/l de Fe y 42 g/l de H_2SO_4 . La torta de filtro se lavó sobre un filtro y se secó a un peso
10 constante. Se recuperaron 839 g de residuo seco, es decir con el agregado de 333 g de semillas al comienzo: 0,76 g de residuo nuevo/g de mineral.

Los rendimientos de lixiviación fueron: 97,1% para Ni, 94,6%
15 para Co y 5,3% para Fe.

El monitoreo de las evoluciones de los medios de la reacción durante el proceso de lixiviación dio origen a las siguientes conclusiones:

20

La presencia de semillas mejora sustancialmente el rendimiento de la lixiviación de Ni y acelera la velocidad de dicho proceso de lixiviación, crecientemente cuanto mayor es la cantidad de semillas agregadas.

25

aumenta continuamente hasta alcanzar una meseta de aproximadamente 28 g/l después de 15 horas. El contenido final después de 28 horas es 25 g/l.

- 5 Con 0,17 g/g de semillas de jarosita (ensayo 6), la acidez deja de disminuir después de 2 horas y aumenta continuamente durante la precipitación de jarosita hasta que alcanza 36 g/l después de 24 horas. Con 0,50 g/g de semillas de jarosita (ensayo 7), se observa una evolución similar hasta que se
- 10 obtiene un contenido final de 42 g/l después de 24,3 h.

La acidez al comienzo del ensayo es menor, cuanto mayor es la cantidad de semillas introducida. Con la introducción de semillas la existencia de ácido libre para lixiviar el mineral

15 en consecuencia se promueve mayormente y esto explica los rendimientos de lixiviación más altos de níquel que se observan en los ensayos 6 y 7 en relación con el ensayo 2, con una cantidad comparable de ácido introducido. El usuario debe entonces elegir entre dos soluciones y sus compromisos:

20

- beneficiarse con la introducción de semillas para reducir la cantidad de ácido introducida con vistas a obtener un rendimiento de lixiviación idéntico del níquel;

En el ensayo 2, después de una hora, se ha lixiviado un 72% de Ni comparado con un 75% en el ensayo 6 y un 88% en el ensayo 7. Para el ensayo 7, se obtuvo un 92% en solamente 2 horas mientras que no se pudo obtener esta cantidad con el ensayo 2
5 aún después de 24 horas. En el ensayo 7, después de 8 horas, se obtuvo un 96% y un 97% después de 24 horas que es excelente y más alto que la cantidad obtenida con los ensayos de referencia usando el proceso de JAL. Después de 24 horas, se obtuvo un rendimiento del 93,7% con el ensayo 6 que en
10 consecuencia fue tan bueno como aquel obtenido con lo ensayos de referencia de JAL.

Los resultados del proceso para lixiviar cobalto son comparables en los tres ensayos (94% contra 96% obtenido
15 después de dos horas) por los mismos motivos que se observaron para el grupo de los ensayos 1 a 5. En consecuencia se obtuvieron resultados que fueron similares a aquellos de los ensayos de referencia de JAL.

20 La velocidad del proceso para lixiviar magnesio es rápida en todos los casos (del 88% al 92% después de una hora). Después de 24 horas, se obtuvieron velocidades de lixiviación de aproximadamente el 95% en todos los casos. La introducción de semillas seguramente no tuvo ningún efecto significativo sobre
25 esto.

La Figura 3 muestra la evolución de la concentración de hierro en la fracción líquida de la pulpa durante los ensayos 2, 6 y 7. Se puede observar que después de una disolución parcial inicial del hierro en el mineral, la velocidad de la precipitación de hierro en la jarosita depende mayormente de la cantidad de semillas introducidas.

En la ausencia de semillas (ensayo 2), el hierro solamente se inicia a precipitar después de que se ha disuelto después de aproximadamente 3 horas y la concentración de hierro en la solución alcanza su valor mínimo de 27,4 g/l después de 16 horas, lo cual se mantiene hasta el final del experimento (28 horas).

Con 0,17 g/g de semillas agregadas (ensayo 6), el hierro precipita después de haberse disuelto después de aproximadamente una hora y se observa la precipitación hasta que se obtiene un contenido de hierro de 11,2 g/l después de 24,4 horas.

20

Con 0,5 g/g de semillas agregadas (ensayo 7), el hierro nuevamente precipita después de haberse disuelto después de aproximadamente 1 hora. Después de solamente 8 horas, ya se ha obtenido un nivel relativamente bajo de hierro en la solución de 14 g/l. Después de 24,3 horas este nivel es de solamente

7,6 g/l que por lo tanto es comparable con aquel obtenido con los ensayos de referencia de JAL.

Estos experimentos muestran claramente que la introducción deliberada de semillas de jarosita antes del proceso de lixiviación acelera bastante sustancialmente la velocidad de precipitación de jarosita y hace posible obtener una primera solución, antes de la separación líquido y sólido, que tiene un bajo contenido de hierro con tiempos de tratamiento que no son excesivamente prolongados.

La Figura 4 muestra la evolución del contenido de H_2SO_4 libre en la fracción líquida de la pulpa durante los ensayos. El proceso de lixiviación se inicia en un medio bastante ácido y la disolución de los componentes de mineral consume rápidamente el ácido que se introdujo inicialmente. Este consumo compite con la liberación de ácido provocada, en particular, por la precipitación de jarosita. En consecuencia es normal que la evolución cualitativa de las curvas del contenido de H_2SO_4 libre, siga en forma sustancial, pero inversa, la evolución cualitativa de las curvas del contenido de hierro en la Figura 3.

En la ausencia de semillas de jarosita (ensayo 2), la acidez disminuye rápidamente hasta 3 a 4 horas del ensayo, luego

- o mantener la cantidad de ácido introducida lo mismo que en la ausencia de semillas y al final obtener una cantidad mayor de níquel que aquella obtenida en la ausencia de semillas debido al rendimiento de
5 lixiviación aumentado.

Tomando en cuenta el precio de los metales, los costos de minería, el costo de los materiales consumibles, la inversión en equipos y su mantenimiento, un cálculo de los costos
10 permite que el usuario seleccione la solución que se adapta mejor al caso específico, en particular basado en las características del depósito que se debe evaluar.

Se ha descubierto que la introducción de semillas de jarosita
15 hace posible aumentar la precipitación de aluminio y cromo junto con aquellas de hierro, azufre y sodio. Estos dos elementos entonces se hallan en cantidades más pequeñas en la solución final. La presencia de estos elementos como impurezas en los concentrados intermedios de níquel y cobalto o
20 productos comerciales obtenidos de esta solución entonces se reduce o se facilita su posterior eliminación.

Generalmente, la suplementación del proceso de acuerdo con la invención, en sus dos versiones, agregando semillas de
25 jarosita a la pulpa de limonita y saprolita antes del proceso

de lixiviación de ella hace posible obtener resultados con el
proceso de acuerdo con la invención que son tan buenos como
aquellos obtenidos con el proceso de JAL, sin tener primero
que separar la fracción de limonita y la fracción de saprolita
5 del mineral, reduciendo entonces los costos. Las semillas de
jarosita usadas preferentemente derivan de un proceso de
separación de sólido y líquido realizado en una fracción de la
pulpa lixiviada obtenida durante la implementación del propio
proceso de manera tal que no sea necesario introducir ninguna
10 materia externa en el proceso para beneficiarse con esta
mejora.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para el tratamiento hidrometalúrgico de un mineral de níquel laterítico/cobalto que comprende una mezcla
5 (2) de limonita y saprolita, caracterizado porque:
- la mezcla (2) de limonita y saprolita se convierte en una pulpa (1) en la presencia de un agente de precipitación de hierro de manera tal que se forme una
10 pulpa inicial que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente de entre el 20% y el 30%;
 - la pulpa de limonita y saprolita inicial pasa por un proceso de lixiviación (4) con ácido sulfúrico (5) a
15 una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, preferentemente entre 40°C y el punto de ebullición, a presión atmosférica;
 - la pulpa obtenida mediante el proceso de lixiviación (4) optativamente pasa por un proceso de neutralización
20 (7) de manera tal que tenga un pH de entre 2 y 3;
 - y se realiza un proceso de separación de sólido y líquido (8) en dicha pulpa, preferentemente mediante la decantación y el lavado contra la corriente o la filtración, de manera tal que se obtenga un residuo
25 sólido (9), que está principalmente en forma de

jarosita, y una solución que contiene iones de níquel y cobalto.

2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la relación de saprolita/limonita de la mezcla (2) es entre 0,5 y 3.

3. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, caracterizado porque el tiempo de retención de la pulpa durante el proceso de lixiviación (4) con ácido sulfúrico es entre 1 y 24 horas, preferentemente de 6 horas a 12 horas.

4. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la cantidad del ácido sulfúrico (5) agregada cuando la pulpa se lixivia de manera tal que la concentración de ácido sulfúrico en la pulpa al final del proceso de lixiviación (4) sea de 10 g/l a 50 g/l, preferentemente de 20 g/l a 40 g/l.

20

5. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la relación de saprolita/limonita de la mezcla (2) hace posible, después de un primer paso del proceso de lixiviación (4) de ella, obtener una concentración de ácido sulfúrico de 25 g/l a 50 g/l, y porque la saprolita (13)

25

también se elabora por separado en una pulpa (12) que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente entre el 20% y el 30%, porque la pulpa de saprolita se agrega a la pulpa de saprolita y limonita durante el proceso de lixiviación de manera tal que avance con un segundo paso (11) de dicho proceso de lixiviación durante entre 5 y 8 horas, a una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, preferentemente de entre 90°C y el punto de ebullición, la concentración del ácido sulfúrico en la pulpa después del segundo paso (11) del proceso de lixiviación es entre 10 y 50 g/l, preferentemente entre 20 y 40 g/l, antes de avanzar con dicho proceso de neutralización optativo (7) y dicha separación de sólido y líquido (8).

6. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado porque el tiempo de retención de la pulpa de limonita y saprolita durante el primer paso (4) del proceso de lixiviación es entre 1 hora y 8 horas, preferentemente entre 4 horas y 6 horas.

20

7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el proceso de lixiviación (4; 4, 11) se realiza en la presencia de un agente de reducción, tal como SO_2 , manteniendo el potencial

electroquímico menor o igual a 1.000 mV en relación con el electrodo de hidrógeno estándar.

8. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque el proceso (4; 4, 11) para lixiviar la pulpa de limonita y saprolita inicial se realiza en la presencia de semillas de jarosita.

9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizada porque la relación de semillas/mineral es entre 0 y 2, preferentemente entre 0,2 y 0,6.

10. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8 o la reivindicación 9, caracterizada porque dichas semillas se forman con la fracción sólida obtenida durante la separación de sólido y líquido (6) de algo de la pulpa obtenida mediante dicho proceso de lixiviación (4, 11) preferentemente en un decantador.

11. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado porque dicha fracción sólida obtenida mediante dicho proceso de separación (6) tiene un contenido de sólidos de por lo menos un 30%.

12. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 11, caracterizado porque dichas semillas se obtienen filtrando dicha fracción sólida obtenida mediante dicho proceso de separación (6).

5

13. Un proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el agente de precipitación de hierro se selecciona de Na^+ , K^+ y NH_4^+ .

10 14. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 13, caracterizado porque el agente de precipitación de hierro se agrega por lo menos parcialmente usando agua marina (3, 14) para convertir la mezcla de limonita y saprolita (2) en una pulpa (1) y/o para convertir la saprolita (13) en una pulpa
15 (12).

15. Un proceso para preparar concentrados intermedios de níquel y/o cobalto o productos comerciales a partir de un mineral laterítico, caracterizado porque:

- 20 - el tratamiento hidrometalúrgico de dicho mineral laterítico se realiza de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14;
- dicha solución contiene iones de níquel y cobalto pasa por procesos (10) para purificar y recuperar el níquel y/o el

cobalto en la forma de concentrados intermedios o productos comerciales.

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

Un proceso para el tratamiento de un mineral de níquel laterítico/cobalto que consiste en una mezcla (2) de limonita
5 y saprolita, caracterizado porque la mezcla (2) en la presencia de un agente de precipitación de hierro se convierte en una pulpa (1), que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, la pulpa pasa por una operación de lixiviación (4) con ácido sulfúrico (5), a una temperatura de
10 entre 70°C y el punto de ebullición y a presión atmosférica; y se realiza una separación de sólido y líquido (8) de manera tal que se obtenga un residuo sólido que contiene hierro (9) y una solución que contiene iones de níquel y cobalto. Un proceso para producir concentrados intermedios de níquel y/o
15 cobalto o productos comerciales usando el proceso precedente.

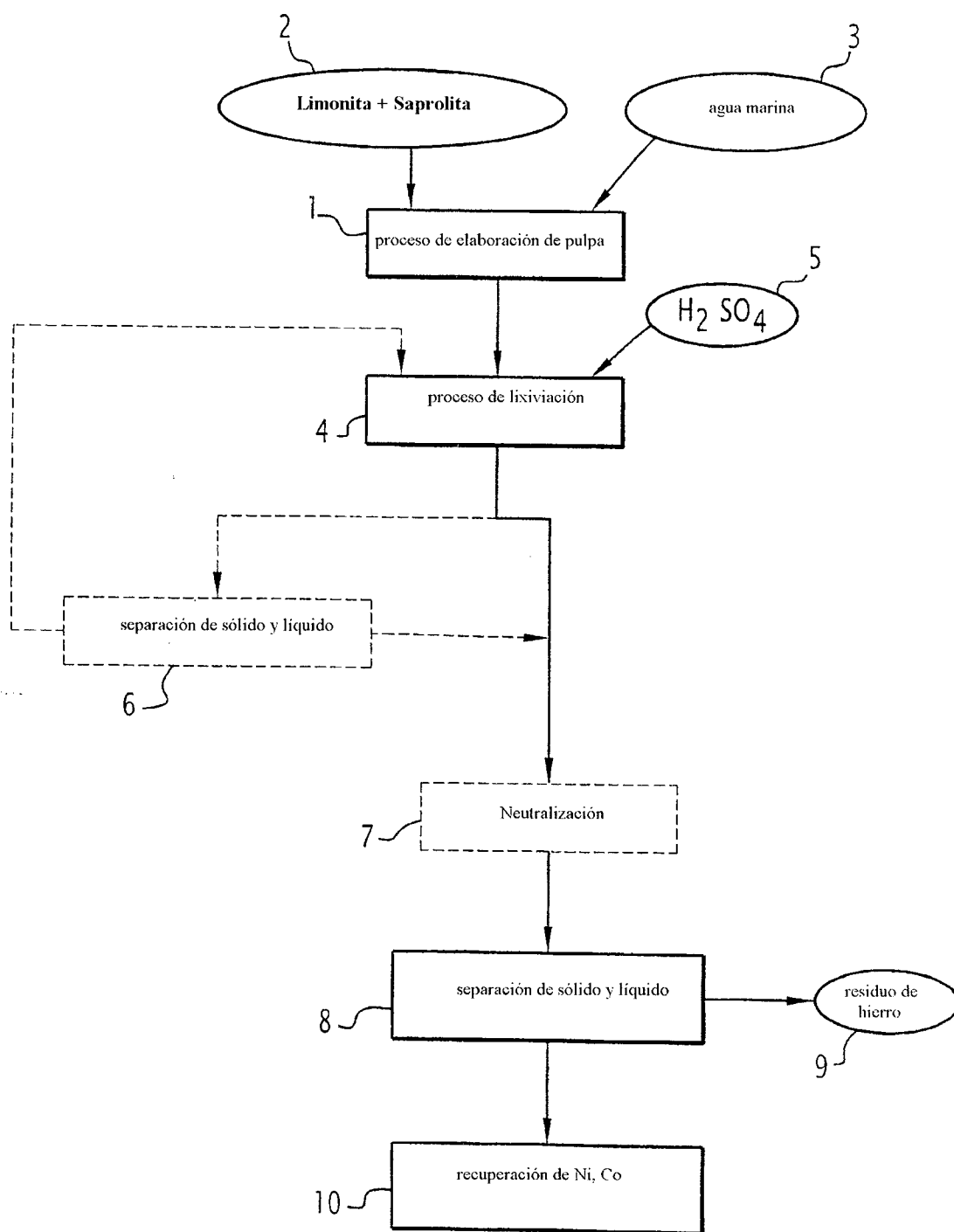


FIG.1

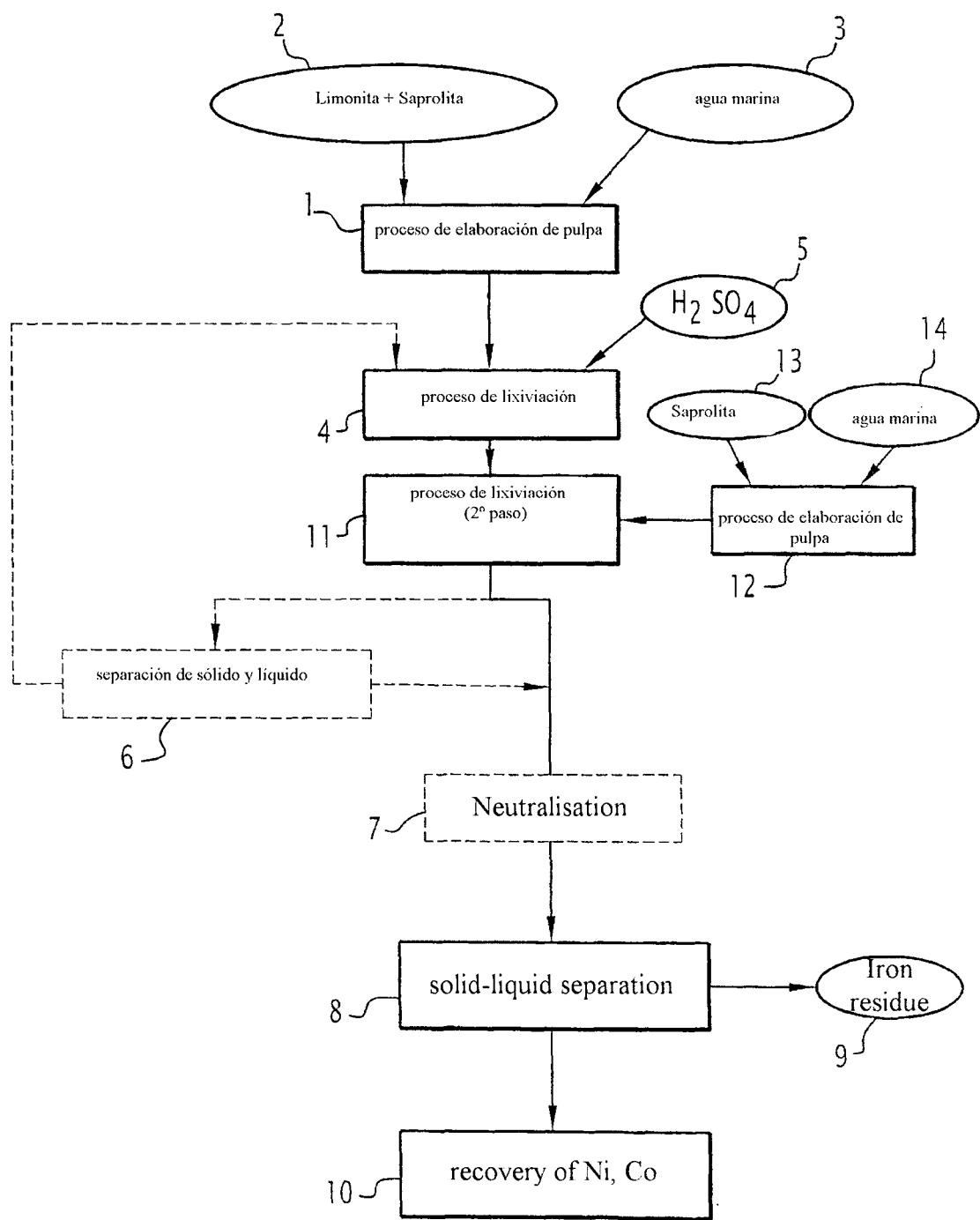


FIG.2

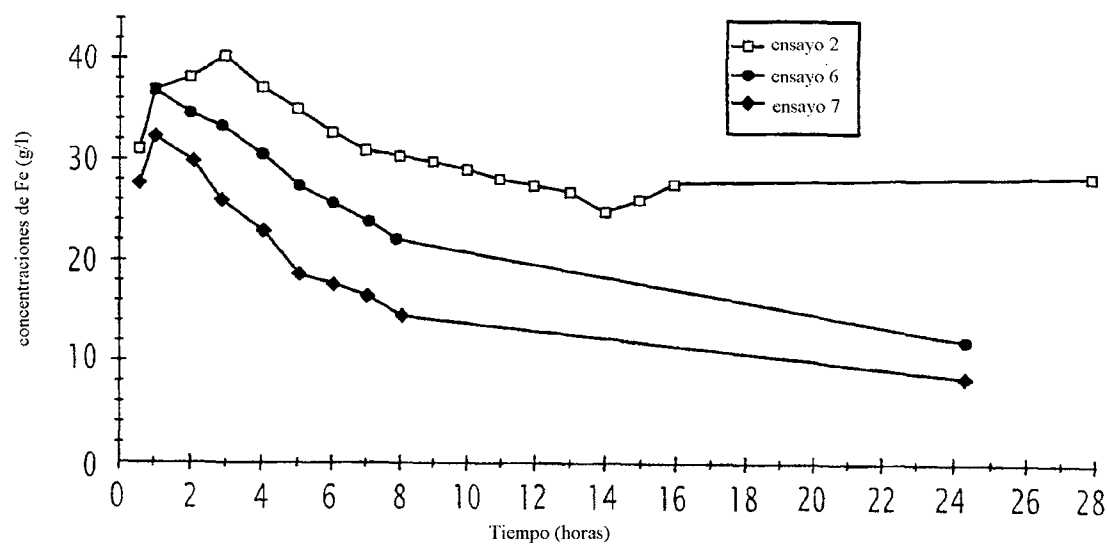


FIG.3

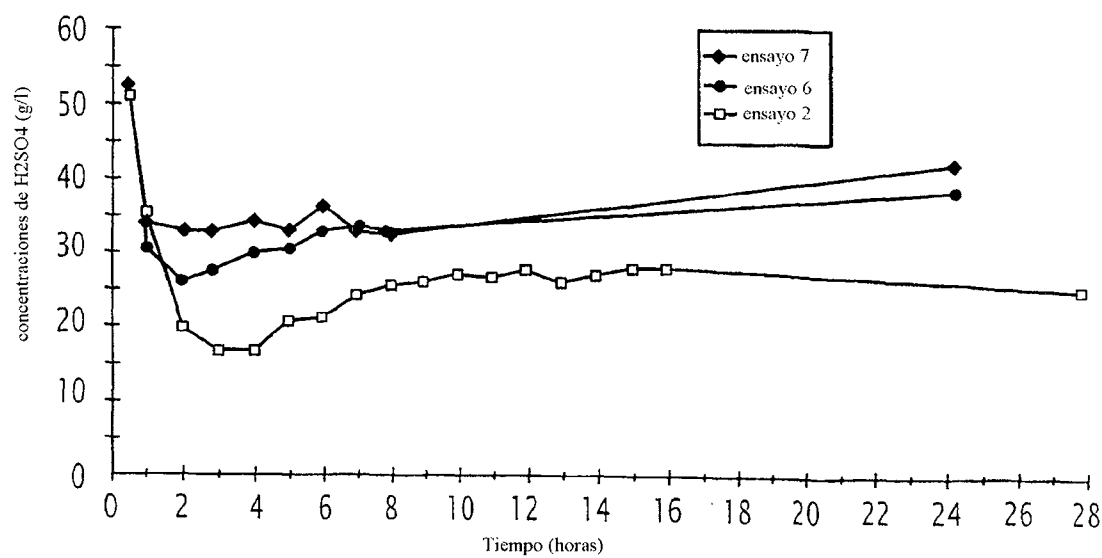


FIG.4

		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISION DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) N° de solicitud: 22) Fecha de solicitud: 05/03/2009 (30) Prioridad SI (31) No. Prioridad 06 07816 (32) Fecha 06-09-2006 (33) País FR		(51) Int Cl: (71) Solicitante(s) 1.- ERAMET (72) Inventor(es) 1.- AGIN Jérôme 2.- LE QUESNE Yves 3.- BERTHOMIEU Bertrand (74) Apoderado: CARLOS ORLANDO MAYA RODRIGUEZ	
(85) Fecha limite inicio fase nacional: (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 22-08-2007 No. de solicitud PCT/FR2007/001389		(87) Publicación internacional Fecha: 13-03-2008 N° publicación: WO 2008/029009 A1	
(54) Título: "PROCESO PARA EL TRATAMIENTO HIDROMETALÚRGICO DE UN MINERAL DE COBALTO/NÍQUEL LATERÍTICO Y PROCESO PARA PRODUCIR CONCENTRADOS INTERMEDIOS DE NÍQUEL Y/O COBALTO O PRODUCTOS COMERCIALES QUE LO USAN"			

Reivindicación(es):

1. Un proceso para el tratamiento hidrometalúrgico de un mineral de níquel laterítico/cobalto que comprende una mezcla (2) de limonita y saprolita, caracterizado porque:

- la mezcla (2) de limonita y saprolita se convierte en una pulpa (1) en la presencia de un agente de precipitación de hierro de manera tal que se forme una pulpa inicial que tiene un contenido de sólidos de entre el 10% y el 40% en peso, preferentemente de entre el 20% y el 30%;
- la pulpa de limonita y saprolita inicial pasa por un proceso de lixiviación (4) con ácido sulfúrico (5) a una temperatura de entre 70°C y el punto de ebullición de la solución, preferentemente entre 40°C y el punto de ebullición, a presión atmosférica;
- la pulpa obtenida mediante el proceso de lixiviación (4) optativamente pasa por un proceso de neutralización (7) de manera tal que tenga un pH de entre 2 y 3;

y se realiza un proceso de separación de sólido y líquido (8) en dicha pulpa, preferentemente mediante la decantación y el lavado contra la corriente o la filtración, de manera tal que se obtenga un residuo sólido (9), que está principalmente en forma de jarosita, y una solución que contiene iones de níquel y cobalto.

Solicitante: ERAMET
PCT/FR2007/001389
Publicación: WO 2008/029009A1

Título:

"Proceso para el tratamiento
hidrometalúrgico de un
mineral de cobalto/
Níquel laterítico y
Proceso para
Producir

Concentrados intermedios
de níquel y/o cobalto
o productos comerciales
que lo usen

PATENTE PCT-FASE NACIONAL

Solicitante: ERAMENT
Prioridad: FR 0607816
Solicitud PCT: PCT/FR2007/001389
Publicación Int: WO 2008/029009 A1
Apoderado: MAYA RODRIGUEZ, Carlos
Orlando

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)
(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
13 mars 2008 (13.03.2008)
PCT
(10) Numéro de publication internationale
WO 2008/029009 A1

- (51) Classification internationale des brevets :
C22B 23/00 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2007/001389

(22) Date de dépôt international : 22 août 2007 (22.08.2007)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0607816 6 septembre 2006 (06.09.2006) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
ERAMET [FR/FR]; 33 Avenue du Maine, Tour Montpar-
nasse, F-75015 Paris (FR).
- (72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : AGIN, Jérôme [FR/FR]; 29-31, rue Boussingault, F-75013 Paris (FR). LE QUESNE, Yves [FR/FR]; 79, avenue du Coin du Bois, F-78120 Rambouillet (FR). BERTHOMIEU, Bertrand [FR/FR]; 2, rue du Débuché, F-78120 Ram-
bouillet (FR).

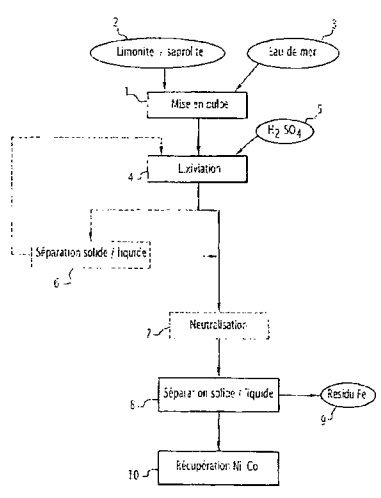
(74) Mandataires : NEYRET, Daniel etc.; Cabinet LAVOIX, 2, Place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris Cedex 09 (FR).

(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: PROCESS FOR THE HYDROMETALLURGICAL TREATMENT OF A LATERITIC NICKEL/COBALT ORE AND PROCESS FOR PRODUCING NICKEL AND/OR COBALT INTERMEDIATE CONCENTRATES OR COMMERCIAL PRO-
DUCTS USING IT

(54) Titre : PROCEDE DE TRAITEMENT HYDROMETALLURGIQUE D'UN MINERAI DE NICKEL ET DE COBALT LATE-
RITIQUE, ET PROCEDE DE PREPARATION DE CONCENTRES INTERMEDIAIRES OU DE PRODUITS COMMERCIAUX
DE NICKEL ET/OU DE COBALT L'UTILISANT



(57) Abstract: Process for the treatment of a lateritic nickel/cobalt ore consist-
ing of a mixture (2) of limonite and saprolite, characterized in that: the mixture
(2) in the presence of an iron-precipitating agent is made into a pulp (1), having a
solids content of between 10 and 40% by weight; the pulp undergoes a leaching
operation (4) with sulphuric acid (5), at a temperature between 70°C and the boil-
ing point and at atmospheric pressure; and a solid-liquid separation (8) is carried
out so as to obtain an iron-containing solid residue (9) and a solution containing
nickel and cobalt ions. Process for producing nickel and/or cobalt intermediate
concentrates or commercial products using the above process.

(57) Abrégé : Procédé de traitement d'un minerai de nickel et de cobalt latéri-
tique constitué par un mélange (2) de limonite et de saprolite, caractérisé en ce
que : - on met en pulpe (1) le mélange (2) en présence d'un agent précipitant le fer,
avec un taux de matières solides compris entre 10 et 40% en poids. - on réalise
une lixiviation (4) de la pulpe avec de l'acide sulfurique (5), à une température
comprise entre 70°C et le point d'ébullition, à pression atmosphérique ; - on réa-
lise une séparation solide - liquide (8), de manière à obtenir un résidu solide (9)
contenant du fer et une solution contenant des ions nickel et cobalt. Procédé de
préparation de concentrés intermédiaires ou de produits commerciaux de nickel
et/ou de cobalt utilisant le procédé précédent.

- 1 Pulpe
- 2 Limonite - saprolite
- 3 Seawater
- 4 Leaching
- 5 H2SO4
- 6 Solid-liquid separation
- 7 Neutralization
- 8 Solid-liquid separation
- 9 Fe residue
- 10 Ni/Co recovery

WO 2008/029009 A1

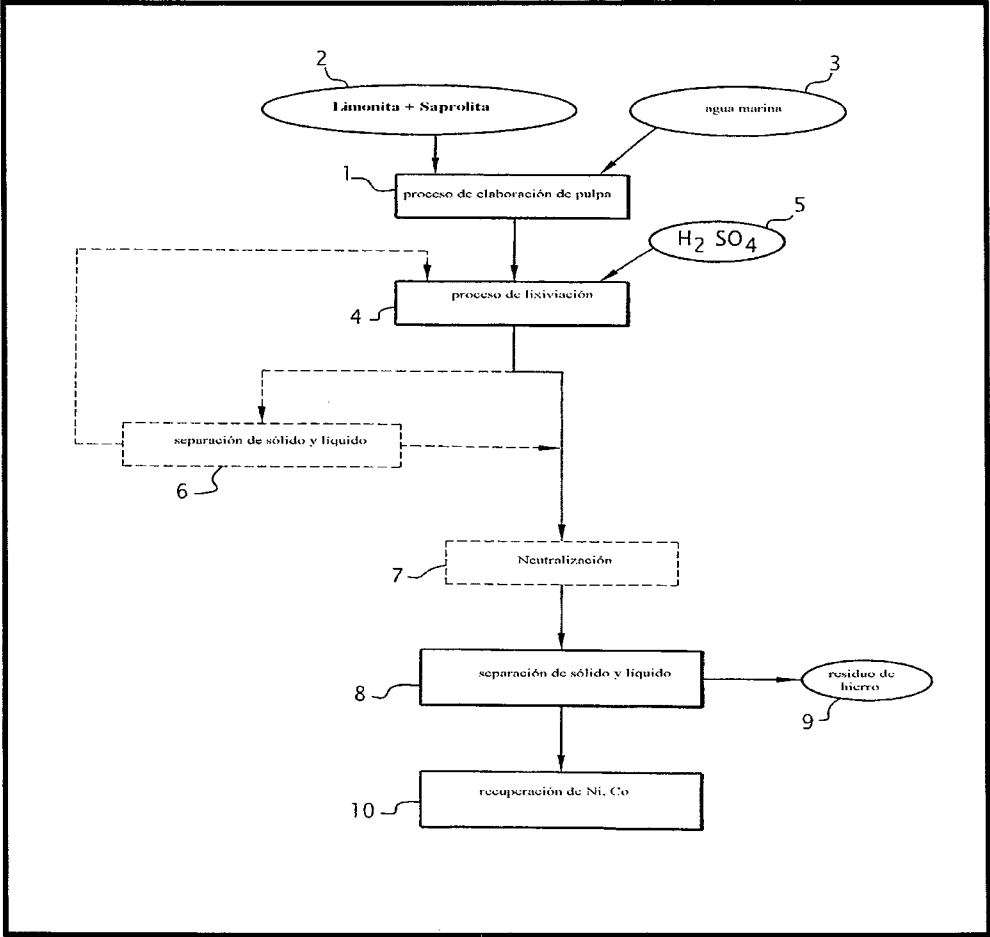


MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, 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).

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), curasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,

Publiée :
— avec rapport de recherche internationale
— avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues





No. 09-022782- -00000-0000

Fecha: 2009-03-05 15:54:40 Dep. 2020 NUECREACIONE
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 139



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE PCT

PATENTE DE INVENCION

☒

MODELO DE UTILIDAD ☐

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

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial ☐
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☐
- ◆ Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

- ◆ Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de Trazado ☐
- ◆ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud ☐
- ◆ Representación gráfica del esquema trazado ☐
- ◆ Comprobante de pago de las tasas establecidas ☐

COMPLETA ☐

INCOMPLETA ☐

Claudia M. Neug Cortes.
Firma Responsable

Fecha _____

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5, 7 y 10
Conmutador: 3 82 08 40
Fax: 350 52 20
E-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Bogotá,
2020

Doctor(a)
MAYA RODRIGUEZ CARLOS ORLANDO

REFERENCIA	Radicación No.	9 22782
	Solicitud internacional	PCT/FR2007/001389
	Fecha inicio fase nacional	06/04/2009
	Trámite	11
	Evento	378
	Actuación	430
	Oficio No.	Nº 4432

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; a su vez, estos deben estar traducidos al castellano. Por lo tanto el solicitante debe allegar nuevamente la figura número dos (2) correctamente traducida.
2. La solicitud no contiene el poder debidamente otorgado, con el lleno de los requisitos exigidos por los artículos 63 y subsiguientes del Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante, cuando ésta fuere persona jurídica.
3. 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, conforme a lo establecido por el artículo 26 literal k) de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina. Cuando se trate de documentos otorgados en el extranjero, estos deberán legalizarse de conformidad con lo dispuesto por los artículos 259 y 260 del Código de Procedimiento Civil. Cuando se trate de las declaraciones a que hace referencia la Regla 4.17 ii) del Tratado de Cooperación en Materia de Patentes PCT., el alcance de las tales declaraciones se determinará según indiquen claramente una cesión de derechos del inventor al solicitante o su causante, de conformidad con lo dispuesto en el numeral 5.2.15 del Capítulo Quinto, Título X de la Circular Única de Superintendencia de Industria y Comercio.

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.

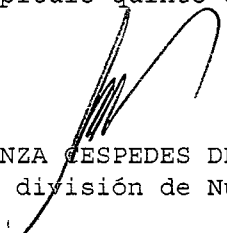
Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal

Continúa en la página siguiente...

REPUBLICA DE COLOMBIA
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

Radicación No.:9 22782

e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Unica No.10 de 2001.



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

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de
fecha_____. 17 ABR. 2009
jfernand