

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 388 296**

51 Int. Cl.:

C22B 3/06 (2006.01)

C22B 3/08 (2006.01)

C22B 23/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06721483 .3**

96 Fecha de presentación: **11.05.2006**

97 Número de publicación de la solicitud: **1880029**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.01.2008**

54 Título: **Procedimiento mejorado para la lixiviación en pilas de minerales de óxido níquelífero**

30 Prioridad:
13.05.2005 AU 2005902462

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
11.10.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
11.10.2012

73 Titular/es:
**BHP BILLITON SSM DEVELOPMENT PTY LTD
LEVEL 33, CENTRAL PARK 152-158 ST
GEORGES TERRACE
PERTH, WA 6000, AU**

72 Inventor/es:
LIU, Houyuan

74 Agente/Representante:
Curell Aguilá, Mireia

ES 2 388 296 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento mejorado para la lixiviación en pilas de minerales de óxido níquelífero.

5 **Campo de la invención**

En general, la presente invención se refiere a un nuevo procedimiento hidrometalúrgico de lixiviación de minerales de tipo óxido níquelífero, para recuperar valores de níquel y cobalto. En particular, la presente invención proporciona un procedimiento de extracción de níquel y cobalto a partir de minerales de laterita que contienen níquel y cobalto mediante lixiviación en pilas del mineral con un licor de lixiviación preparado a partir de solución salina o agua hipersalina. El procedimiento es particularmente adecuado para depósitos de mineral de óxido níquelífero en zonas áridas, en las que las salmueras subterráneas son la única fuente de agua económica, o en depósitos de laterita costeros o de islas donde sólo está disponible agua marina.

15 **Antecedentes de la invención**

Los depósitos de mineral de óxido níquelífero que contienen níquel y cobalto, normalmente minerales de laterita, contienen generalmente minerales de tipo óxido, limonitas, y minerales de tipo silicato, saprolitas, en los mismos depósitos. Las saprolitas con un contenido en níquel superior tienden a tratarse comercialmente mediante un procedimiento pirometalúrgico que implica técnicas de fundición eléctrica y tostación para producir ferróníquel. Los requisitos de energía y la alta razón de mineral de hierro con respecto a níquel para la limonita de contenido en níquel inferior y combinaciones de limonita/saprolita hacen que esta ruta de procesamiento sea demasiado cara, y estos minerales normalmente se tratan comercialmente mediante una combinación de procedimientos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos, tales como el procedimiento de lixiviación con ácido a alta presión (HPAL) o el procedimiento Caron de lixiviación con carbonato de amonio - tostación y reducción.

Se han desarrollado otras técnicas de lixiviación con ácido para explotar mineral de óxido níquelífero en la última década aparte de la lixiviación con ácido a alta presión convencional (HPAL). Por ejemplo, se describe la lixiviación con ácido a presión potenciada (EPAL) en la patente US 6.379.636 a nombre de BHP Billiton. Se describe la lixiviación por agitación atmosférica con precipitación de hierro como jarosita en la patente US nº 6.261.527 a nombre también de BHP Billiton, y se describe la lixiviación por agitación atmosférica con precipitación de hierro como goethita en la solicitud australiana 2003209829 a nombre de QNI Technology. Se describe un procedimiento para la lixiviación atmosférica directa del componente de saprolita en la patente US nº 6.379.637 a nombre de Curlook.

La lixiviación en pilas es un procedimiento convencional de extracción económica de metales a partir de minerales de baja calidad y se ha utilizado satisfactoriamente para recuperar materiales tales como cobre, oro, uranio y plata. Generalmente, implica apilar mineral sin procesar directamente de depósitos de mineral en pilas que varían en altura. La disolución de lixiviación se introduce en la parte superior de la pila para que se percole hacia abajo a través de la pila. El licor efluente se drena de la base de la pila y pasa a una planta de procesamiento en la que se recuperan los valores metálicos.

Se ha propuesto la lixiviación en pilas en procedimientos de recuperación para níquel y cobalto y se describe por ejemplo en las patentes US nº 5.571.308 y 6.312.500, ambas a nombre de BHP Billiton, pero aún no se ha utilizado comercialmente. Sin embargo, promete un procedimiento con bajo coste de capital, eliminando la necesidad del equipo de alta presión caro y con mucho mantenimiento requerido para el procedimiento de HPAL.

Un problema que dificulta la lixiviación en pilas de minerales de óxido níquelífero que contienen níquel y cobalto es el componente de arcilla sustancial de tales minerales. El tipo de contenido en arcilla depende de la roca original y el entorno fisicoquímico de la formación de arcilla, aunque la mayoría de las arcillas presentan un efecto perjudicial sobre la percolación de la disolución de lixiviación a través del mineral.

La patente US nº 5.571.308 (BHP Minerals International, Inc) describe un procedimiento para la lixiviación en pilas de mineral de laterita que contiene una alta cantidad de magnesio tal como saprolita. La patente indica que el tipo de arcilla saprolita presenta una escasa permeabilidad, y como solución a esto, es necesaria la peletización del mineral para garantizar la distribución de la disolución de lixiviación a través de la pila.

La patente US nº 6.312.500 (BHP Minerals International, Inc) también describe un procedimiento para la lixiviación en pilas de lateritas para recuperar níquel, que es particularmente eficaz para minerales que presentan un componente de arcilla significativo (mayor del 10% en peso). El procedimiento incluye dimensionar el mineral cuando sea necesario, formar gránulos poniendo en contacto el mineral con un lixivante y aglomerarlos. Los gránulos forman una pila y se lixivian con ácido sulfúrico para extraer los valores metálicos. Puede utilizarse agua marina reforzada con ácido sulfúrico como disolución de lixiviación.

Ambas de las patentes anteriores identifican la necesidad de peletizar la alimentación de mineral completa para mejorar la permeabilidad de la pila necesaria para una lixiviación en pilas satisfactoria.

El documento WO 2005/005671 (Miller *et al.*) describe un procedimiento de lixiviación en pilas en el que se separa la fracción de mineral en su fracción de mineral concentrada beneficiada y su fracción de rechazo de baja calidad silíceo gruesa. Miller describe un procedimiento en el que puede utilizarse salmuera subterránea acidificada en la lixiviación en pilas de la fracción de rechazo de baja calidad, pero no da a conocer la utilización de un agua hipersalina acidificada para llevar a cabo el procedimiento de lixiviación en pilas.

El documento US 2004/00228783 (Harris *et al.*) describe una digestión con ácido clorhídrico llevada a cabo en un medio de cloruro de fuerza iónica alta. El medio de cloruro de fuerza alta es para regenerar el ácido clorhídrico utilizado. El procedimiento descrito se lleva a cabo en recipientes abiertos a temperatura elevada en un procedimiento de lixiviación atmosférica o a presión utilizando ácido clorhídrico complementado como lixivante.

El documento US 2003/075021 (Young *et al.*) describe un procedimiento atmosférico llevado a cabo a temperaturas elevadas junto con sales de metales alcalinos. Los documentos GB 1510676, AU 47190/00 y WO 98/14623 son ejemplos adicionales de procedimientos de lixiviación asistidos por solución salina que se llevan a cabo en o bien condiciones de lixiviación atmosférica o bien a presión para efectuar la lixiviación de minerales de laterita.

El documento WO 2001/75184 (BHP Minerals International, Inc.) describe un procedimiento para la lixiviación en pilas de mineral para recuperar níquel, siendo particularmente eficaz para minerales con un componente de arcilla tangible. El procedimiento incluye dimensionar el mineral, formar gránulos poniendo en contacto el mineral con un lixivante de ácido sulfúrico concentrado y aglomerarlo. Los gránulos forman una pila y se lixivian con una disolución de ácido sulfúrico para extraer los valores metálicos, incluyendo níquel. El lixiviado puede someterse a una operación de recuperación de níquel sin la necesidad de neutralización intermedia.

Los procedimientos hidrometalúrgicos, por su naturaleza, requieren grandes cantidades de agua. En muchas zonas del mundo donde existen depósitos de mineral de óxido níquelífero, el suministro de agua de buena calidad es muy escaso, y es un recurso costoso. En las regiones áridas de Australia, por ejemplo, sólo está disponible agua subterránea hipersalina en cantidades significativas, y en Indonesia y las Filipinas, donde existen lateritas en pequeñas islas, sólo está disponible agua marina en cualquier cantidad significativa.

Se ha utilizado agua hipersalina en el procedimiento de lixiviación con ácido a alta presión en dos plantas en Australia, pero con penalizaciones notificadas en cuanto a recuperación de níquel inferior, aumento de la utilización de ácido y coste de mantenimiento y capital superior del equipo de lixiviación debido a la metalurgia compleja requerida para soportar las condiciones de la disolución con alta concentración de cloruro.

La discusión anterior de documentos, artículos y similares se incluye en la memoria descriptiva únicamente con el fin de proporcionar un contexto para la presente invención. No se sugiere ni representa que cualquiera o todas de estas materias formen parte de la base de técnica anterior o sean de conocimiento general común en el campo relevante para la presente invención tal como existía en Australia antes de la fecha de prioridad.

La presente invención presenta como objetivo superar o al menos aliviar una o más de las dificultades asociadas con la técnica anterior.

Sumario de la invención

Se ha encontrado sorprendentemente que una disolución de lixiviación que incluye agua hipersalina y solución salina complementada con ácido puede utilizarse satisfactoriamente para la lixiviación en pilas de minerales de óxido níquelífero, en particular lateritas, para la recuperación de níquel y cobalto. Esto significa que la lixiviación en pilas, que requiere equipo con un coste de capital muy bajo y presenta pocos de los problemas de materiales metalúrgicos complejos de los procedimientos de lixiviación con ácido a alta presión o presión atmosférica alternativos, es una alternativa de bajo coste para procesar minerales de óxido níquelífero, cuando aguas salinas y/o hipersalinas distintas de agua marina son las aguas disponibles.

Por consiguiente, en una primera realización, la presente invención proporciona un procedimiento para la recuperación de níquel y cobalto a partir de un mineral de óxido níquelífero mediante lixiviación en pilas, incluyendo el procedimiento las etapas siguientes:

- a) formar una o más pilas del mineral de óxido níquelífero;
- b) lixiviar la pila de mineral con una disolución de lixiviación que incluye un agua hipersalina complementada con ácido sulfúrico como lixivante, proviniendo el agua hipersalina de al menos uno de salmuera de superficie, salmuera subterránea o agua marina concentrada y presentando una concentración de ion cloro comprendida entre 30 g/l y 120 g/l; y
- c) recuperar níquel y cobalto del lixiviado en pilas resultante.

5 Aguas hipersalinas útiles en el procedimiento de la invención provienen generalmente salmueras de superficie y/o subterráneas, o en algunas circunstancias agua marina concentrada o el efluente de procedimientos de desalinización. Normalmente, el agua proveniente de salmueras presentará una salinidad o sólidos disueltos totales superior al agua marina y se ha encontrado sorprendentemente que aguas hipersalinas con una concentración de sólidos disueltos totales muy superior a la del agua marina proporcionan una recuperación de níquel y cobalto mejorada en procedimientos de lixiviación en pilas. Concentraciones preferidas de las aguas hipersalinas que son útiles en el procedimiento presentan una concentración de sólidos disueltos totales de desde 50-200 g/l, lo más preferentemente desde 50 hasta 150 g/l.

10 El término "salmuera de superficie y/o subterránea" tal como se utiliza en la presente memoria incluye aguas salinas que se encuentran tierra adentro y excluye el agua marina. Generalmente, la salmuera se encontrará en fuentes bajo tierra o subterráneas, particularmente en regiones áridas, pero también puede encontrarse en lagos, ríos o arroyos salados tierra adentro. La concentración de sólidos disueltos totales encontrada en salmueras útiles en el procedimiento de la invención descrito en la presente memoria será de al menos 5 g/l. Sin embargo, la salinidad del agua proveniente de salmueras puede ser variable, superior o inferior a la del agua marina y podría oscilar entre una concentración de sólidos disueltos totales de desde 5-200 g/l.

20 Predominantemente, los sólidos disueltos encontrados tanto en agua salina o hipersalina de fuentes de salmuera de superficie y subterránea, como de hecho en agua marina, son cloruro de sodio, aunque se encuentran habitualmente otras sales tales como cloruro de magnesio y cloruro de potasio en concentraciones menores. Se requieren aguas que presentan una concentración de ion cloruro de desde 30 g/l hasta 120 g/l, siendo la más preferida una concentración de desde 30 g/l hasta 90 g/l.

25 Generalmente, el agua marina presenta una concentración de sólidos total de menos de 30 g/l, de los cuales aproximadamente 27 g/l serán sales de cloruro de sodio con una concentración de ion cloruro de aproximadamente 16,4 g/l. El término "hipersalina" tal como se utiliza en la presente memoria y en las reivindicaciones indica agua que presenta una salinidad mayor que el agua marina, que es un agua que presenta un contenido en sólidos disueltos totales de más de 30 g/l y/o una concentración de ion cloruro mayor de 17 g/l.

30 La utilización de agua marina reforzada con ácido sulfúrico, que presenta una concentración de cloruro de sodio de 27 g/l, se da a conocer como disolución de lixiviación para lixiviar pilas de mineral laterítico en la patente US nº 6.312.500 (BHP Minerals International Inc). Los inventores de la presente invención han encontrado que este procedimiento puede mejorarse, o hacerse más práctico comercialmente, utilizando solución salina y/o agua hipersalina con una salinidad mayor que la del agua marina, o a partir de fuentes distintas del agua marina, para proporcionar una recuperación de níquel o cobalto mejorada. En una realización, el procedimiento dado a conocer en la presente memoria utiliza agua marina en procedimientos en los que la salinidad es mayor que una concentración de sólidos disueltos totales de 30 g/l, por ejemplo el agua marina puede o bien haberse concentrado o bien combinado con otras aguas hipersalinas tales como las de salmueras de superficie o subterráneas, para formar la disolución hipersalina. Aún en otra realización, puede utilizarse el efluente de plantas de desalinización que utilizan agua marina u otra solución salina o aguas salobres como agua de alimentación. Las plantas de desalinización se utilizan comúnmente en regiones áridas, y en zonas costeras en las que el agua dulce es escasa para proporcionar una fuente de agua dulce. Tales efluentes presentan alta salinidad, generalmente con un contenido en sólidos disueltos totales en el intervalo de desde 40 hasta 200 g/l, y podrían redirigirse fácilmente para su utilización en la disolución de lixiviación en un procedimiento de lixiviación en pilas.

45 En el procesamiento del mineral para la lixiviación en pilas, en el que se ha encontrado que la aglomeración del mineral es necesaria para mejorar la percolación de la disolución de lixiviación, el mineral de óxido níquelífero puede triturarse y aglomerarse hasta un tamaño de partícula mayor o forma de gránulo antes de formar la una o más pilas. La aglomeración del mineral mejorará la permeabilidad del mineral, particularmente cuando el mineral presenta un alto contenido en arcilla. Sin embargo, puede no requerirse la aglomeración del mineral en todas las circunstancias, particularmente cuando hay un bajo contenido en arcilla asociado con el mineral, o la consistencia del mineral es tal que permite una percolación adecuada de la disolución de lixiviación durante la fase de lixiviación en pilas.

55 El mineral de óxido níquelífero es generalmente laterítico, y será conveniente referirse al mismo como mineral laterítico en la presente memoria. El procedimiento es particularmente adecuado para depósitos de laterita en zonas áridas, donde las salmueras subterráneas son la única fuente de agua económica, o en depósitos de laterita costeros o en islas donde sólo está disponible agua marina. A menudo están asociadas con tales sitios plantas de desalinización, como fuente de agua dulce, y el efluente de las plantas de desalinización podría utilizarse también como fuente de agua hipersalina.

60 También pueden utilizarse compuestos que contienen fluoruro que generan ácido fluorhídrico tales como fluorita en el procedimiento con la disolución de lixiviación complementada con o bien la solución salina y/o bien aguas hipersalinas. Por consiguiente, aún en una realización adicional de la invención, puede mezclarse con el mineral fluorita u otros compuestos que contienen fluoruro que generarán ácido fluorhídrico en las condiciones de lixiviación en pilas con ácido antes de preparar la pila de mineral para la lixiviación. Algo del níquel en el mineral está asociado con arcillas de nontronita y geles de silicato de hierro amorfo, y el ácido fluorhídrico producido por la reacción del

ácido con el compuesto que contiene fluoruro atacará a las estructuras de sílice y silicato, liberando los valores de níquel que están unidos a las mismas. Preferentemente, se añade entre el 1% y el 5% de un compuesto que contiene fluoruro, lo más preferentemente fluorita, al mineral durante o antes de la etapa de aglomeración o cuando el mineral está preparándose en pilas. Lo más preferentemente, se añade aproximadamente un 1% de fluorita. Se ha encontrado que con la adición fluorita puede lograrse una recuperación de níquel mejorada.

Alternativamente, si los compuestos que contienen fluoruro son solubles en agua, pueden añadirse a la disolución de lixiviación hipersalina y/o de solución salina complementada con ácido antes de aplicarse a la pila de mineral.

10 Descripción detallada de la invención

El término mineral de óxido níquelífero o mineral de laterita tal como se utiliza en la presente memoria pretende referirse al procesamiento del cuerpo de mineral completo, o tal como será habitualmente el caso, una parte del cuerpo de mineral de laterita. Por ejemplo, el procedimiento es igualmente aplicable al procesamiento de cualquier fracción del cuerpo de mineral de laterita, tal como la fracción de limonita o saprolita individualmente, o junto con cualquier otra fracción del cuerpo de mineral.

En una realización preferida, el mineral de óxido níquelífero se tritura hasta un tamaño preferentemente inferior a 25 mm de tamaño. Muchos minerales de óxido níquelífero presentan un alto contenido en arcilla y presentan una escasa permeabilidad natural. Para mejorar la permeabilidad, el mineral dimensionado puede aglomerarse hasta un tamaño de partícula mayor o forma de gránulo. Se utiliza preferentemente ácido sulfúrico concentrado para aglomerar el mineral triturado, lo que se logra generalmente convirtiendo las partículas finas de tipo arcilla en partículas mayores para aumentar la permeabilidad. El yeso formado tras la adición de ácido sulfúrico actuará generalmente uniendo las partículas de mineral para dar partículas mayores o forma de gránulo. Cualquier requisito de agua para el procedimiento de aglomeración, si se requiere, puede proporcionarse mediante la solución salina y/o agua hipersalina utilizada para la disolución de lixiviación.

Puede no ser necesaria la aglomeración y/o peletización en todas las circunstancias, particularmente cuando hay un bajo contenido en arcilla asociado con el mineral, o cuando la consistencia del mineral permitirá una percolación adecuada de la disolución de lixiviación durante la fase de lixiviación en pilas. En tales circunstancias, el mineral puede simplemente colocarse en pilas sin procesamiento anterior.

El mineral, ya esté aglomerado o no, puede disponerse en al menos una pila pero preferentemente dos pilas, una pila primaria y una secundaria, que van a utilizarse como sistema de lixiviación en pilas en contracorriente. Pueden disponerse pilas adicionales si es apropiado.

En el procedimiento en contracorriente preferido, en el que se forman al menos dos pilas y se disponen como pila primaria y una secundaria, el procedimiento incluye las etapas de:

- a) añadir la disolución de lixiviación a la pila secundaria para producir un licor de producto intermedio; y
- b) añadir el licor de producto intermedio a la pila primaria para lixiviar la pila primaria en un procedimiento en contracorriente, y producir un licor de producto rico en níquel y cobalto.

El licor de producto intermedio es rico en níquel y cobalto con baja acidez, pero también contiene hierro y varias otras impurezas. El procedimiento de lixiviación en pilas en contracorriente presenta la ventaja de un consumo de ácido inferior, y también logra una concentración de hierro inferior y una concentración de níquel superior en la disolución de lixiviación cargada y da como resultado un licor de producto más limpio de inferior acidez que el sistema de una única pila.

En general, el procedimiento forma parte de un procedimiento global para la recuperación de níquel y cobalto. En un procedimiento preferido, la disolución de lixiviación se complementa con otras corrientes de ácido en el procedimiento de recuperación de níquel y cobalto asociado: Preferentemente, las corrientes de ácido que pueden utilizarse para complementar la disolución de lixiviación incluyen:

- a) el refinado reciclado reducido en níquel de una etapa de intercambio iónico de níquel o procedimiento de extracción con disolvente aguas abajo; y/o
- b) el lixiviado ácido que contiene al menos níquel, cobalto y hierro de un procedimiento de lixiviación con ácido a alta presión o a presión atmosférica de lateritas, o una combinación de los mismos; y/o
- c) el lixiviado ácido de la lixiviación a presión atmosférica o lixiviación a presión oxidativa de un concentrado o mineral de sulfuro de níquel.

La calidad de la solución salina y/o agua hipersalina adecuada variará dependiendo de la fuente del agua, y normalmente, si proviene de salmueras de superficie o subterráneas en regiones áridas, puede presentar una

concentración de sólidos disueltos totales en el intervalo de desde 5 g/l hasta 200 g/l. Preferentemente, sin embargo, se utiliza agua hipersalina que presenta una concentración de sólidos disueltos totales de desde 40 hasta 200 g/l. Los sólidos disueltos totales serán sales, que comprenden generalmente cloruro de sodio, pero también otras sales tales como sales de cloruro de magnesio o cloruro de potasio en concentraciones menores. Si proviene de agua marina, el agua puede concentrarse ligeramente eliminando por evaporación algo del agua para preparar agua hipersalina o puede utilizarse el efluente concentrado de un procedimiento de desalinización. El efluente de plantas de desalinización, que pueden procesar agua marina y/u otras aguas saladas y salobres, presenta normalmente una concentración de sólidos disueltos totales de desde 40 hasta 200 g/l.

Lo más preferentemente, el procedimiento de la presente invención utiliza agua hipersalina que presenta una concentración de sólidos disueltos totales de desde 50 hasta 150 g/l. Los inventores han encontrado sorprendentemente que puede lograrse una recuperación de níquel mejorada cuando se utilizan aguas hipersalinas complementadas con ácido dentro de este intervalo en procedimientos de lixiviación en pilas. Adecuadamente, el agua hipersalina presentará una concentración de ion cloruro de desde 30 hasta 120 g/l, lo más preferentemente desde 30 hasta 90 g/l. El agua potable típica presenta menos de 0,5 g/l de sólidos disueltos totales.

El níquel y cobalto pueden recuperarse del lixiviado mediante procedimientos convencionales tales como precipitación como sulfuro, tratamiento con hidróxido o carbonato mezclados, mediante extracción con disolvente, procedimientos de intercambio iónico u otras rutas de procesamiento metalúrgico conocidas para extraer y separar el níquel y cobalto.

Ejemplos

Ejemplo comparativo 1

Para comparación, este ejemplo muestra la lixiviación en pilas con agua marina acidificada. Se llevaron a cabo pruebas en un mineral de laterita de una isla de Indonesia. La composición del mineral era de un 30,2% de hierro, un 8,06% de magnesio y un 1,79% de níquel. Se cargaron muestras del mineral hasta una altura de 1,24 m en columnas Perspex transparentes de 100 mm de diámetro, y se trataron con disolución de ácido sulfúrico para imitar la lixiviación en pilas. La disolución de alimentación para las columnas era ácido sulfúrico 100 g/l en agua marina (aproximadamente 27 g/l de cloruro de sodio) para crear la condición de solución salina. Los resultados se indican en la tabla 1.

Tabla 1. Resultados de la lixiviación

| Día | Extracción acumulada | | | |
|-----|--------------------------------------|-------------|-------------|-------------|
| | Conc. de alimentación de ácido (g/l) | Ni (% ext.) | Mg (% ext.) | Fe (% ext.) |
| | 100 | | | |
| 1 | 100 | 2,8 | 1,5 | 0,0 |
| 2 | 100 | 6,8 | 4,0 | 0,1 |
| 3 | 100 | 10,8 | 8,1 | 0,4 |
| 4 | 100 | 14,3 | 12,7 | 1,1 |
| 5 | 100 | 23,3 | 26,7 | 3,1 |
| 6 | 100 | 26,4 | 32,1 | 4,1 |
| 7 | 100 | 29,1 | 36,5 | 5,2 |
| 8 | 100 | 31,8 | 41,0 | 6,3 |
| 9 | 100 | 34,7 | 45,6 | 7,3 |
| 10 | 100 | 41,4 | 56,9 | 10,6 |
| 11 | 100 | 43,0 | 59,7 | 11,6 |
| 12 | 100 | 44,2 | 61,8 | 12,5 |
| 13 | 100 | 45,2 | 63,3 | 13,6 |
| 14 | 100 | 46,0 | 64,6 | 14,6 |
| 15 | 100 | 48,0 | 67,3 | 17,3 |
| 16 | 100 | 48,6 | 68,1 | 18,1 |
| 17 | 100 | 49,4 | 69,1 | 19,3 |
| 18 | 100 | 51,0 | 70,5 | 21,9 |
| 19 | 100 | 52,6 | 72,0 | 24,9 |
| 20 | 100 | 53,7 | 73,1 | 27,0 |
| 21 | 100 | 55,5 | 74,6 | 30,6 |

El tiempo relativamente corto que tardaba la prueba demostró una buena recuperación de níquel a partir de la pila.

Ejemplo 2

Se trituró una muestra de mineral de laterita de Australia de una región árida y se tamizó de modo que la muestra de mineral completa era de menos de 25 mm. El análisis del mineral se indica en la tabla 2.

Tabla 2

| % de Al | % de Ca | % de Co | % de Cr | % de Cu | % de Fe | % de Mg | % de Mn | % de N | % de Pb | % de S | % de Si | % de Ti | % de Zn |
|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|--------|---------|--------|---------|---------|---------|
| 1,72 | 0,164 | 0,093 | 0,555 | <01 | 17,1 | 3,21 | 0,275 | 1,11 | 0,017 | 0,168 | 24,6 | 0,097 | 0,021 |

5 Se establecieron ocho columnas (100 mm de diámetro X 1,86 m de alto) que contenían aproximadamente 10 kg de mineral aglomerado para simular la lixiviación en pilas y para someter a prueba la cinética de lixiviación de sistemas de tanto ácido clorhídrico como sulfúrico.

10 Para constituir la disolución de lixiviación, se preparó una disolución hipersalina sintética para simular la salmuera subterránea en la zona del cuerpo de mineral. La concentración de la disolución hipersalina era de 140.000 ppm de sólidos disueltos totales, incluyendo 129 g/l de cloruro de sodio. La tabla 3 resume las condiciones para cada columna.

Tabla 3 Condiciones de las columnas de prueba

15

| Número de columna de prueba | Ácido de aglom. | kg de de ácido por tonelada de mineral seco | % de CaF ₂ | Ácido de alimentación | Conc. de ácido de alimentación | Flujo l/m ² /h |
|-----------------------------|--|---|-----------------------|--|--------------------------------|---------------------------|
| BCL2 | HCl | 40,1 | 0 | HCl+salmuera | 0,8 M | 5 |
| BLC3 | HCl+salmuera | 51,3 | 5 | HCl+salmuera | 0,8 M | 5 |
| BLC4 | HCl+salmuera | 48,2 | 5 | HCl+salmuera | 3,0 M | 5 |
| BLS2 | H ₂ SO ₄ +Salmuera | 50 | 0 | H ₂ SO ₄ +Salmuera | 40 g/l | 5 |
| BLS3 | H ₂ SO ₄ +Salmuera | 50 | 5 | H ₂ SO ₄ +Salmuera | 40 g/l | 5 |
| BLS5 | H ₂ SO ₄ | 50 | 5 | H ₂ SO ₄ | 40 g/l | 5 |

Los resultados de las pruebas se indican en la tabla 4.

Tabla 4 Datos de extracción

20

| Número de columna de prueba | Días de funcionamiento | % de extracción de níquel | % de extracción de cobalto | % de extracción de hierro | kg de ácido por tonelada de mineral |
|-----------------------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------|-------------------------------------|
| BCL2 | 53 | 35,33 | 31,36 | 28,5 | 198 |
| BLC3 | 36 | 38,92 | 29,05 | 22,69 | 179 |
| BLC4 | 27 | 61,65 | 92,14 | 53,25 | 413 |
| BLS2 | 79 | 64,74 | 30,89 | 45,5 | 375 |
| BLS3 | 67 | 42,33 | 25,03 | 26,24 | 274 |
| BLS5 | 18 | 14,80 | 20,13 | 7,45 | 131 |

25 La cinética de lixiviación para ácido clorhídrico era claramente mejor que para ácido sulfúrico. La figura 1 indica que la lixiviación de níquel era mejor cuando se utilizaba agua hipersalina (prueba BLS3) junto con ácido sulfúrico, que cuando se utilizaba sólo ácido sulfúrico (prueba BLS5). Los resultados también muestran una recuperación de níquel mejorada (BLC4 y BLS2) que cuando se utilizó agua marina en el ejemplo 1.

Ejemplo 3

30 Basándose en la prueba BLS2 en el ejemplo 2 (la columna pionera), se estableció una operación en pilas de planta piloto. La planta piloto consistía en una columna de lixiviación en pilas de carga de 762 kg (0,93 m de diámetro x 2,48 de alto) y se llenó una unidad de intercambio iónico piloto ISEP con 30 litros de resina de intercambio iónico Dow 4195 para la recuperación de níquel y cobalto. Las condiciones de aglomeración se explican resumidamente en la tabla 5. El flujo de percolación era de 5 litros/m²/h que correspondía a una velocidad de flujo de 80 litros al día.

35 Tabla 5: Condiciones de aglomeración en pilas a gran escala

| Masa de mineral seco (kg) | % de humedad del mineral | kg de H ₂ SO ₄ /T de mineral | Salmuera (litros/T) |
|---------------------------|--------------------------|--|---------------------|
| 762 | 27 | 54,4 | 106,5 |

40 La extracción de níquel para la columna pionera de 100 mm era de un 62% y de un 30% para el cobalto a lo largo de un periodo de 74 días con el consumo de ácido a 366 kg/t de mineral. La extracción para la pila piloto de 762 kg era de un 29,6% para el níquel y de un 17,0% para el cobalto a lo largo de un periodo de 53 días con un consumo de ácido de 181,8 kg/t de mineral. La figura 2 muestra que estas dos columnas presentan tendencias/cinéticas similares

para la lixiviación de níquel y cobalto. Se esperaría que la columna de planta piloto tuviese una extracción de níquel de aproximadamente un 60% tras tres meses con el consumo de ácido (incluyendo el ácido utilizado en la aglomeración) de 350 kg/t de mineral.

5 La tabla 6 resume los datos de lixiviación tras 53 días de lixiviación

Tabla 6

| | % de extracción | | | Concentración (g/l) | | | Volumen de lixiviado (litros) | kg/t de H ₂ SO ₄ consumido |
|--------------------------|-----------------|------|------|---------------------|-------|------|-------------------------------|--|
| | Ni | Co | Fe | Ni | Co | Fe | | |
| Promedio hasta el día 53 | 29,6 | 17,0 | 14,7 | 0,65 | 0,028 | 5,62 | 4072 | 181,8 |
| Día 53 | | | | 0,40 | 0,017 | 4,95 | | |

- 10 Se encontró que la concentración promedio de níquel y cobalto en el lixiviado en pilas a lo largo de un periodo de 53 días era de 0,5 g/l de Ni y 30 mg/l de Co. Tal como se encontró en las pruebas de la columna pionera, se encontró que la extracción de cobalto en relación con la extracción de níquel era relativamente baja. Esto puede atribuirse probablemente a una transferencia de masa dentro de los aglomerados, bajas velocidades de difusión a escala microscópica y macroscópica, y canalización dentro de la columna en la que partes sustanciales no están lixiviándose. En la investigación mineralógica, se encontró que el cobalto estaba asociado con asbolano que puede ser difícil de lixiviar con ácido sulfúrico. La formación de yeso durante la lixiviación puede radicar en el asbolano, ralentizando por tanto la cinética de lixiviación del cobalto. En todos los ejemplos, la extracción de níquel seguía aumentando a una velocidad casi lineal.
- 15
- 20 Este ejemplo demuestra que pueden utilizarse satisfactoriamente agua hipersalina o solución salina complementada con ácido en la lixiviación en pilas de lateritas para recuperar níquel y cobalto.

25 La descripción anterior pretende ser ilustrativa de la forma de realización preferida de la presente invención. Los expertos en la materia deben entender que pueden hacerse muchas variaciones o alteraciones sin apartarse del espíritu de la invención.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la recuperación de níquel y cobalto a partir de un mineral de óxido níquelífero mediante lixiviación en pilas, incluyendo el procedimiento las etapas siguientes:
- 10 a) formar el mineral de óxido níquelífero en una o más pilas;
- b) lixiviar la pila de mineral con una disolución de lixiviación, incluyendo la disolución de lixiviación un agua hipersalina complementada con ácido sulfúrico como lixiviante, proviniendo el agua hipersalina de al menos una de entre salmuera de superficie, salmuera subterránea o agua marina concentrada y presentando una concentración de ion cloruro comprendida entre 30 g/l y 120 g/l; y
- c) recuperar el níquel y el cobalto del lixiviado en pilas resultante.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el componente de sólidos principal del agua hipersalina es cloruro de sodio.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el mineral de óxido níquelífero es sustancialmente laterita.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el agua hipersalina presenta una concentración de sólidos disueltos totales comprendida entre 50 y 200 g/l.
5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el agua hipersalina presenta una concentración de sólidos disueltos totales comprendida entre 129 g/l y 200 g/l.
- 25 6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el mineral se tritura hasta alcanzar un tamaño de menos de 25 milímetros y a continuación, se aglomera convirtiendo las partículas finas de tipo arcilla en gránulos o partículas de mayor tamaño antes de formar una o más pilas de mineral.
- 30 7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que se utiliza ácido sulfúrico concentrado para aglomerar el mineral triturado.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en el que el agua hipersalina utilizada para la disolución de lixiviación se utiliza para todos los requisitos de agua en el procedimiento de aglomeración.
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la disolución de lixiviación se complementa con una o más corrientes de ácido, a partir de fuentes asociadas con el procedimiento de recuperación de níquel y cobalto.
- 40 10. Procedimiento según la reivindicación 9, en el que las corrientes de ácido incluyen:
- a) el refinado reciclado reducido en níquel de una etapa de intercambio iónico de níquel o procedimiento de extracción con disolvente aguas abajo, y/o
- 45 b) el lixiviado ácido que contiene al menos níquel, cobalto y hierro de un procedimiento de lixiviación con ácido a alta presión o a presión atmosférica de minerales de óxido níquelífero, o una combinación de los mismos; y/o
- c) el lixiviado ácido de la lixiviación a presión atmosférica o lixiviación a presión oxidativa de un concentrado o mineral de sulfuro de níquel.
- 50 11. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se forman al menos dos pilas y se disponen como pila primaria y secundaria, incluyendo el procedimiento las etapas siguientes:
- a) añadir la disolución de lixiviación a la pila secundaria para producir un licor de producto intermedio; y
- 55 b) añadir el licor de producto intermedio a la pila primaria para lixiviar la pila primaria en un procedimiento en contracorriente, y producir un licor de producto rico en níquel y cobalto.
- 60 12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que la pila secundaria se reduce en níquel, se desecha y la pila primaria se convierte en la pila secundaria, y se forma una nueva pila de mineral y se convierte en la pila primaria.
13. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se mezcla un compuesto que contiene fluoruro que genera ácido fluorhídrico con el mineral antes de preparar la pila de mineral para lixiviar o se añade a la disolución de lixiviación antes de aplicar la disolución de lixiviación a la pila de mineral.
- 65 14. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que se añade el compuesto que contiene fluoruro al mineral durante o antes de la etapa de aglomeración, o cuando el mineral está dispuesto en una o más pilas.

15. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que se añade el compuesto que contiene fluoruro en una cantidad comprendida entre 1% y 5% en peso del contenido en mineral total.
- 5 16. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que el compuesto que contiene fluoruro es fluorita.
17. Procedimiento según la reivindicación 16, en el que se añade de aproximadamente el 1% al 5% en peso del contenido en mineral total de fluorita al mineral durante o antes de la etapa de aglomeración.
- 10 18. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se recuperan el níquel y el cobalto del lixiviado mediante precipitación como sulfuro, hidróxido o carbonato; o mediante procedimientos de extracción con disolvente o de intercambio iónico.

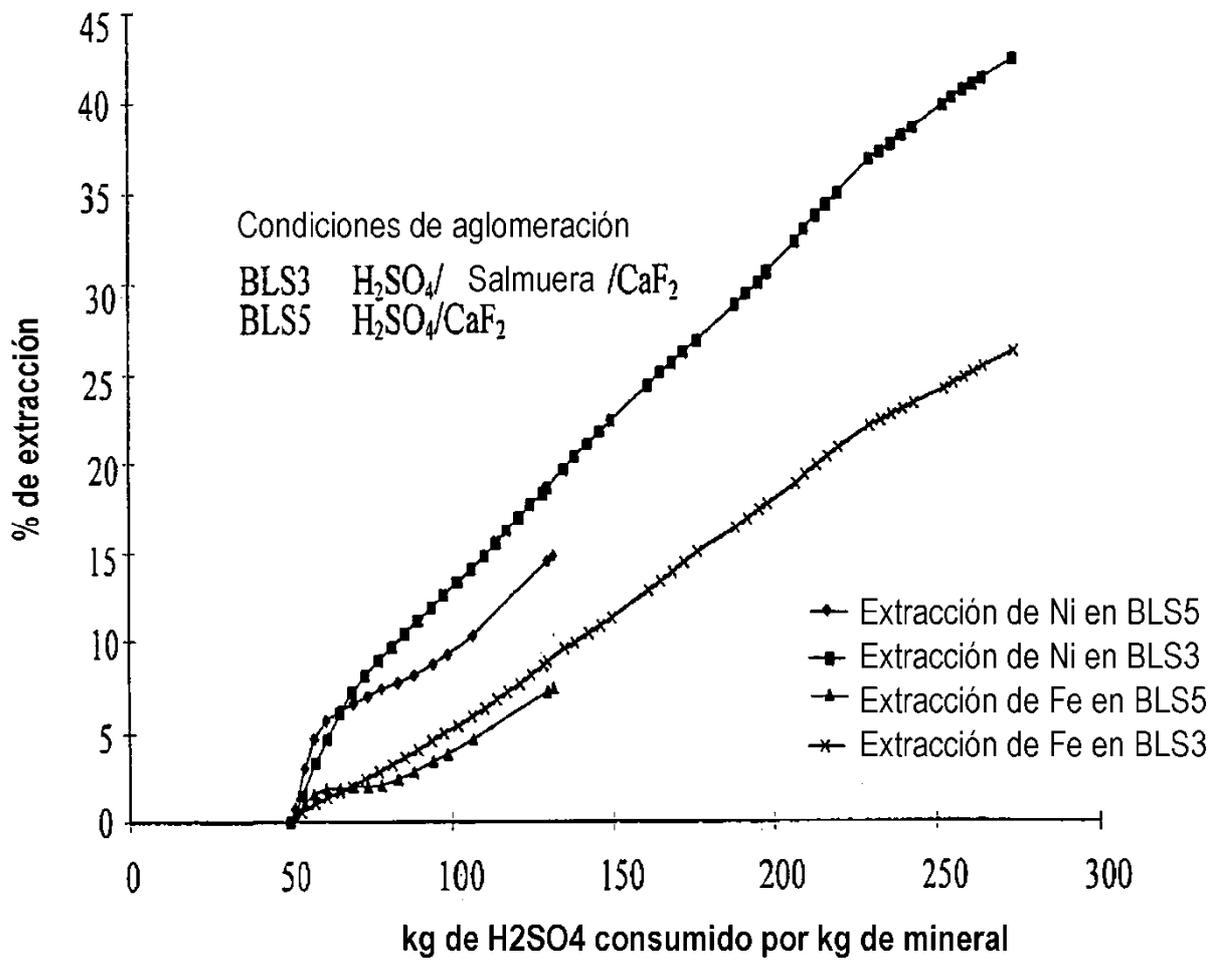


Fig. 1

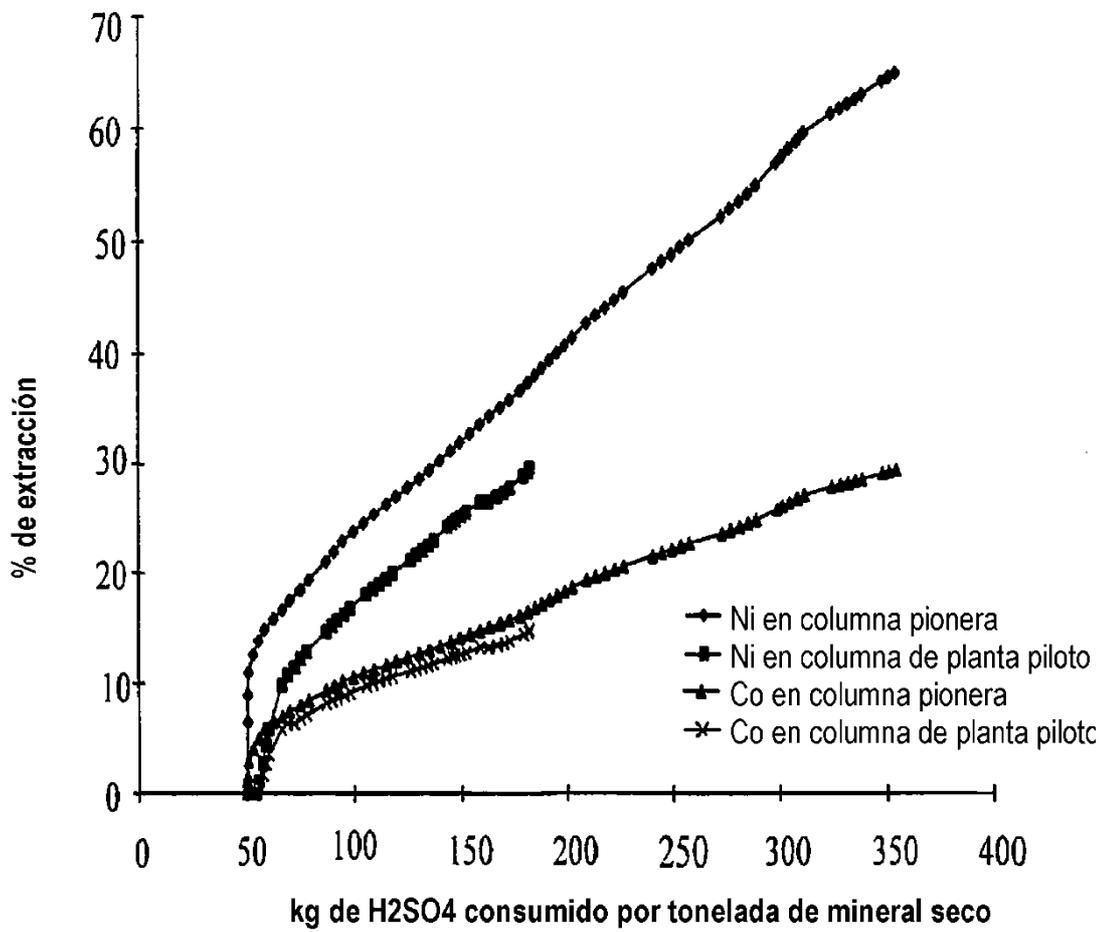


Fig 2