

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 406 954**

51 Int. Cl.:

C22B 3/04 (2006.01)

C22B 3/14 (2006.01)

C22B 23/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.04.2004** **E 04726372 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2013** **EP 1613785**

54 Título: **Lixiviación amoniacal reductora de materiales que contienen níquel y cobalto**

30 Prioridad:

11.04.2003 AU 2003901727

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

10.06.2013

73 Titular/es:

**BHP BILLITON SSM DEVELOPMENT PTY LTD
(100.0%)**

**City Square Brookfield Place Level 42, 125-137 St
Georges Terrace
Perth, WA 6000, AU**

72 Inventor/es:

**ANDERSON, PETER, ALLAN;
FISHER, MARK;
FITTOCK, JOHN, ERNEST;
HULTGREN, VICTORIA, MARGARET;
JONES, ERIN, MAREE;
MESSENGER, ROBERT, BRUCE y
MORONEY, ADAM, SEAN**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 406 954 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

Lixiviación amoniacal reductora de materiales que contienen níquel y cobalto.

La invención proporciona un procedimiento mejorado de disolución de materiales de níquel y cobalto en sistemas de lixiviación amoniacales mediante la adición de agentes reductores. Más específicamente, describe un procedimiento mejorado de lixiviación de materiales de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixtos en disoluciones de amoniaco-carbonato de amonio con la adición de un sulfuro de cobalto o sulfuro de cobalto/níquel mixto como reductor. Preferentemente, este procedimiento se aplica a la recuperación de níquel y cobalto de un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto.

Antecedentes de la invención

A menudo se producen carbonatos, carbonatos básicos, sulfatos básicos o hidróxidos de níquel/cobalto mixtos impuros como productos intermedios, como una etapa en la extracción de níquel y cobalto a partir de sus menas. A continuación se lixivian estos productos intermedios, selectivamente cuando sea posible para minimizar las impurezas, y las disoluciones resultantes se tratan en una variedad de procedimientos de separación para producir níquel refinado y cobalto refinado. Se conoce bien la lixiviación en disoluciones amoniacales y se utiliza comercialmente.

Se describe un procedimiento para tratar un precipitado de hidróxido de níquel/cobalto mixto producido a partir de la lixiviación ácida a presión de mena de laterita por Simmons *et al.* en la patente canadiense n.º 618826, en la que el precipitado de hidróxido mixto puede volver a lixiviarse en hidróxido de amonio, carbonato de amonio o sulfato de amonio solos o en combinación.

Se conoce un procedimiento para la recuperación de Ni y/o Co mediante la lixiviación con la disolución amoniacal de carbonato de amonio con la adición de hidroxilamina a partir de las patentes US n.º 388 966 y US n.º 4 322 390.

El procedimiento desarrollado por el proyecto Cawse Nickel en Australia Occidental se describió en un artículo presentado en Nickel/Cobalt 97, Canadá. El artículo describe el procedimiento para extraer níquel y cobalto de mena de laterita mediante la lixiviación ácida a presión y describe la redisolución de los hidróxidos de níquel y cobalto producidos como producto intermedio sometiendo a una lixiviación con amoniaco, que describe como "tecnología comprobada".

La utilización de disoluciones amoniacales para volver a lixiviar el hidróxido de níquel/cobalto mixto presenta la ventaja de que es selectiva para extraer preferentemente níquel y cobalto, dejando atrás impurezas tales como hierro, manganeso y magnesio. Sin embargo presenta la desventaja de que no extrae todo el níquel y cobalto de los hidróxidos, dejando atrás un residuo que es rico en los dos metales.

Esto no constituye un problema principal en un emplazamiento de planta en el que se procesa la mena completamente hasta los productos refinados de níquel y cobalto finales en una ubicación, ya que el residuo rico en níquel y cobalto de la etapa de nueva lixiviación puede recircularse a la etapa de tratamiento de mena inicial para recuperar la mayoría de la cantidad aprovechable de metales. Un ejemplo de esto se ha utilizado en una operación comercial en Australia, en la que el residuo con alto contenido en níquel y cobalto de una lixiviación poco eficaz de un hidróxido de níquel/cobalto mixto en una disolución de carbonato de amonio en amoniaco se recirculó a la fase de lixiviación de mena primaria para lograr una eficacia de recuperación de metal aceptable.

Sin embargo, hidróxidos, carbonatos, carbonatos básicos o sulfatos básicos de níquel/cobalto mixtos impuros pueden enviarse como productos intermedios concentrados para procesarse en otro emplazamiento, sin instalaciones para recircular el residuo. Los hidróxidos de níquel y cobalto mixtos también muestran una tendencia a "envejecer" tras una precipitación inicial durante el procedimiento de almacenamiento y transporte mediante procesos asociados con la oxidación o recristalización, aumentando la dificultad de disolución y aumentando la cantidad de níquel y cobalto que permanece en el residuo de lixiviación. Entonces la disolución incompleta de níquel y cobalto en la disolución amoniacal en estas situaciones necesita una etapa de tratamiento cara adicional o da como resultado una pérdida de producto valioso.

La utilización de reductores para mejorar la recuperación de metal en sistemas de lixiviación amoniacales se notifica en la bibliografía y se han propuesto diversos esquemas para recuperar cantidades aprovechables de metales (principalmente níquel, cobalto y cobre) de nódulos oceánicos de óxido de manganeso.

Steemson en un artículo presentado en el Alta Nickel/Cobalt Pressure Leaching and Hydrometallurgy Forum (1999) en Perth describió la aplicación de lixiviación reductora, utilizando dióxido de azufre, para la recuperación de níquel y cobalto de un hidróxido mixto en un medio de amoniaco/sulfato de amonio, como parte del proyecto Ramu. De nuevo en este procedimiento, cualquier residuo no lixiviado puede recircularse a la fase de lixiviación de mena para recuperación de níquel y cobalto.

Los procedimientos de la técnica anterior no proporcionan una recuperación completa y económica de níquel y cobalto de un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto.

Además los inventores han identificado dos mecanismos de envejecimiento diferentes que funcionan en particular, cuando se almacenan hidróxidos de níquel/cobalto mixtos brutos durante periodos prolongados. El primer procedimiento de envejecimiento es oxidativo y afecta principalmente a la redisolución de cobalto y se supera en gran parte mediante la utilización de un reductor en la solución de lixiviación amoniacal. El segundo mecanismo de "envejecimiento" afecta al níquel y parece estar asociado con los procedimientos de precipitación conjunta y/o

recristalización dentro del sólido.

Una mejora con respecto a la técnica anterior sería por tanto lograr una disolución y por tanto recuperación de níquel y cobalto más completa de un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto durante el procedimiento de lixiviación en una disolución amoniacal de carbonato de amonio, superando cualquier efecto de envejecimiento del material, mientras se minimiza la nueva lixiviación de impurezas y se minimizan los costes de reactivos. Una característica deseada de la presente invención es proporcionar un procedimiento que logra mejoras en la recuperación de níquel y/o cobalto de material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto.

La discusión de los antecedentes de la invención en la presente memoria se incluye para explicar el contexto de la invención. No debe considerarse como una admisión de que ninguno de los materiales a los que se hace referencia estaba publicado, se conocía o formaba parte del conocimiento general común en Australia en la fecha de prioridad de cualquiera de las reivindicaciones.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones de la memoria descriptiva no se pretende que la palabra "comprender" y variaciones de la palabra, tales como "que comprende" y "comprende", excluya otros aditivos, componentes, enteros o etapas.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de lixiviación de níquel y cobalto de un material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto en una disolución amoniacal de carbonato de amonio junto con un reductor. El reductor se selecciona de entre un sulfuro de cobalto/níquel mixto o un sulfuro de cobalto.

El material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto en el procedimiento será generalmente un producto intermedio producido en un procedimiento de recuperación de níquel y cobalto. Mientras que el procedimiento de la invención se ha descrito con referencia a la recuperación de níquel y/o cobalto de un material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto, el procedimiento es aplicable particularmente a la recuperación de níquel y cobalto de un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto, pero puede variar, dependiendo de la disponibilidad del material de partida.

En una realización, la presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de níquel y/o cobalto de un material de níquel/cobalto mixto que incluye las etapas de:

- a) proporcionar un material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto; y
- b) poner en contacto el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio y un reductor en una etapa de lixiviación de níquel y/o cobalto;

en el que el reductor se selecciona de un sulfuro de cobalto/níquel mixto o sulfuro de cobalto.

El material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto se selecciona preferentemente de un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto. Lo más preferentemente, el material de níquel/cobalto mixto es un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto.

Esta realización preferida consiste generalmente en poner en contacto el material de hidróxido con una disolución amoniacal de carbonato de amonio y un reductor. Preferentemente, la mezcla de reacción se agita y se calienta hasta una temperatura de entre 30 y 90°C y tiene lugar a presión atmosférica o a presión elevada. Preferentemente tras un periodo anaerobio inicial de al menos 10 minutos, se inyecta aire o un gas que contiene oxígeno en la mezcla.

La mezcla se agita durante un tiempo de residencia de entre 30 minutos y doce horas, preferentemente desde aproximadamente 1 hora hasta 6 horas. Puede inyectarse aire o gas que contiene oxígeno tras un periodo anaerobio de agitación de desde 10 minutos hasta 4 horas.

Tras la agitación, se separa el residuo (que contiene hidróxidos de níquel, cobalto, magnesio y manganeso sin disolver) de la disolución de amina de níquel/cobalto (disolución de producto).

La disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación comprende preferentemente desde aproximadamente el 8 hasta el 16% en peso de amoniaco y aproximadamente del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono. Esta disolución de lixiviación también puede incluir niveles bajos de níquel y cobalto disueltos, por ejemplo, del 0,5 al 1,5% en peso de níquel y del 0,02 al 0,2% en peso de cobalto. Preferentemente; la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación utilizada es la solución de procedimiento de una disolución de níquel y cobalto producido por una planta de procedimiento Caron o planta de procedimiento de tipo Caron modificado, en la que una mena de laterita de níquel reducida se lixivia en una disolución amoniacal de carbonato de amonio. Si se utiliza una disolución amoniacal de carbonato de amonio de este tipo, la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio contendrá algo de níquel y/o cobalto en disolución.

El reductor preferido es un sulfuro de cobalto/níquel mixto. Como realización alternativa de la invención, el sulfuro de cobalto/níquel mixto se produce como parte del procedimiento de reacción. En esta realización, se trata una disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene níquel/cobalto con sulfhidrato de amonio o sulfhidrato de sodio para producir un precipitado sólido de sulfuro de cobalto/níquel mixto. La disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene níquel/cobalto puede ser la solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron (es decir la solución de procedimiento de lixiviar una mena de laterita reducida con una disolución amoniacal de carbonato de amonio) o una parte de cualquier solución de procedimiento que contiene níquel/cobalto, por ejemplo, el desbordamiento de un espesante de lavado de escoria que contendrá una solución y cobalto.

Entonces se utiliza el sulfuro de cobalto/níquel mixto precipitado como reductor junto con la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación para lixiviar el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto según el procedimiento de la presente invención.

Alternativamente, puede producirse sulfuro de cobalto en vez de un sulfuro de cobalto/níquel mixto, dependiendo de las concentraciones de níquel y cobalto en la disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene níquel/cobalto. El níquel y/o cobalto en el sulfuro de cobalto/níquel (o sulfuro de cobalto) también puede lixiviarse junto con el níquel y cobalto presente en el material durante la etapa de lixiviación.

El procedimiento puede incluir etapas de lixiviación adicionales para mejorar la recuperación del níquel y cobalto, en el que al menos una etapa de lixiviación se realiza con una combinación de una disolución amoniacal de carbonato de amonio y un reductor.

Por consiguiente, en una realización adicional, la presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de níquel y/o cobalto de un material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto en el que la etapa de lixiviación incluye;

i) una etapa de lixiviación primaria en la que el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto se pone en contacto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación para producir una disolución de producto y un residuo;

ii) separar el residuo de la disolución de producto; y

iii) una etapa de lixiviación secundaria en la que el residuo se pone en contacto con disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva y un reductor para producir una disolución de producto secundaria que contiene níquel y cobalto disueltos y un residuo de lixiviación secundario;

en el que el reductor se selecciona de un sulfuro de cobalto/níquel mixto o sulfuro de cobalto.

El material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto se selecciona preferentemente de un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto. Lo más preferentemente, el material de níquel/cobalto mixto es un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto.

El residuo de la etapa de lixiviación primaria contendrá algo de níquel y cobalto. Para lograr una mejora en la recuperación de níquel y/o cobalto en este procedimiento de lixiviación de dos fases, el residuo de la etapa de lixiviación primaria se vuelve lixiviar en una etapa de lixiviación secundaria, esta vez con la adición de un reductor a la suspensión de lixiviación. Entonces se separa el residuo de la etapa de lixiviación secundaria de la disolución de producto secundaria. El níquel y cobalto disueltos pueden recuperarse de la disolución de producto secundaria en esta fase o preferentemente la disolución de producto secundaria se devuelve y combina con la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación para la etapa de lixiviación primaria. La disolución de producto enriquecida que sigue a esta etapa de lixiviación secundaria se envía a continuación para el procesamiento de separar y recuperar el níquel y cobalto. El residuo puede devolverse a la fase de calcinación y lixiviación de mena de la planta o desecharse.

Alternativamente, en aún una realización adicional, el residuo puede someterse a una tercera etapa de lixiviación postreductora mediante la cual el residuo de la etapa de lixiviación secundaria se somete a contacto prolongado con una disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio. Preferentemente la disolución amoniacal de carbonato de amonio contiene del 8 al 16% en peso de amoniaco, del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono, del 0 al 1,0% en peso de níquel y del 0 al 0,1% en peso de cobalto.

Se ha encontrado que puede lograrse una recuperación de níquel y cobalto mejor sometiendo el residuo de la etapa de lixiviación secundaria (o reductora) a contacto prolongado con una disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio. Las etapas preferidas en el procedimiento de lixiviación de dos (o alternativamente tres) fases son las siguientes:

1. Poner en contacto el material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación en una etapa de lixiviación primaria. La disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación puede contener níquel y cobalto de operaciones de lixiviación previas por ejemplo, la solución de producto de un procedimiento Caron en la lixiviación de menas de laterita. La disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación incluye preferentemente del 8 al 16% en peso de amoniaco, del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono, del 0,5 al 1,5% en peso de níquel y del 0,02 al 0,2% en peso de cobalto. A continuación se agita la mezcla preferentemente durante un periodo de desde 30 minutos hasta 12 horas y se trata a una temperatura de aproximadamente 30° a 90°C a presión atmosférica o presión elevada. Puede inyectarse aire o un gas que contiene oxígeno durante esta etapa de lixiviación primaria;

2. Separar el residuo (que contiene óxidos y/o hidróxidos de níquel, cobalto, magnesio y manganeso no disueltos) de la disolución de producto de amina de níquel/cobalto;

3. Poner en contacto el residuo de la etapa de lixiviación primaria con disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva y un reductor en una etapa de lixiviación secundaria o reductora. La disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva puede contener ventajosamente concentraciones relativamente bajas de níquel y cobalto disueltos y una concentración relativamente alta de amoniaco libre. La disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio que no se ha utilizado en la lixiviación de mena de laterita puede utilizarse en esta etapa, de modo que generalmente hay menos níquel y cobalto presentes en esta disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva que en la etapa de lixiviación primaria. Se ha encontrado que esto es beneficioso para la lixiviación más eficaz de níquel y cobalto. La disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva contiene preferentemente del 8 al 16% en peso de amoniaco y del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono con sólo cantidades traza de níquel y cobalto.

4. A continuación se agita la mezcla y si se está utilizando un reductor de sulfuro, tras un periodo anaerobio inicial de al menos 10 minutos y de hasta 4 horas, se agita entonces la mezcla con inyección de aire o un gas que contiene oxígeno. El periodo de agitación total es durante un periodo de tiempo similar y en condiciones similares a las de la etapa de lixiviación primaria;

5. Separar el residuo de la lixiviación secundaria de la disolución de producto resultante y a continuación devolver la disolución de producto a la fase de lixiviación primaria mezclando la disolución de producto con la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación. El residuo de la etapa de lixiviación secundaria se somete opcionalmente a contacto prolongado con líquido amoniacal concentrado de carbonato de amonio para potenciar adicionalmente la recuperación de níquel y cobalto. El residuo tras este contacto prolongado con la disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio se separa y se descarta mientras que la disolución de producto enriquecida se envía para su procesamiento adicional para separar el cobalto y el níquel.

Es posible, dependiendo del grado de "envejecimiento" y composición del material de alimentación de níquel, cobalto o níquel/cobalto, que el residuo de la fase lixiviación secundaria presente poca masa y presente poco o ningún contenido en níquel y cobalto y no requerirá una tercera fase de lixiviación. En este caso el procedimiento de lixiviación preferido presentará dos fases de lixiviación, la segunda fase en presencia del reductor.

Una característica del procedimiento de la invención independientemente del número de etapas de lixiviación, es la utilización de un sulfuro de cobalto/níquel mixto o sulfuro de cobalto como reductor. Lo más preferentemente, se utiliza un sulfuro de cobalto/níquel mixto como reductor. Un sulfuro de cobalto/níquel mixto presenta la ventaja de que puede producirse simplemente a partir de disoluciones amoniacaes de carbonato de amonio que contienen níquel/cobalto mediante la adición de sulfhidrato de amonio o sulfhidrato de sodio. La composición de sulfuro de cobalto o sulfuro de cobalto/níquel mixto depende de las concentraciones de níquel y/o cobalto en las disoluciones de lixiviación amoniacaes de carbonato de amonio que contienen níquel/cobalto y la temperatura, procedimiento y razón de adición del agente de sulfuración.

La disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene níquel/cobalto puede ser una parte de la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación y puede ser la solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron. Como alternativa, una parte de la solución de procedimiento que contiene níquel/cobalto

seleccionado, tal como la disolución de producto del procedimiento de lixiviación o el desbordamiento de un espesante de lavado de escoria, puede utilizarse para la preparación del reductor de sulfuro de cobalto/níquel mixto de esta manera.

- 5 El sulfuro de cobalto/níquel mixto también es significativamente más barato que la hidroxilamina para utilizarse como reductor y minimiza la introducción de productos químicos adicionales al procedimiento de lixiviación.

10 Normalmente, el procedimiento de la presente invención es útil en el procedimiento de recuperación de níquel y cobalto en el que es necesario recuperar níquel y cobalto de mena de laterita reducida mediante lixiviación en disolución amoniacal de carbonato de amonio, tal como en el procedimiento Caron o un procedimiento Caron modificado. Se contempla que el procedimiento de la presente invención puede integrarse en un procedimiento de este tipo, en el que las cantidades aprovechables de metales de productos intermedios de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixtos deben recuperarse en el procedimiento.

15 El procedimiento de la presente invención también es útil en el procedimiento de recuperación de níquel y cobalto en el que es necesario recuperar níquel y cobalto de mena de laterita utilizando un procedimiento de lixiviación ácida. Se contempla que el procedimiento de la presente invención puede integrarse en un procedimiento de este tipo, en el que se recuperan níquel y cobalto de la solución de producto de lixiviación ácida como producto de hidróxido de níquel/cobalto mixto y se redisuelve en disoluciones amoniacaes de carbonato de amonio. En un procedimiento de este tipo, la recuperación mejorada de cantidades aprovechables de metales utilizando la presente invención minimizará la recirculación de níquel y cobalto a la sección de tratamiento de mena, reduciendo el coste de procesamiento y mejorando las eficacias operacionales.

25 El procedimiento de la presente invención, que incluye preferentemente cualquiera de una lixiviación reductora de fase primaria, secundaria o terciaria para disolver un precipitado de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto en disoluciones amoniacaes de carbonato de amonio, utilizando hidroxilamina o un sulfuro de cobalto/níquel mixto como reductor, presenta diversas ventajas con respecto al procedimiento de lixiviación oxidativa convencional para la recuperación de níquel y cobalto.

30 Una ventaja particular es que la recuperación en disolución de níquel y cobalto es significativamente mayor utilizando el procedimiento de lixiviación reductora. Esto es particularmente importante cuando el material que contiene níquel y/o cobalto debe procesarse en una ubicación remota de la etapa de procesamiento de mena original, en la que el residuo de lixiviación que contiene níquel y cobalto no recuperados por tanto no puede volver a procesarse con la alimentación de mena. También es útil cuando el material que contiene níquel y/o cobalto debe procesarse *in situ*, ya que la lixiviación reductora minimiza la cantidad de residuo que puede recircularse al procesamiento de mena, minimizando por tanto las ineficacias y los costes del procedimiento.

40 Una ventaja adicional es que el sulfuro de cobalto/níquel mixto utilizado como reductor es particularmente fácil de producir en el procedimiento y es susceptible de reabsorberse en el procedimiento, ya que contiene los dos metales que deben recuperarse. Esto es particularmente útil cuando el procedimiento que recibe el hidróxido mixto es el procedimiento amoniacal de carbonato de amonio Caron, en el que se produce fácilmente un sulfuro de cobalto/níquel mixto, normalmente mediante la adición de sulfhidrato de amonio o sulfhidrato de sodio a cualquiera de las corrientes de procedimiento que contienen níquel y cobalto.

45 Una ventaja adicional es que el procedimiento de disolución elimina las impurezas tales como manganeso, magnesio e hierro que pueden estar presentes en el producto intermedio que contiene níquel y/o cobalto, ya que se eliminan de la disolución de líquido de producto enriquecido.

50 Una ventaja adicional, que es particularmente útil en el procedimiento Caron, es que la producción del reductor de sulfuro de cobalto/níquel mixto mediante el tratamiento de una corriente de procedimiento a partir del circuito de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio con sulfhidrato de amonio, presenta el efecto de reducir el contenido en cobalto de la corriente de procedimiento, lo que mejora la lixiviación de cobalto en la fase de lixiviación de mena y aumenta la recuperación de cobalto global del procedimiento.

55 Una ventaja adicional, que es particularmente útil en el procedimiento Caron, es que las propiedades físicas del residuo producido a partir de una lixiviación reductora son mejores que las del residuo producido a partir de una lixiviación no reductora, porque el residuo de lixiviación reductora presenta características de sedimentación y filtración mejoradas, lo que permite una separación más eficaz y económica del residuo de la disolución de producto de lixiviación.

60 Ahora se describirá la invención con referencia a los dibujos y ejemplos adjuntos. Los dibujos y ejemplos son ilustrativos de realizaciones preferidas de la invención, y el alcance de la invención no debe considerarse limitado a las mismas.

Descripción detallada de los dibujos adjuntos

Se describe un procedimiento de recuperación de níquel y cobalto que integra el procedimiento de la presente invención mediante referencia a la figura 1, que es un diagrama de flujo de la lixiviación de fase única, y la figura 2, que es un diagrama de flujo que describe la lixiviación de dos y tres fases. Ambos diagramas de flujo describen la utilización de un sulfuro de cobalto/níquel mixto como reductor en el procedimiento de lixiviación.

El procedimiento descrito en la figura 1 ilustra la aplicación la lixiviación reductora de fase única al procedimiento Caron. Las operaciones 1 a 4 indican una forma abreviada del procedimiento Caron. Se reduce la mena de níquel de laterita (1) y después se lixivia mediante una disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio (2) en la planta de lixiviación por aeración para producir una escoria (36) de mena y una solución de procedimiento (4). La disolución amoniacal de carbonato de amonio puede ser la solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron y como tal contiene algo de níquel y cobalto. La solución de procedimiento (4) es la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación del procedimiento de la presente invención. La disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación contiene normalmente el 8-16% de amoniaco, el 4-12% de dióxido de carbono, el 0,5-1,5% de níquel y el 0,02-0,2% de cobalto.

Una parte de la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio que contiene algo de níquel y cobalto se trata con sulfhidrato de amonio (31) (o sulfhidrato de sodio) para producir un precipitado sólido de sulfuro de cobalto/níquel mixto (5). Esto se transfiere como una suspensión (5a) de reductor de sulfuro de cobalto/níquel mixto y se añade, junto con la alimentación de hidróxido de níquel/cobalto mixto (7) y la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio de alimentación (que es la solución de procedimiento (4)). Opcionalmente puede utilizarse un material de carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto en lugar del hidróxido de níquel-cobalto mixto. Se agita la mezcla durante un tiempo de residencia de entre treinta minutos y doce horas a una temperatura de aproximadamente 30°C a 90°C a presión atmosférica o elevada. Opcionalmente, se inyecta aire o un gas que contiene oxígeno en la mezcla tras un periodo de al menos 10 minutos de agitación anaerobia. Preferentemente, se produce una agitación anaerobia de entre aproximadamente 30 minutos y 4 horas.

El níquel y cobalto tanto del hidróxido mixto como del reductor de sulfuro mixto añadido se lixivian en la disolución de producto, junto con algunas impurezas menores en forma de manganeso, magnesio e hierro del hidróxido mixto. La solución de producto enriquecido (25) se separa del residuo (8) y se añade a la solución de procedimiento restante que continúa para un procesamiento adicional (9) para separar el níquel y cobalto y extraerlos de manera separada de la disolución.

La solución de producto enriquecido puede presentar un contenido en níquel de entre 1 gramo por litro y 30 gramos por litro, dependiendo de la naturaleza del procesamiento posterior requerido.

El residuo de lixiviación (8) se rechaza o se recircula a la sección de tratamiento de mena cuando es posible hacerlo.

El procedimiento descrito en la figura 2 ilustra la aplicación de la lixiviación reductora de dos o tres fases al procedimiento Caron. En este procedimiento la mayor parte del níquel y cobalto presentes en el hidróxido de níquel/cobalto mixto (o alternativamente, material de carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto) se disuelve en una fase de lixiviación primaria, dejando una cantidad más pequeña de material para la fase de lixiviación secundaria, que entonces requiere una cantidad más pequeña del reductor de sulfuro mixto mientras permite todavía una razón mayor de reductor con respecto a los metales de residuo que van a disolverse. La disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva utilizada en la lixiviación de segunda fase también contiene concentraciones relativamente bajas de níquel y cobalto, mejorando adicionalmente el procedimiento de disolución para los metales.

Se reduce la mena de níquel de laterita (10) y entonces se lixivia mediante una disolución amoniacal de carbonato de amonio (11) en la planta de lixiviación por aeración para producir una escoria (36) de mena para su eliminación y una disolución de solución de procedimiento (13). La disolución amoniacal de carbonato de amonio (11) puede ser la solución de producto de un procedimiento de tipo Caron y como tal contiene algo de níquel y cobalto. La solución de procedimiento (13) es la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación del procedimiento de la presente invención. La disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación contiene normalmente el 8-16% de amoniaco, el 4-12% de dióxido de carbono, el 0-1,5% de níquel y el 0-0,2% de cobalto, preferentemente el 0-1,0% de níquel y el 0,01% de cobalto.

La alimentación de hidróxido de níquel/cobalto mixto (17) se añade a una mezcla de la solución de procedimiento (13) y la solución de producto de lixiviación secundaria (22) (cuando esté disponible) y se agitan conjuntamente en la fase de lixiviación primaria (16) durante un tiempo de residencia de entre treinta minutos y doce horas para obtener la disolución máxima las cantidades aprovechables de níquel y cobalto. Puede inyectarse aire o un gas que contiene oxígeno durante la fase de lixiviación primaria.

El residuo de la fase de lixiviación primaria (19) está separado del líquido de producto enriquecido (18) y pasa a la fase de lixiviación secundaria (20).

Una parte de la disolución de solución de procedimiento (13), que es una disolución de carbonato de amonio en amoniaco que contiene níquel/cobalto, se trata con sulfhidrato de amonio (o sulfhidrato de sodio) (14) para producir un precipitado sólido de sulfuro de cobalto/níquel mixto (15). Alternativamente, la disolución de carbonato de amonio en amoniaco que contiene níquel/cobalto puede ser una parte de cualquier solución de procedimiento que contiene cobalto/níquel seleccionado tal como el líquido de producto de níquel/cobalto para la separación (24) o el desbordamiento de un espesante de lavado de escoria. Esto se transfiere como reductor de sulfuro de níquel/cobalto mixto (15a) a la fase de lixiviación secundaria en la que se mezcla con el residuo de lixiviación primario (19) y disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva (11a). Esta disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio nueva contiene sólo cantidades aprovechables traza de níquel y cobalto, ya que generalmente no se ha utilizado en la etapa de lixiviación de mena de tipo Caron, lo que ayuda, junto con la presencia del reductor, a obtener una disolución máxima tanto de níquel como de cobalto. La fase de lixiviación secundaria comprende una fase anaerobia inicial, de al menos 10 minutos, y seguida opcionalmente por la aeración de la mezcla con aire o un gas que contiene oxígeno, con un tiempo de residencia total de treinta minutos a doce horas. Las cantidades aprovechables de níquel y cobalto restantes se extraen eficazmente en la lixiviación secundaria en la disolución de producto de lixiviación secundaria (22), que se separa del residuo de lixiviación secundario (21) y se devuelve a la lixiviación primaria.

La solución de producto enriquecido (18) de la lixiviación primaria y la disolución de producto enriquecida (22) de la lixiviación secundaria se añaden a la solución de producto restante (13) que continúa para un procesamiento adicional (24) para separar el níquel y cobalto y extraerlos de manera separada de la disolución.

La solución de producto enriquecido puede presentar un contenido en níquel de entre 1 gramo por litro y 30 gramos por litro, dependiendo de la naturaleza del procesamiento aguas abajo requerido.

El residuo de lixiviación secundario o bien se devuelve a la fase de calcinamiento y lixiviación de la planta o bien se rechaza o bien se envía a la tercera fase de lixiviación según se requiera. En la tercera fase de lixiviación, el residuo se somete a contacto prolongado con una disolución de lixiviación amoniacal concentrada de carbonato de amonio (30) para recuperar níquel y cobalto adicional en una solución de producto. La disolución resultante se separa y continúa para un procesamiento adicional (24) para recuperar el níquel y cobalto. El residuo se enviará generalmente para su eliminación (34).

Ejemplos

Los siguientes ejemplos demuestran la eficacia de la invención.

Ejemplo 1

Se han realizado pruebas con sulfato de hidroxilamina que se utiliza normalmente como reductor, para ilustrar el concepto de lixiviación reductora en disoluciones amoniacaes.

La tabla 1 muestra la disolución de un hidróxido de níquel/cobalto mixto producido comercialmente, en una disolución amoniacal de carbonato de amonio, con y sin adición de sulfato de hidroxilamina.

Tabla 1. Efecto de la adición de hidroxilamina sobre la lixiviación de hidróxido

	Hidróxido mixto de alimentación	Residuo de lixiviación con hidroxilamina	Residuo de lixiviación de control sin reductor
Composición de sólidos			
% de Ni	37,2	2,2	10,3
% de Co	3,8	0,46	2,9
% de Mn	6,8	35,5	35,5
Disolución de Ni (%)		99	96
Disolución de Co (%)		98	90

Composición lixiviante: 93 g/l de NH_3 , 68 g/l de CO_2

Temperatura de lixiviación: 30°C

Tiempo de lixiviación: 45 minutos

Sólidos: equivalente a 10 g de hidróxido seco (4 g de (Ni + Co)/500 ml de lixiviante)

Dosificación de hidroxilamina: 4,50 g de $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ /prueba

La tabla 2 muestra la disolución de un residuo de lixiviación de hidróxido de níquel-cobalto mixto, tras dos fases previas de lixiviación en soluciones amoniacaes de carbonato de amonio.

Tabla 2. Efecto de la adición de hidroxilamina sobre la nueva lixiviación de residuo de lixiviación de hidróxido

	Alimentación	Tras dos lixivaciones iniciales	Tras la nueva lixiviación reductora	Tras la nueva lixiviación de control sin reductor
Lixiviante		Solución de producto Caron, seguido por disolución de lixiviación de mena	Disolución de lixiviación de mena Caron	Disolución de lixiviación de mena Caron
Tiempo de lixiviación (min)			180	180
Temp. de lixiviación (°C)			90	90
Composición de sólidos				
% de Ni	45,4	7,32	3,74	5,38
% de Co	1,62	0,97	0,54	0,77
% de Mn	3,14	12,9	13,0	13,7
% de Mg	3,00	13,9	13,9	14,1
Disolución incremental				
Ni (%)		95,6	50,9	35,4
Co (%)		82,4	46,0	27,8
Mn (%)		6,7	0,3	0,1
Disolución acumulativa				
Ni (%)		95,6	97,8	97,2
Co (%)		82,4	90,5	87,3
Mn (%)		6,7	7,0	6,8

Composición lixiviante: 155 g/l de NH_3 , 105 g/l de CO_2

Tiempo de lixiviación: 180 minutos

Sólidos: 10% p/p (122 g de residuo (base seca)/prueba)

Dosificación de hidroxilamina: 56,2 g de $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ /prueba

La tabla 1 demuestra que la adición de hidroxilamina mejoró la disolución de níquel y cobalto del hidróxido mixto. La tabla 2 demuestra la aplicabilidad de la adición de reductor a la nueva lixiviación de residuos de lixiviación de hidróxido mixto. Esto ofrece una alternativa al reprocesamiento de residuos de lixiviación por medio de la ruta de procesamiento de mena normal.

Los resultados del ensayo de lixiviación sin reductor en la muestra comercial indicaron que la disolución de cobalto del hidróxido mixto disminuyó con el envejecimiento del hidróxido, de acuerdo con las pruebas de lixivialidad en otros hidróxidos (conocido como el efecto de envejecimiento). La adición de reductor (sulfato de hidroxilamina) a la prueba de lixiviación superó el efecto de envejecimiento.

Ejemplo 2

En el siguiente ejemplo, se produjo un sulfuro de cobalto-níquel mixto tratando una solución de producto de procedimiento "Caron" típico con sulfhidrato de amonio para la lixiviación o bien de hidróxido de níquel/cobalto mixto en una lixiviación de fase única o bien del residuo de una lixiviación amoniacal de carbonato de amonio previa de precipitado de hidróxido mixto (MHP) en la lixiviación de dos fases.

Se han sometido a prueba tres casos:

1) una lixiviación de fase única en solución de producto con sulfuro como reductor,

2) lixiviación primaria en solución de producto (sin sulfuro como reductor y sin aeración), seguida por una lixiviación secundaria del residuo de primera fase con el sulfuro mixto como reductor o

3) una lixiviación terciaria/contacto prolongado en disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio.

En o bien la lixiviación de fase única con sulfuro (caso 1) o bien la lixiviación de dos fases con sulfuro (caso 2), la lixiviación de sulfuro consistió en una lixiviación anaerobia de 30 minutos, seguida por una lixiviación aerobia (lograda ésta última mediante burbujeo de oxígeno a 0,25 v/v de oxígeno a presión atmosférica durante 120 minutos o presurización con oxígeno hasta 500 kPag durante 30 minutos en un autoclave de laboratorio). El hidróxido mixto inicial era del suministro comercial y tenía 6 - 8 meses en el momento de las pruebas.

Los resultados se muestran en las tablas 3 y 4.

Tabla 3. Lixiviación de fase única de precipitado de hidróxido mixto (MHP) con reductor de sulfuro mixto

Presión		Oxígeno (atmosférico)		500 kPag de oxígeno	
Prueba		Sin reductor	Reductor	Sin reductor	Reductor
Sulfuro mixto (% p/p) (véase la nota a. a continuación)		0	0,12	0	0,12
Hidróxido mixto (% p/p)		2,9	2,9	2,6	2,8
Lixivante, disolución de lixiviación de mena/solución de producto Caron					
Lixiviación anaerobia (min.)		30	30	30	30
Lixiviación aerobia (min.)		120	120	30	30
Temperatura de lixiviación (°C)		65	65	80	80
Sólidos	MHP inicial	Residuo primario	Residuo primario	Residuo primario	Residuo primario
Ni (%)	38,8	8,19	2,49	8,23	2,12
Co (%)	4,10	3,07	1,10	2,73	1,52
Mn (%)	6,91	32,30	32,08	30,27	32,5
Disolución total (de MHP y reductor de sulfuro)					
Ni (%)		95,1	98,6	95,8	98,8
Co (%)		82,9	95,4	87,1	92,6
Disolución de MHP					
Ni (%)		95,1	98,5	95,8	98,8
Co (%)		82,9	94,1	87,1	90,6

a. Composición de sólidos de reductor, el 17% de Ni, el 29% de Co, el 29% de S.

Tabla 4. Lixiviación reductora de segunda fase de residuo de lixiviación primario con sulfuro mixto

Presión		O ₂ (atmosférico)		500 kPag de O ₂	
Prueba		Control sin reductor	Reductor	Control sin reductor	Reductor
Sulfuro mixto (% p/p)		0	0,44	0	0,44
Hidróxido mixto (% p/p)		2,1	2,0	2,1	2,0
Lixivante	Solución de producto Caron	Disolución de lixiviación de mena	Disolución de lixiviación de mena	Disolución de lixiviación de mena	Disolución de lixiviación de mena
Lixiviación anaerobia (min.)		30	30	30	30
Lixiviación aerobia (min.)		120	120	30	30
Temperatura de lixiviación (°C)		65	65	80	80
Sólidos	Residuo primario de MHP inicial	Residuo secundario	Residuo secundario	Residuo secundario	Residuo secundario
Ni (%)	8,56	7,37	1,92	6,48	1,44
Co (%)	2,70	2,17	1,02	2,29	0,62
Mn (%)	30,34	29,70	31,77	30,82	31,35
Disolución total (de residuo de primera fase de hidróxido mixto y reductor)					
Ni (%)	95,5	-5,7	80,0	16,3	86,9
Co (%)	86,7	-9,6	85,8	6,3	92,4
Disolución de residuo de primera fase de hidróxido mixto					
Ni (%)		-5,7	72,0	16,3	81,5
Co (%)		-9,6	54,6	6,3	75,7
Disolución acumulativa de alimentación de hidróxido mixto original					
Ni (%)		95,5	98,7	96,2	99,2
Co (%)		86,7	94,0	87,5	96,8

La composición de hidróxido mixto original era tal como se muestra en la tabla 3.

Los resultados en las tablas 3 y 4 indican que la disolución o bien de hidróxido mixto o bien de residuo de lixiviación primario se mejoraron mediante la adición de sulfuro. Además, se demostró que las altas recuperaciones totales del hidróxido (el 98 - 99% para Ni y el 94% o mejor para Co) podían obtenerse mediante la utilización de un reductor.

El resultado en la tabla 5 muestra el efecto de la lixiviación terciaria que presenta una solución amoniacal concentrada de carbonato de amonio para tratar el residuo de la lixiviación reductora de dos fases.

Tabla 5 % de recuperación acumulativa

Sólidos	Ni	Co
Residuo secundario	97,8	95,2
Residuo terciario	99,0	97,6

Ejemplo 3

En un ejemplo adicional, el residuo de la lixiviación de planta piloto amoniacal de carbonato de amonio primaria de un producto intermedio de hidróxido de níquel-cobalto mixto se sometió a una prueba de lixiviación de reducción secundaria, utilizando reductores de sulfuro de cobalto-níquel producidos a partir de disoluciones amoniacales de carbonato de amonio con níquel y cobalto de diferentes puntos en el procedimiento Caron mediante diferentes técnicas.

Las pruebas de lixiviación secundaria se llevaron a cabo a 55°C y consistieron en una lixiviación anaerobia de 30 minutos tras la adición de reductor, seguida por burbujeo aerobio durante 240 minutos.

El producto intermedio de hidróxido mixto contenía mediante análisis el 35% de Ni, el 3,67% de Co y el 6,47% de Mn. El residuo de lixiviación primario utilizado en las pruebas contenía mediante análisis el 9,59% de Ni, el 2,49% de Co y el 24,6% de Mn.

Los resultados de estas pruebas demuestran que pueden producirse reductores de sulfuro de cobalto-níquel mixto de eficacia similar y con un intervalo de razones de cobalto/níquel utilizando disoluciones amoniacales de carbonato de amonio con níquel y cobalto de diferentes puntos en el procedimiento Caron para adecuar la economía del procedimiento. Estos resultados se indican en la tabla 6.

Tabla 6

Tipo de reductor	Análisis de reductor				Extracción de precipitado de hidróxido mixto	
	% de Ni	% de Co	% de S	Co/Ni	% de Ni	% de Co
Sin reductor					92,3	83,3
Sulfuro de CoNi 1.	12,8	33	31	2,58	98,2	97,7
Sulfuro de CoNi 2.	7,6	31,5	42	4,14	96	91,8
Sulfuro de CoNi 3.	7,32	28,5	28,8	3,89	95,2	89,8

Ejemplo 4

En un ejemplo adicional, se lixivió un precipitado de hidróxido mixto en una planta piloto continua en una lixiviación de tres fases, utilizando un reductor de cobalto-níquel producido a partir de una disolución de procedimiento Caron. Los resultados, indicados en la tabla 7, demuestran que el procedimiento de lixiviación reductora es satisfactorio en funcionamiento continuo.

Tabla 7

Fase de lixiviación	% de extracción de precipitado de hidróxido mixto		
	Ni (promedio)	Co(promedio)	
Lixiviación primaria	93,4	88,4	
Lixiviación secundaria	99,4	93,7	
Lixiviación terciaria	99,7	94,7	

Notas de la tabla 7

1. El reductor de sulfuro contenía mediante análisis el 11,3% de Ni, el 24,3% de Co, el 26,6% de S, 2,15 de Co/Ni. Se produjo a 43°C, a 2,25 moles de sulfuro por mol de cobalto en la disolución de alimentación.

2. La dosis de reductor de CoNiS promedio era de 5,6 moles de sulfuro/mol de cobalto en corriente de fondo de lixiviación primaria.

3. La composición de MHP de alimentación promedio era del 46,1% de Ni, el 1,78% de Co, el 2,85% de Mn, el 1,80% de Mg, el 4,13% de S.

- 5 Se pretende que la descripción anterior sea ilustrativa de las realizaciones preferidas de la presente invención. Los expertos en la materia deben entender que pueden realizarse muchas variaciones o alteraciones sin apartarse del espíritu de la invención y tales variaciones o alteraciones deben considerarse parte de la invención descrita en la presente memoria.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la recuperación de níquel y/o cobalto de un material impuro de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto, que incluye las etapas siguientes:

a) proporcionar un material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto; y

b) poner en contacto el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación y un reductor en una etapa de lixiviación;

en el que el reductor se selecciona de entre un sulfuro de cobalto/níquel mixto o un sulfuro de cobalto.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto es cualquiera de entre un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto.

3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en el que el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto es un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto.

4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación es una solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron.

5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el reductor es un sulfuro de cobalto/níquel mixto y se produce poniendo en contacto una disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel con sulfhidrato de amonio o sulfhidrato de sodio, para precipitar un sulfuro de cobalto/níquel mixto.

6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel es una parte de la solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron utilizada como disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación o una parte de cualquier solución de procedimiento que contiene cobalto/níquel seleccionado.

7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación y la disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel contienen del 8 al 16% en peso de amoníaco, del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono, del 0,5 al 1,5% en peso de níquel y del 0,02 al 0,2% en peso de cobalto.

8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la mezcla del material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto, la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación y el reductor se agita durante un periodo comprendido entre 30 minutos y 12 horas a una temperatura comprendida entre 30 y 90°C a presión atmosférica o a presión elevada.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que se inyecta aire o gas que contiene oxígeno en la mezcla tras un periodo de al menos 10 minutos de agitación anaerobia.

10. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa de lixiviación incluye;

i) una etapa de lixiviación primaria, en la que el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto se pone en contacto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación para producir una disolución de producto y un residuo;

ii) separar el residuo de la disolución de producto; y

iii) una etapa de lixiviación secundaria, en la que el residuo se pone en contacto con una disolución amoniacal de carbonato de amonio nueva y un reductor para producir una disolución de producto secundaria que contiene níquel y cobalto disueltos y un residuo de lixiviación secundario;

en el que el reductor se selecciona de entre un sulfuro de cobalto/níquel mixto o sulfuro de cobalto.

11. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que el material de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto es cualquiera de entre un material de hidróxido, carbonato, carbonato básico o sulfato básico de níquel, cobalto o níquel/cobalto mixto.

12. Procedimiento según la reivindicación 10 y 11, en el que el material es un material de hidróxido de níquel/cobalto mixto.

13. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación es una solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron.
- 5 14. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la disolución de producto secundaria se devuelve y combina con la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación para la etapa de lixiviación primaria.
- 10 15. Procedimiento según la reivindicación 10, que incluye la etapa adicional en la que el residuo de lixiviación secundario se somete a una tercera etapa de lixiviación sometiendo el residuo de lixiviación secundario a contacto prolongado con una disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio.
- 15 16. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que la disolución amoniacal concentrada de carbonato de amonio contiene del 8 al 16% en peso de amoniaco, del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono, del 0 al 1,0% en peso de níquel y del 0 al 0,1% en peso de cobalto.
- 20 17. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que el reductor es un sulfuro de cobalto/níquel mixto y se produce poniendo en contacto una disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel con sulfhidrato de amonio o sulfhidrato de sodio para precipitar un sulfuro de cobalto/níquel mixto.
- 25 18. Procedimiento según la reivindicación 17, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel es una parte de la solución de procedimiento de un procedimiento de tipo Caron utilizada como disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación o una parte de cualquier solución de procedimiento que contiene cobalto/níquel seleccionado.
- 30 19. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 18, en el que la disolución amoniacal de carbonato de amonio de alimentación y la disolución amoniacal de carbonato de amonio que contiene cobalto/níquel contienen del 8 al 16% en peso de amoniaco, del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono, del 0,5 al 1,5% en peso de níquel y del 0,02 al 0,2% en peso de cobalto.
- 35 20. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio nueva para la etapa de lixiviación secundaria contiene del 8 al 16% en peso de amoniaco y del 4 al 12% en peso de dióxido de carbono con sólo cantidades traza de níquel y cobalto.
- 40 21. Procedimiento según la reivindicación 10, en el que la mezcla de la disolución de lixiviación amoniacal de carbonato de amonio nueva, el residuo de la etapa de lixiviación primaria y el reductor se agita durante un periodo comprendido entre 30 minutos y 12 horas a una temperatura comprendida entre 30 y 90°C a presión atmosférica o a presión elevada.
22. Procedimiento según la reivindicación 21, en el que se inyecta aire o gas que contiene oxígeno en la mezcla tras un periodo de al menos 10 minutos de agitación anaerobia.

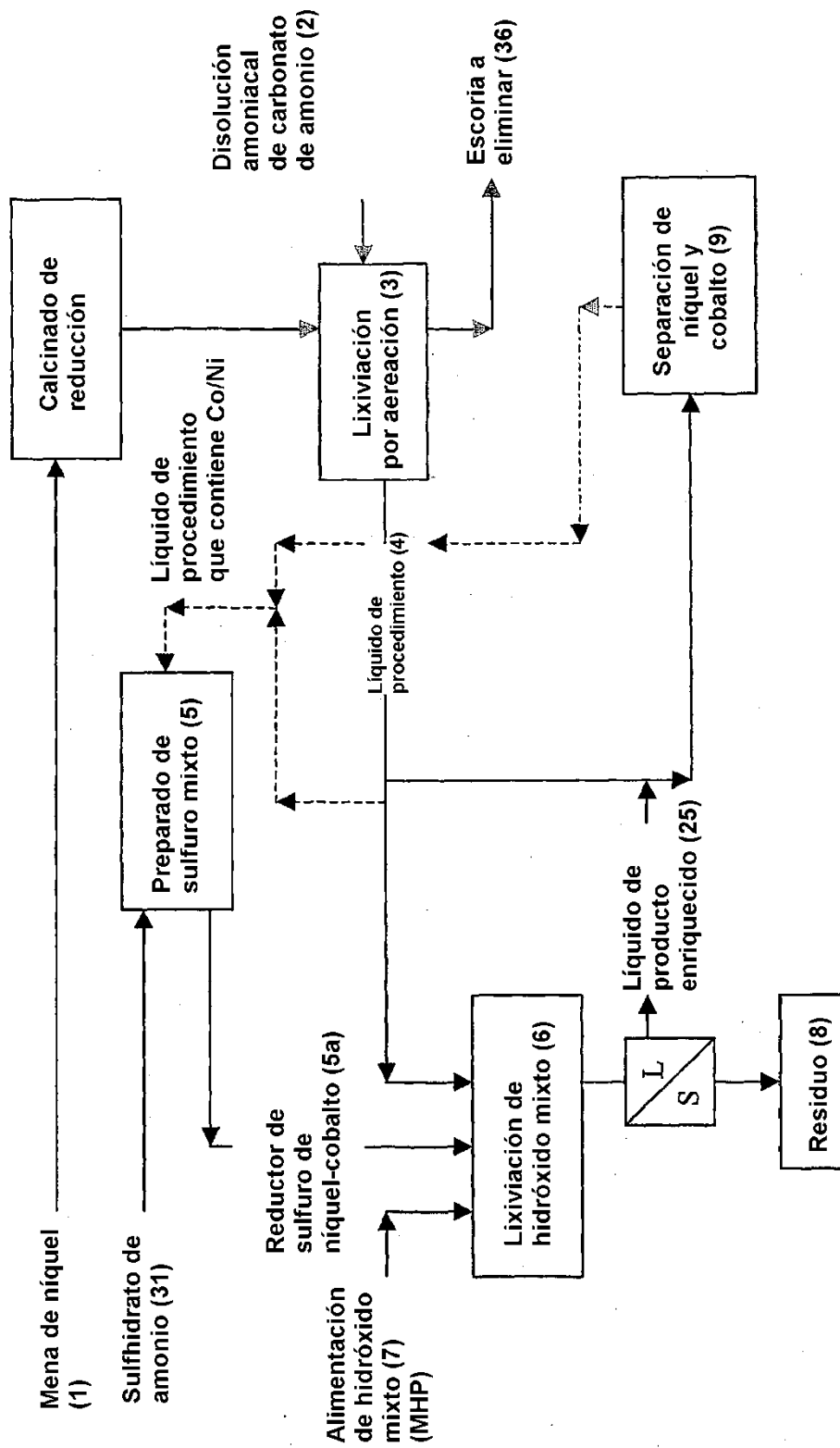


Fig. 1. Procedimiento de lixiviación reductora de fase única típico aplicado a planta de tipo Caron

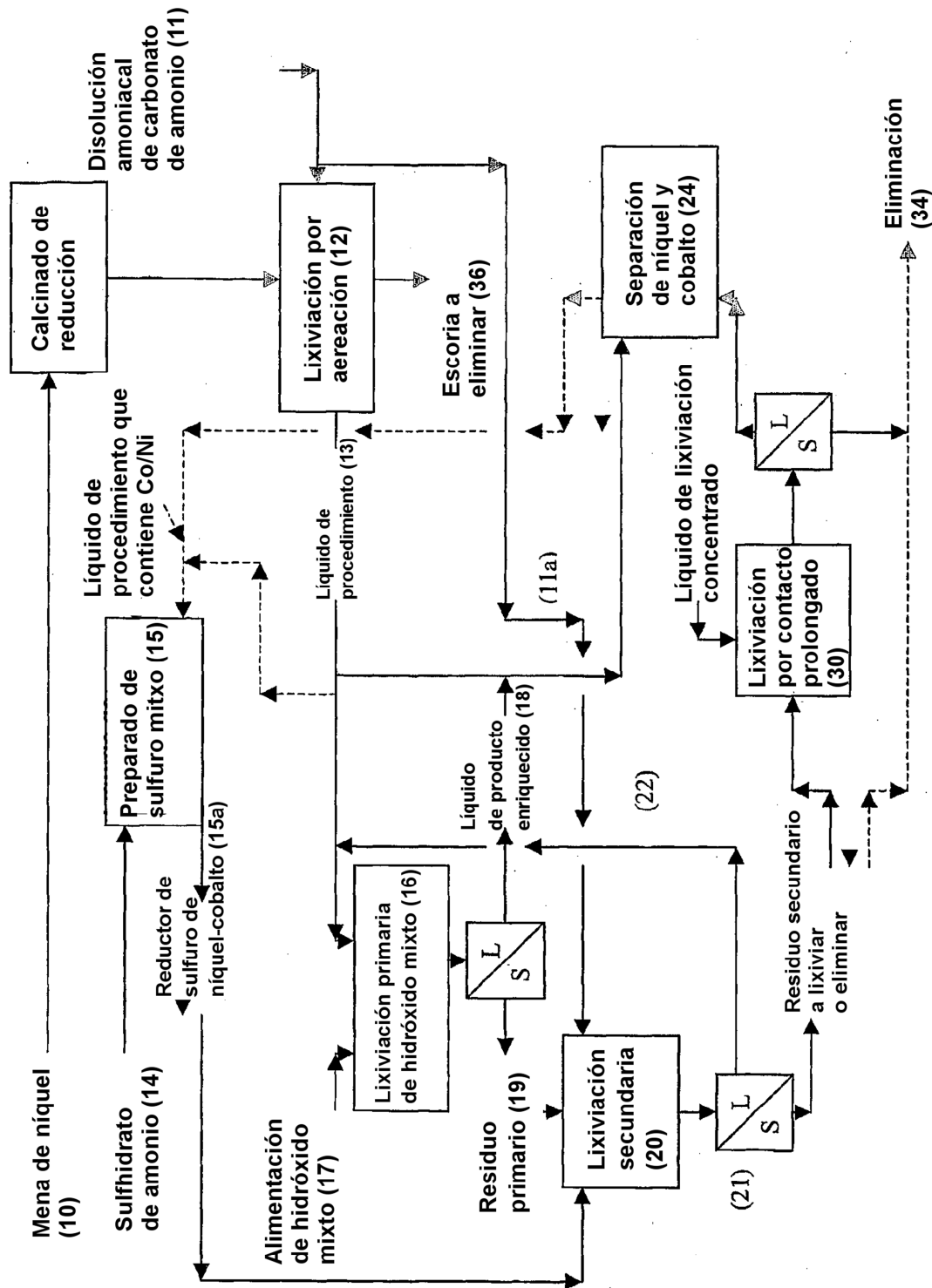


Fig. 2. Procedimiento de lixiviación reductora de los fases típico aplicado a planta de tipo Caron