

Señor Jefe
 Dirección de Nuevas Creaciones
 Superintendencia de Industria y Comercio
 E. S. D.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 09-052923- -00012-0000

Fecha: 2012-11-23 10:02:17 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
 Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
 Act. 523 RESPUESTA Folios: 22

Referencia: Solicitud de privilegio para Patente de Invención
Título: MÉTODO PARA LA PRODUCCIÓN DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NÍQUEL POR EXTRACCIÓN CON SOLVENTE
Solicitante: Companhia Vale Do Rio Doce
Exp. No.: 2009-052.923
Asunto: Respuesta al requerimiento formulado mediante oficio No. 15070 del 28 de agosto de 2012

Yo, JESÚS M. MÉNDEZ BERMÚDEZ, identificado con cédula de ciudadanía No. 13.491.525 de Cúcuta y con Tarjeta Profesional de Abogado No. 99.678 expedida por el Consejo Superior de la Judicatura, actuando como apoderado de la sociedad **Companhia Vale Do Rio Doce**, por medio del presente escrito me permito dar respuesta al requerimiento de la referencia.

1. En las reivindicaciones

Con el objeto de atender a la observación hecha por su Despacho con respecto a las reivindicaciones, presento un nuevo capítulo de reivindicaciones en donde se han modificado las reivindicaciones de acuerdo con lo solicitado por su Despacho en las observaciones de forma y corrección de errores. Es así como en el nuevo capítulo de reivindicaciones que presento se han modificado las reivindicaciones 1, 6, 10, 14, 15 y 19 para eliminar aquellos términos y frases que definen resultados dentro de las mencionadas reivindicaciones.

Pedimos, por lo tanto, de manera respetuosa se acepten las nuevas reivindicaciones que presento junto con este escrito.

2. En la Descripción.

Presento junto con este escrito un nuevo capítulo de descripción en donde se han hecho las correcciones necesarias para cumplir con lo solicitado por su Despacho. Atentamente, pido que se acepte la nueva descripción que presento.

En cuanto a la objeción presentada por su Despacho en cuanto al uso de la palabra ganga porque según su opinión no es reconocida en el área de la invención, disiento totalmente de dicha opinión. De hecho, esta palabra es muy usada en el campo de la minería. Basta con hacer una búsqueda simple en la Internet para entender cual es el significado de esta palabra y que tanto se usa en la minería. A continuación presento dos ejemplos tomados de la Internet en donde se da la definición de esta palabra en el campo técnico de la presente invención. Estos son solo dos ejemplos del variado y gran caudal de información sobre este tema que aparece en la red. Veamos:

Ganga (minería)



Mena de rubelita sobre ganga de cuarzo

La **ganga** es el material que se descarta al extraer la **mena** de un **yacimiento** de **mineral**, por carecer de valor económico o ser demasiado costoso su aprovechamiento. Es posible que un mineral que se considere ganga en un yacimiento sea de interés en otro, o que la mejora en las técnicas extractivas o los usos industriales haga rentable el procesamiento de materiales anteriormente considerados ganga.

La rentabilidad de una mina depende de su riqueza en el metal esperado así como de la forma en que se presente. Si la mena y la ganga se encuentran mezclados, y los procesos físicos y químicos de separación y preparación son demasiado costosos, la mena puede no ser rentable. Tampoco lo es la mena cuyo volumen es exiguuo, o aquella cuya situación impide una explotación accesible.

[http://es.wikipedia.org/wiki/Ganga_\(miner%C3%ADa\)](http://es.wikipedia.org/wiki/Ganga_(miner%C3%ADa))

Mena (minería)



Este artículo o sección necesita **referencias** que aparezcan en una **publicación acreditada**, como revistas especializadas, monografías, prensa diaria o páginas de Internet **fidedignas**. Puedes añadirlas así o avisar al autor principal del artículo en su página de discusión pegando: {{subst:Aviso referencias|Mena (minería)}} ~~~~

Para otros usos de este término, véase *Mena*.



Bauxita (pulida), mena del **aluminio**.



Casiterita, mena del **estaño**.



Cinabrio, mena del mercurio.



Galena, mena del plomo.



Pirita, mena del azufre.



Silvina, mena del potasio.

Una mena de un elemento químico, generalmente un metal, es un mineral del que se puede extraer aquel elemento porque lo contiene en cantidad suficiente para poderlo aprovechar. Así, se dice que un

mineral es mena de un elemento químico, o más concretamente de un metal, cuando mediante un proceso de extracción a base de minería se puede conseguir ese mineral a partir de un yacimiento y luego, mediante metalurgia, obtener el metal a partir de ese mineral.

Asociado al concepto de mena, está el de ganga. Se llama así al conjunto de todos los minerales sobrantes que se encuentran asociados a la mena en la roca extraída en un yacimiento. La ganga hace que la ley del metal disminuya, por lo que es necesario separarla de la mena, como primera etapa en la concentración y obtención del metal.

[http://es.wikipedia.org/wiki/Mena_\(miner%C3%ADa\)](http://es.wikipedia.org/wiki/Mena_(miner%C3%ADa))

En vista de lo anterior, solicito de manera respetuosa que se elimine dicha objeción y se acepte la palabra “ganga” tal como aparece en la descripción.

Pido por lo tanto, de manera respetuosa, a su Despacho continuar con el trámite y otorgar la patente a la presente solicitud.

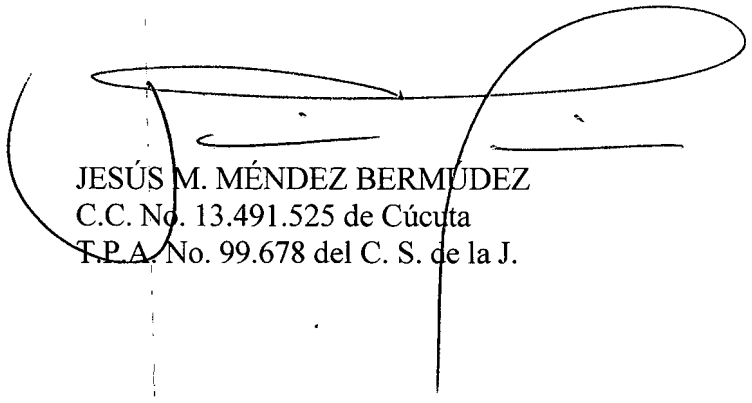
ANEXOS

1. Nuevo capítulo reivindicatorio y de descripción.

NOTIFICACIONES

Recibiré notificaciones en la Secretaría de este Despacho y en mi oficina, ubicada en la Calle 83ª No. 23-90 de esta ciudad.

Del Señor Jefe,



JESÚS M. MÉNDEZ BERMÚDEZ
C.C. No. 13.491.525 de Cúcuta
T.P.A. No. 99.678 del C. S. de la J.

MÉTODO PARA LA PRODUCCIÓN DE COBALTO METÁLICO A PARTIR DE REFINADO DE NIQUEL POR EXTRACCIÓN CON SOLVENTE

El presente informe se relaciona con un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, y más específicamente, a partir de refinado con solvente en refinerías en donde hidróxidos de níquel y cobalto mezclados son sometidos a lixiviados con amoníaco.

Como es bien conocido por aquellos versados en la técnica, se han desarrollado técnicas para la recuperación del cobalto por precipitación directa de carbonato de cobalto en una columna para la remoción total (desactivado) del amoníaco de la solución. Dichas técnicas, sin embargo, permanecen inviables técnicas y económicamente.

Una de las desventajas anteriores mencionadas es el hecho que, sin agregar reactivo al refinado antes de desactivar el amoníaco, solo una pequeña cantidad de cobalto se precipita en la solución, lo que hace que la técnica de recuperación sea de baja rentabilidad.

Una desventaja contraparte surge de incrementar el consumo de reactivo a dicho proceso de refinación, lo que consecuentemente incrementa la recuperación del cobalto mediante dicha técnica. El alto consumo de reactivos hace que el proyecto sea económicamente inviable.

Por lo tanto, uno de los objetivos de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente de modo que se logre eficiencia significativa en el recuperación de cobalto sin un incremento significativo en los costos.

Otro objetivo de la presente invención es suministrar un método para la producción de cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente que comprende una secuencia operacional que es viable tanto técnica como económicamente.

Como es conocido, de acuerdo con la técnica convencional, existen cuatro tipos de procesos o rutas para el tratamiento del mineral de níquel, en particular, producción de mata de níquel (pirometalúrgico), producción de ferroníquel (pirometalúrgico), reducción amoniacal por lixiviado (pirometalúrgico/hidrometalúrgico), y lixiviación ácida bajo presión (hidrometalúrgico).

Con respecto a las rutas mencionadas, la primera es aplicable a minerales que tienen níquel asociados con azufre, y este proceso, se hace uso de la energía calorífica de los minerales presentes en la etapa de fundición.

Los otros tres procesos son usados en donde el metal de níquel está asociado con oxígeno (mineral) oxidado o laterítico), la escogencia del proceso a utilizar depende de la composición del mineral que va a ser tratado.

El proceso de producción de ferroníquel es usado con minerales cobalto grado de magnesio con una proporción Mg/Si tal que la ganga producida por el proceso tenga una fluidez suficiente para que fluya hacia fuera del horno eléctrico y no sea corrosiva de los materiales de revestimiento refractario del horno eléctrico. Típicamente, los minerales tratados mediante este proceso contienen grados menores de hierro que aquellos minerales tratados por los dos procesos anteriormente mencionados. Por otro lado, los grados de níquel son más altos.

En cuanto al proceso de lixiviado por reducción amoniacal, una combinación de técnicas pirometalúrgica se usa para separar el níquel y el cobalto del hierro contenidos en los minerales normalmente tratados por este proceso. Sin embargo, por su alta selectividad en la etapa de lixiviación amoniacal, este proceso requiere un consumo mayor de energía mientras concurrentemente se logran recuperaciones menores de níquel y cobalto en comparación con la lixiviación ácida bajo presión.

En el proceso de lixiviación ácida bajo presión, como en el caso de la lixiviación por reducción amoniacal, los minerales usados tienen contenidos bajos en níquel y contenidos altos en hierro. En este proceso, prácticamente todos los minerales presentes se disuelven en una solución ácida, y consecuentemente, las recuperaciones de níquel son altas. También la selectividad respecto al hierro es alta, y ocurre aproximadamente durante la etapa de lixiviación.

Por lo tanto, con respecto al proceso de lixiviación ácida bajo presión, se propuso una técnica para obtener el metal de cobalto lixiviación en su forma metálica. Después que el producto de lixiviación de la etapa de lixiviación ácida bajo presión ha sido tratado para remover las impurezas que han sido lixiviadas junto con el níquel y el cobalto, estos metales son precipitados desde la solución como hidróxidos, y este precipitado es lixiviado con amoníaco y carbonato de amonio; el níquel y el cobalto regresan a la forma líquida, formando complejos de níquel y cobalto con amoníaco en solución.

Este proceso tiene una alta selectividad con respecto al hierro, al manganeso y al magnesio. La separación de níquel y cobalto ocurre en una etapa de extracción por solvente, luego que el cobalto ha sido oxidado al estado trivalente (Co^{3+}) de modo que no sea coextraído con el níquel. En la etapa de extracción de la etapa de extracción por solventes, el níquel es extraído del licor inactivo de lixiviado amoniacal con un extractor orgánico, y subsiguientemente recuperado en la forma metálica por recuperación electrónica, mientras el cobalto permanece en dicho licor (refinado).

El objetivo de la presente invención es recuperar el metal cobalto contenido en el licor amoniacal, es decir en el refinado de níquel por extracción con solvente, en su forma metálica.

Estos objetivos, y lo mismo que otros objetivos y ventajas de la presente invención, se logran con un método para producir cobalto metálico a partir del refinado de níquel por extracción con solvente, que comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción de con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro de dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoníaco de la pulpa sulfurada (sólido y líquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) reducir a un mínimo de la concentración de cinc en la vecindad del cobalto, mediante extracción por solvente usando el extractor ácido di (2- etilhexil)fosfórico diluido en solvente de hidrocarburos desaromatizados o en un solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprenda el número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar acabo la remoción de níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto, (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrólisis del cobalto; (i) llevar acabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente en placas insolubles de acero inoxidable durante el tiempo requerido para la producción de cátodos de cobalto.

La presente invención se describe de aquí en adelante con relación al dibujo adjunto, en el cual el único elemento representa un diagrama de bloques del método de producción de cobalto metálico desde el refinado de níquel por extracción con solvente.

De acuerdo con dicho dibujo, el refinado de la etapa (a) de extracción de níquel por solvente se utiliza para la producción de cobalto. Un agente de precipitación de sulfuro, preferiblemente hidrosulfuro de sodio (NaHS), es agregado a este refinado (b), usando una cantidad estequiométrica de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución y más preferiblemente un exceso de 1,5 veces la dosis estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc. La temperatura de la precipitación debe mantenerse en rango entre 40 ° C a 55 ° C y más preferiblemente a 45 ° C. Después de la precipitación del sulfuro de cobalto (e impurezas). Todo el amoníaco presente en pulpa sulfurada (sólidos y líquido) es removido (c), preferiblemente mediante inyección de vapor para incrementar la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95° C y 110° C y mas preferiblemente a 100° C. El equipo para remover el amoníaco puede ser una columna o cualquier otro sistema diseñado para tal propósito. Después de remover el amoníaco, se lleva a cabo la separación de sólidos y líquidos de la pulpa (c1) en filtros o espesantes y más preferiblemente en espesantes. Entonces los sólidos son filtrados (c2).

Alternativamente a este método propuesto, los sólidos en la pulpa pueden ser filtrados en un sistema de filtración, sin remover el amoníaco por la técnica anteriormente descrita. En este caso, un agente de floculación es usado para

ayudar a la decantación de los sólidos en un equipo adecuado para estos propósitos, tal como un espesante, un clarificador, u otro.

El uso de esta técnica, sin embargo, puede llevar a un consumo más alto de reactivo, y más específicamente un ácido, en la etapa subsiguiente del proceso. Por otro lado, cuando el amoníaco es removido de la pulpa que contiene los sólidos sulfurados por la técnica descrita antes, el comportamiento del filtrado del agente de filtrado de mejora.

Cuando el amoníaco es removido de la pulpa, alguna redisolución de cobalto puede ocurrir durante el proceso de remoción. En este caso, un agente de precipitación de sulfuro puede ser agregado al sistema de remoción de amoníaco usado, durante este proceso.

El sólido filtrado, sulfuro de cobalto e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), la cual se lleva a cabo en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que puede ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende el uso de agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión, así, el sólido de lixiviado con ácido sulfúrico a presión atmosférica con la temperatura mantenida entre 80°C y 90°C, y más preferiblemente a 85°C, durante tal tiempo para permitir la recuperación de un mínimo de 90% de masa de cobalto presente en los sólidos. (d1) se agrega oxígeno al sistema durante el periodo de lixiviación a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y 20 L/h, y más preferiblemente 15 L/h. La fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire. La pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces filtrada (d2) en un sistema de filtración. Los sólidos residuales no lixiviados recolectados en el sistema de filtración pueden ser reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado (es decir, la solución del sistema de filtración) que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución. Debido al calentamiento de la pulpa, puede ocurrir evaporación del líquido durante el proceso de lixiviación, lo que puede llevar a un incremento en su viscosidad. En tal caso, la dispersión del oxígeno agregado a la pulpa puede ser amarrado, y como consecuencia puede haber una disminución en la recuperación de cobalto en este proceso.

Así, durante este proceso, la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un líquido (d5), que puede ser agua, el sistema de lixiviación.

De esta manera, la dispersión de oxígeno en la pulpa no se afectará.

La remoción del cinc de la solución se requiere, para reducir a un mínimo la concentración de cinc en los alrededores del cobalto, ya que en el producto final la concentración de este elemento en solución se estima que se incrementa 25 veces.

La separación de cinc y el cobalto contenidos en la solución, después de la lixiviación atmosférica y filtración, se lleva a cabo mediante extracción por solvente (e), usando el extractor ácido di (2-etilhexil) fosfórico diluido en solvente de hidrocarburos desaromatizados u otro solvente equivalente, en cualquier sistema de extracción por solvente que comprende al número requerido de etapas de extracción, lavado y desactivación, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas aplicadas.

En la etapa de extracción, el pH es controlado de modo que esté en el rango entre 1,4 y 1,8 y más preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (e1), más preferiblemente hidróxido de sodio. El cinc es transferido desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico /acuoso entre 1,00 y 2,11 y más preferiblemente de 2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico / acuoso de aproximadamente 1,1) es lograda por medio de reciclos internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.

La temperatura de este proceso debe mantenerse entre 40°C y 60°C y más preferiblemente 50° C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito. Debería notarse que para una proporción orgánica / acuoso de 1,00, la concentración de cobalto en el orgánico se minimiza.

Por otro lado, la contaminación de cinc en el refinado del proceso de extracción será máxima. En el otro extremo, tal condición es revertida: debido a la carga más baja de cinc en el orgánico, la pérdida de cobalto en el orgánico será mayor, y la contaminación de cinc en el refinado será mínima.

Se es necesario, el refinado (es decir, la solución libre de cinc) de la etapa de extracción es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.

Dependiendo de la concentración de níquel en la solución de cobalto, la purificación de níquel puede llevarse a cabo en un sistema apropiado para tal propósito, tal como, por ejemplo, columnas de intercambio iónico para la remoción del níquel (f) que contienen una capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina quelante M 4195. La concentración de níquel no debe exceder 70mg/L.

Después de los procesos de purificación descritos aquí arriba, la solución de cobalto será purificada con respecto a la mayoría de impurezas, pero puede contener una alta concentración de sodio, debido al ajuste del pH en la etapa de extracción del cinc por solvente (e), donde se usó hidróxido de sodio (NaOH) para dicho ajuste. Por otro lado, la concentración de cobalto en esta solución es todavía muy baja para recuperación electrolítica efectiva.

Con el propósito de remover el sodio de la solución e incrementar la concentración, se agrega carbonato de sodio a la solución para precipitar carbonato de cobalto (g). La temperatura de precipitación es 28° C y 45°C y más preferiblemente en 35°C. El carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la

solución entre 7,0 y 9,0, más preferiblemente a 8,0. La recuperación de la masa de cobalto de la solución es no menos de 90%.

El carbonato de cobalto producido por la técnica descrita anteriormente es filtrada entonces (g1) en un sistema de filtración apropiado, preferiblemente una que incluya una etapa de lavado, para asegurar que cualquier o todo exceso de carbonato de solido sea lavado producido.

El carbonato de cobalto producido es lixiviado (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión que pueda ocurrir durante el proceso, o también, en un sistema que comprende en uso de agitadores hechos también de recubiertos con material resistente a la corrosión. La lixiviación se lleva a cabo usando un oxiado, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrólisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.

Luego, el producto de la etapa de lixiviación del carbonato de cobalto es filtrado (h) en cualquier sistema de filtración apropiado. Los sólidos recuperados en el proceso de filtración se vuelven a convertir en pulpa con agua desmineralizada y son regresados al sistema de lixiviación del carbonato de cobalto.

Una etapa de recuperación electrolítica del cobalto (i) se lleva a cabo para recuperar el cobalto metálico de la solución.

La electrólisis se lleva a cabo en un sistema de recuperación electrolítica en el cual los electrodos con placas insolubles hechas de aleación de plomo, calcio y estaño. En las celdas los ánodos envueltos en bolsas de membrana para impedir la migración de iones de hidrogeno al cátodo. De esta manera, las soluciones del anolito y del catolito son procesadas por separado.

Donde el anolito es usado para la disolución del carbonato de calcio, el carbonato de calcio es filtrado en un sistema de filtrado apropiado y dirigido a la etapa de lixiviación del carbonato de calcio. Después de lixiviar, es pesado por un sistema intercambiador de calor para controlar su temperatura entre 55°C y 70°C y más preferiblemente a 65°C, y es regresado al tanque de alimentación del recuperador electrolítico, el cual puede ser un tanque cargado con cobalto (electrolito fuerte).

El catolito, que es procesado separadamente del anolito, es regresado al sistema de alimentación del recuperador electrolítico, en donde se mezcla con el electrolito fuerte del lixiviado ácido de carbonato de cobalto. Después del mezclado, la concentración de cobalto en el electrolito es no menos de 40 g/L. El electrolito es dosificado con base o ácido, mas preferiblemente con soda o ácido sulfúrico, para ajustar el pH dentro del rango entre 3,6 a 2,7. Durante la operación, las características del producto formado son observadas, y el ajuste del pH se lleva a cabo de acuerdo a esto. En este sistema de alimentación del recuperador electrolítico, se puede agregar hidróxido de bario para remover cualquier plomo de la solución, que puede haberse disuelto del ánodo y haya contaminado la solución.

El cobalto metálico es depositado en la forma de discos sobre placas insolubles hechas de acero inoxidable durante el tiempo requerido para producir los cátodos, más preferiblemente durante 5 días, La placa de acero inoxidable sobre la cual se deposita el cobalto puede, o no, tener un molde hecho del materia especificado, tan como una resina, resistente al ácido, para dar la forma de discos a los cátodos de cobalto (j).

Ejemplo de invención.

El siguiente ejemplo ilustra la utilidad del proceso en cuestión. El refinado de níquel por extracción con solvente tiene la siguiente composición (mg/L):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
6	1731	0	24	0	1	736	8	1902	0	4454

Después de agregar NaHS (1,5 veces la dosificación estequiometrica) , ocurre la precipitación del sulfuro de cobalto, y el licor presenta la siguiente composición (mg/1):

Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)
0	13	0	31	0	0	1	12	1580	0	5002

La eficiencia de la precipitación fue la siguiente:

Eficiencia de la	Co	Zn	Ni
Precipitación (%)	98.9	99.9	93.2

El precipitado producido fue sometido a una etapa de remoción (desactivación) de todo al amoniaco presente.

La composición química del precipitado producido fue:

Precipitado	Co	Ni	Mn	Fe	Zn	S (total)
(%)	28,00	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18

La pulpa que contiene el precipitado de cobalto es filtrada.

El sulfuro de cobalto fue sometido a un periodo de doce horas de lixiviación oxidante atmosférica, después de lo cual las siguientes eficiencias de extracción (lixiviación) fueron obtenidas.

Disolución	Co	Ni	Mg	Mn	Zn
(%)	99.996	99.998	99.992	99.984	99.999

El ensayo de la refinación de cobalto, descrita adelante, incluye la precipitación del cobalto, relixiviación ácida, extracción del cinc por solvente, intercambio iónico del níquel, y la recuperación electrolítica del cobalto (electrólisis).

La alimentación al circuito de cobalto es una solución acuosa que contiene cobalto, llamada refinado de níquel. Dicha solución es un producto intermedio desde la parte aguas abajo del proceso.

Precipitación del sulfuro de cobalto.

La precipitación se llevo a cabo en tanques de 250 L que fueron alimentados con refinado de níquel con la composición dada en la tabla 1, y con 1,5 veces la cantidad estequiometrica de NaHS para Zn y Co. La operación se llevo a cabo a 50°C durante 30 minutos, y el producto final obtenido fue un precipitado mezclado de sulfuros de cobalto y cinc. Dicho tiempo de residencia establecido para los tanques es suficiente para la precipitación del 99,7% del cobalto, 99,4% del cinc, y 99,9% de níquel. Dichos valores pueden ser confirmados al analizar la composición del licor de descarga de precipitación, mostrada en la tabla 2:

Tabla 1:

Tabla 1: Composición del refinado de níquel:

Tanda No. 10	Concentración, mg / L											Volumen del licor (L)
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S(t)	
	6	1758	0	26	0	2	734	10	34	0	4896	

Tabla 2:

Tabla 2: Composición de la precipitación del licor de descarga (CoS):

No. 10	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	Cr	S (t)	Sólidos p/p	
	0	4	0	27	0	0	4	13	1679	0	6694	Volumen del licor (L)	256

El precipitado fue entonces alimentado a una contra corriente de columna para flujo de vapor, para la remoción completa del amoniaco libre antes de las etapas de decantación y filtración, la temperatura del vapor de alimentación era de 100°C. Durante esta operación, aproximadamente 2,3% de disolución de cobalto ocurrió, y las cantidades de amoniaco en la descarga fueron de menos de 0,5 ppm. Los valores de alimentación, descarga, y porcentaje de disolución de metales durante la separación de vapor se dan en la tabla 3. Los productos de las pastas del

precipitado de NaHS y el separado Na HS /NH3 fueron bombeadas a los decantadores y mantenidas a aproximadamente 50° C. Después de la floculación, la cual se llevo a cabo con la adición de 350 g/t de Magnafloc 919, los sólidos fueron filtrados, lavados con agua desmineralizada, y mantenidos alimentados al lixiviado de sulfuro de cobalto.

Tabla 3:

Tabla 3: Disolución de metales durante la separación de vapor completa del producto precipitado de NaHS:

Actual	Ni mg/L	Co mg/L	Fe mg/L	Mg mg/L	Mn mg/L	Cu mg/L	Zn mg/L	Ca mg/L	NH mg/L
Alimentación	0,4	7,5	0,6	25	0,1	0	1.0	12	10.1
Promedio						1			
Descarga	0,7	44	1,2	51	0,5	0,2	0,7	15	0,3
Promedio									
% de Disolución	11,2	2,3	54,2	97,1	53,4	25,3	-0,1	53,3	-

Lixiviación de sulfuro de cobalto

La lixiviación oxidante se llevó a cabo en una vasija de polipropileno de 6 L, con inyección directa de vapor para impedir la corrosión la temperatura se mantuvo en 85°C por medio de una camisa de agua calentada.

Las condiciones óptimas de lixiviación para 36 L de volumen de pulpa a 85°C fueron las siguientes: velocidad de oxígeno 10 L / min, porcentaje de sólidos en la pulpa de sulfuro de cobalto 10% (p / p), adición de 330 Kg / t de ácido sulfúrico al 98%, pH controlado a 1,5 y tiempo de residencia 20 horas.

La velocidad de lixiviación para el precipitado de sulfuro de cobalto fue baja, requiriendo por lo menos 12 horas para lograr el 99% de disolución del cobalto. En contraste, la disolución del cinc fue más rápida (3 o 4 horas).

El producto de lixiviado fue filtrado, luego el ponqué fue sometido a re lixiviación con ácido sulfúrico para una mayor recuperación del cobalto. La relación entre la composición de la alimentación de CoS y aquella del residuo de lixiviación se da en la tabla 4.

Tabla 4:

Tabla 4: composiciones del alimento y del residuo a partir de la lixiviación del sulfuro de cobalto:

Alimentación	28	0,04	0,01	0,01	12,36	33,18
--------------	----	------	------	------	-------	-------

para la lixiviación de CoS N°. 3						
Residuo de lixiviación N° 3	1,31	0,00	0,000	0,00	0,03	89,80

Las extracciones de Zn y Co son mayores a 99%.

Tabla 5:

Tabla 5: composición del licor de lixiviación:

Composición de licor de lixiviación	
Elemento	g / L
Co	26,71
Zn	12,25
Fe	0,014
Cr	0,004

La solución que contiene cobalto fue tratada en una etapa de extracción con solvente para separar el cobalto del cinc.

El circuito de extracción del solvente comprende 4 etapas de extracción, 2 etapas de lavado, y 3 etapas de re extracción (desactivado). La temperatura en las cuatro etapas de extracción fue mantenida en 50°C.

Extracción el cinc con solvente

El circuito de extracción de cinc con solvente se llevó a cabo en 4 etapas de extracción, las alimentaciones en estas etapas eran la solución del lixiviado por oxidación del sulfuro de cobalto y el componente orgánico. La temperatura fue mantenida en 50°C, y la proporción orgánico /acuoso en el circuito de separación se mantuvo aproximadamente en 2: 1 de modo que se minimiza la contaminación por cinc en el refinado de extracción. El extractor orgánico utilizado fue D₂EHPA, diluido al 30% v / v usando esquiad 110. Las condiciones y niveles de la extracción de Zn y Co se dan en la tabla 6, para las condiciones del proceso según se definieron para esta etapa.

Tabla 6: perfiles de extracción de Zn y Co

Per fil de ext rac ció n	Av an ce or gá nic o /ac uo so	P L S P H	Ext rac ció n en E1 pH	Ext rac ció n en E2 pH	Ext rac ció n en E3 pH	Ext rac ció n en E4 pH	Ext rac ció n en E1 Zn %	Ext rac ció n en E2 Zn %	Ext rac ció n en E3 Zn %	Ext rac ció n en E4 Zn %	Ext rac ció n en E1 Co %	Ext rac ció n en E2 Co %	Ext rac ció n en E3 Co %	Ext rac ció n en E4 Co %
Per	2,0	2	1,4	1,6	1,6	1,6	94,	5,3	0,2	0,0	-	-	0,6	1,2

fil 1	5	, 1 8	2	0	0	2	45	0	4	0	0,9 0	0,4 2	9	3
Per fil 2	2,1 1	, 2 1	1,6 0	1,6 6	1,6 4	1,6 5	94, 81	5,0 3	0,1 5	0,0 0	- 0,9 5	0,2 0	0,0 8	1,3 4

Las composiciones promedio de cinc en la fase acuosa y de cobalto en la fue orgánica junto con las etapas de extracción se muestran en la tabla 7 y 8 respectivamente.

Tabla 7:

Tabla 7: composición promedio de refinado de cinc, mg / L.

Extracción de cinc: composición de la fase acuosa (mg / L)	Perfil 1	Perfil 2
PLS	12500	12700
E1	694	659
E2	32	20
E3	1.0	1.5
E4 (refinado)	1.5	1.0

Tabla 8:

Tabla 8: concentración promedio de cobalto en la fase orgánica, mg / L.

Cobalt extraction: organic Composición de la fase (mg / L)	Profile 1	Profile 2
Desecho orgánico	1	1
E4	166	179
E3	258	190
E2	202	216
Carga orgánica	82	90

Lavado

La carga orgánica se pasó por dos etapas de lavado, con el Ph mantenido en 1,4 y 1,3 respectivamente, y con adición de ácido de modo que se impide que el cobalto avance en la etapa de desactivación del cinc y también para recuperar el cobalto, el cual puede ser recirculado en la etapa de lixiviación del sulfuro de cobalto. Las composiciones de las fases acuosa y orgánica en las dos etapas, en mg / L, se muestran en la tabla 9.

Tabla 9:

Tabla 9: composiciones acuosas y orgánica del depurado en mg / L.

Composición, mg / L

	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	PH
Strage 1 Depuración del producto	19	2174	1	11	6	2	565	15	4127	1,44
Strage 2 Depuración del producto	56	3614	1	17	38	1	2281	62	4208	1,57
Strage 1 Depuración orgánica	1	24	210	4	1	0	5640	21	10	-
Strage 2 Depuración orgánica	1	8	213	4	2	0	13339	21	10	-

Desactivación del cinc

El circuito para remover el cinc contenido en la fase orgánica comprende tres etapas. Se utilizó una alimentación de 200 g / L de H₂SO₄. El consumo de ácido sulfúrico fue equivalente a 1246 kg / t de cinc. Las composiciones de la solución acida antes y después de la separación, lo mismo que las composiciones de la fase orgánica después de la separación, se muestran en las tablas 10, 11 y 12 respectivamente.

Tabla 10:

Tabla 10: composición de la alimentación de separación, en mg / L

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg / L										Acido libre g / l
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na	S (t)	
Promedio / total (lixiviación oxidante N° 3)	1	1	0,7	72	0,2	0,2	1	78	692	61846	204

Tabla 11:

Tabla 11: composición del producto de separación, mg / L.

Separación acuosa de la alimentación	Concentración, mg / L								
	Ni	Co	Fe	Mg	Mn	Cu	Zn	Ca	Na
Promedio / total (lixiviación oxidante N° 3)	2	1,5	203	4,0	0,4	0	3	18	10,0

Después de la extracción con solvente, la solución que contiene cobalto (es decir, el refinado) fue purificado del níquel mediante intercambio iónico.

Remoción del níquel mediante intercambio iónico

El intercambio iónico fue usado para remover cualquier impureza de níquel del licor de cobalto antes de la recuperación electrónica. El circuito comprende cinco columnas, cuatro de las cuales se usan para extracción, y una para elusión.

La alimentación inicial al circuito de intercambio iónico del níquel era un licor con un contenido de níquel de 85 mg / L. Durante la carga, el rompimiento ocurrió en la

columna 1 dentro de las dos primeras horas, y después de 24 horas de operación, en la cual la concentración del licor de descarga de la cuarta columna de extracción era de 0,5 mg / L de níquel, el efluente de la columna 1 contenía aproximadamente 40 mg /L de níquel.

Precipitación y lixiviación del carbonato de cobalto

Las alimentaciones para la precipitación del carbonato de cobalto son el licor de descarga del intercambio iónico de níquel (cuando de usa) o el refinado de cinc por extracción con solvente después de haber pasado por columnas de carbón para remover el Na₂CO₃ orgánico y anhidroso impregnado. La precipitación ocurre a 35°C a un pH de 8,0 durante 30 minutos. La proporción de carbonato de sodio agregada fue de 1,64 moles por mol de cobalto, o 2,987 kg / kg de cobalto. Aproximadamente 99% del cobalto se precipito. La composición del precipitado de cobalto CoCo₃ (alimentación de lixiviado H₂SO₄) se especifica en la tabla 13.

Tabla 13:

Tabla 13: composición del precipitado de cobalto CoCo₃.

Composición CoCos									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cu	S (t)	Ca
47,8	0,02	2,4	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,79	0,02

Después de filtrado, el precipitado es lixiviado con ácido sulfúrico, a temperatura ambiente (25°C) y Ph 3,0, durante 30 minutos, formando una solución con 70 g / L de Co. La composición del licor de descarga lixiviado se da en la tabla 14.

Tabla 14:

Tabla 14: composición del licor de carbonato de cobalto por lixiviación acida, en mg / L.

Concentraciones del licor de carbonato de cobalto por lixiviación acida, en mg / L.									
Co	Ni	Na	Mg	Mn	Zn	Fe	Cr	Ca	pH
75599	11,1	21453	10,6	4,9	3,9	0	10,5	29,5	3

Recuperación electrónica del cobalto

La solución concentrada de cobalto fue alimentada en una celda electrónica a una densidad actual de 350 A/m². La velocidad de alimentación fue de 2 mL/min. El pH fue ajustado en 3,0 con la adición de una solución de hidróxido de sodio al 2M, y la temperatura fue mantenida en 60°C. El tiempo de residencia en esta operación fue de cinco días, al final de los cuales se produjo un cátodo de cobalto grado 1 con una pureza del cobalto de hasta 99,96% y 5 mg / kg de Ni. Una comparación entre la composición del cátodo producido en el ensayo descrito y las especificaciones definidas para el cátodo de cobalto GRADO 1 se da en la tabla 15. Estos valores muestran que las impurezas en el cátodo producido están dentro de los límites de la especificación para el GRADO 1.

Tabla 15:

Tabla 15: composición del cátodo de cobalto de cinco días

identificación	Masa kg	Composición													
		%C o	ppm												
			C u	Ni	Fe	Zn	M n	M g	C a	Al	S	As	N a	Cr	Si
Especificación del catálogo grado 1 de 5 días	0.293	99.961	440	53500	20100	2955	110	210	10-	850	2540	2010	145-	116-	1025

Aunque una secuencia metodológica preferida ha sido descrita e ilustrada, debe notarse que son posibles modificaciones viables sin salirse del alcance de la presente invención.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, caracterizado por que comprende las siguientes etapas: (a) obtener el refinado de níquel por extracción con solvente para la producción de cobalto; (b) agregar un agente de precipitación de sulfuro a dicho refinado, para precipitar sulfuro de cobalto y sulfuro de cinc; (c) remover todo el amoniaco de la pulpa sulfurada (sólidos y liquido); (d) someter el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), a lixiviación atmosférica; (e) promover la extracción de cinc en el cátodo final de cobalto, mediante el uso de solventes con extractor ácido di (2-etilhexil) fosfórico diluido en el solvente de hidrocarburos desaromatizados o en un solvente equivalente, con un tiempo de residencia de no menos de 1 minuto en cada una de las etapas utilizadas; (f) llevar a cabo la remoción del níquel mediante intercambio iónico, para purificar el níquel; (g) agregar carbonato de sodio a la solución, para precipitar carbonato de cobalto; (h) lixiviar el carbonato de cobalto producido en un sistema que utiliza un ácido, preferiblemente ácido sulfúrico, y más preferiblemente, el anolito de la electrolisis del cobalto; (i) llevar a cabo la recuperación electrolítica del cobalto, para recuperar el cobalto de la solución en su forma metálica; y (j) permitir que el cobalto metálico se asiente sobre placas insolubles de acero inoxidable.
2. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho que el agente de precipitación de sulfuro (b) es hidrosulfuro de sodio (NaHS) en una cantidad estequiometría de base para el cobalto y el cinc contenidos en la solución, usando un exceso de 1,5 veces la dosificación estequiométrica para el cobalto y el cinc en la solución.
3. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho que la temperatura de precipitación se mantiene entre 40°C y 55°C, y más preferiblemente 45°C.
4. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3, caracterizado por el hecho que todo el amoniaco presente en la pulpa sulfurada (sólidos y liquido) es removida (c) por medio de inyección de vapor, incrementando la temperatura de la pulpa a preferiblemente entre 95°C y 110°C y mas preferiblemente a 100°C.

5. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por el hecho que la remoción de amoníaco (c) se lleva a cabo en una columna u otro sistema diseñado para tal propósito, con la separación subsiguiente de sólidos y líquido de la pulpa (c1) que se forman por medio de filtros o espesantes, y más particularmente espesantes. Los sólidos son entonces filtrados (c2)
6. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración se lleva a cabo sin remover el amoníaco, y se usa un agente de floculación.
7. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por el hecho que la filtración de los sólidos en la pulpa en un sistema de filtración ocurre con la remoción del amoníaco y alguna redisolución de cobalto, y un agente de precipitación de sulfuro es agregado al sistema de remoción de amoníaco usado a lo largo de este proceso.
8. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 4, caracterizado por el hecho que el sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.
9. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3 o 4, caracterizado por el hecho que El sólido filtrado, sulfuro de cobalto (e impurezas), es sometido a lixiviación por oxidación atmosférica (d), en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos de o recubiertos con material resistente a la corrosión.
10. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 o 9, caracterizado por el hecho que el sólido sometido a lixiviación con ácido sulfúrico bajo presión atmosférica tiene su temperatura mantenida entre 80° y 90°C , y más preferiblemente a 85°C. Se agrega oxígeno al sistema, durante el periodo de lixiviación, a una velocidad de flujo entre 5 y 25 L/h, y más preferiblemente entre 10 y 20 L/h, y mas preferiblemente 15 L/h. la fuente de oxígeno puede ser oxígeno industrial de cualquier pureza o aire.
11. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 o 9 o 10, caracterizado

por el hecho que la pulpa de esta etapa de lixiviación es entonces filtrada (d2), y los sólidos residuales no lixiviados recolectados en el sistema de filtración son reciclados para la recuperación (d3) del cobalto residual, o pueden ser desechados o usados en alguna otra parte del proceso. El filtrado, es decir, la solución del sistema de filtración (d2), que contiene cobalto (e impurezas) es enfriado (d4) en un intercambiador de calor u otro equipo usado para tal propósito, antes de la remoción del cinc de la solución.

12. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 8 o 9 o 10 u 11, caracterizado por el hecho que durante la etapa de lixiviación (d) la pulpa lixiviada es monitoreada en cuanto a sus características y, si es necesario, una corrección de su viscosidad es aplicada mediante agregar un liquido (d5), que puede ser agua, al sistema de lixiviación.
13. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3 o 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción de solvente €, el pH es mantenido dentro del rango entre 1,4 y 1,8 y mas preferiblemente en 1,6, mediante la adición de una base (el), mas preferiblemente hidróxido de sodio, con el cinc transferido desde la solución acuosa hasta el extractor. El proceso ocurre en un medio acuoso continuo con una proporción orgánico/acuoso entre 1,00 y 2,11 y mas preferiblemente de 2,00. La continuidad acuosa (proporción orgánico /acuoso de aproximadamente 1,1) es lograda por medio de reciclos internos (e2) dentro de cada una de las etapas de extracción empleadas.
14. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 13, caracterizado por el hecho que la temperatura en esta etapa se mantiene entre 40° C y 60°C y mas preferiblemente 50°C, mediante cualquier sistema apropiado para tal propósito.
15. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3 o 4, caracterizado por el hecho que en la etapa de extracción con solvente (e), el refinado es purificado de su contenido orgánico impregnado en cualquier sistema apropiado para tal propósito, tal como columnas de carbón.
16. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3 o 4, caracterizado por el hecho que el sistema de intercambio iónico para la remoción del níquel (f) contienen una resina capaz de llevar a cabo este proceso, y especialmente la resina quelante M 4195. La concentración de níquel en solución no debe exceder 70 mg/L.

17. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 2 o 3 o 4, caracterizado por el hecho que durante la precipitación del carbonato de cobalto (g), la temperatura de la precipitación es mantenida entre 28°C y 45°C y mas preferiblemente en 35°C. el carbonato de sodio se dosifica para elevar el pH de la solución entre 7,0 y 9,0, mas preferiblemente a 8,0.
18. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 17, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto es filtrado (g1) en un sistema de filtración apropiado, preferiblemente uno que incluya una etapa de lavado.
19. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 17 o 18, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende un tanque hecho de o recubierto con un material resistente a la corrosión.
20. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 17 o 18, caracterizado por el hecho que el carbonato de cobalto producido es sometido a lixiviación (g2) en un sistema apropiado del tipo que comprende agitadores hechos también de o recubiertos con material resistente a la corrosión.
21. El método para producir cobalto metálico a partir de un refinado de níquel por extracción con solvente, de acuerdo con la reivindicación 1 o 17 o 18 o 19 o 20, caracterizado por el hecho que la lixiviación se lleva a cabo usando un acido, preferiblemente acido sulfúrico, y más preferiblemente el anolito de la electrolisis del cobalto. El producto resultante es el electrolito fuerte, concentrado en cobalto, cuya concentración de este elemento en solución es no menos de 40 g/L, preferiblemente entre 40 y 80 g/L, y más preferiblemente 70 g/L de cobalto, para la alimentación de la electrólisis.