

PATENTE DE INVENCION

Dossier: 129-08.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____



Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NIQUEL DE ELEVADA
PUREZA A PARTIR DE CONCENTRADOS SULFURADOS.

403090

Solicitante LE NICKEL, entidad francesa, residente en 1, Boulevard
de Vaugirard, París 15e, Francia.

ENCLOSURE C 22 B

La presente invención se refiere a la producción de níquel de elevada pureza, es decir que contenga menos de 0,05 % de impurezas, a partir de concentrados níquelíferos sulfurados relativamente ricos en impurezas

5. tales como el cobalto, el cinc, el cobre y el hierro,

403090

- 2 -



que resultan de una precipitación por sulfuro de hidrógeno de los valores metálicos contenidos en una solución de lixiviación sulfúrica de minerales lateríticos.

- Se conocían numerosos procedimientos para el
5. tratamiento de tales concentrados sulfurados, como por ejemplo el que consiste en transformar estos sulfuros en sulfatos por lixiviación bajo presión y proceder a la depuración de estos sulfatos por precipitaciones y reducciones con hidrógeno en medio amoniacal. Pero esta técnica utiliza
10. za un gran número de autoclaves, y está sujeta a los esfuerzos habituales de las filtraciones sin por esto conducir a un producto de gran pureza. Además, consume una cantidad nada despreciable de amoniac que se encuentra en forma de sulfato amónico cuya valoración es de una rentabilidad dudosa.
- 15.

- Se han propuesto diversos métodos para el tratamiento de las soluciones de cloruros de níquel. Pero estos procedimientos están basados todos en la presencia, en solución, de un exceso importante de ácido clorhídrico
20. libre, lo que complica considerablemente el circuito de recuperación de este compuesto y limita la capacidad de las instalaciones de refinado. Frecuentemente la aplicación de estos métodos está limitada al tratamiento de soluciones relativamente poco cargadas en impurezas metálicas. Los más corrientes son los que utilizan el intercambio de iones por disolventes; presentan principalmente los inconvenientes siguientes: consumo de materias orgánicas costosas, dificultades de regulación de los caudales de las diferentes fases líquidas y contaminación por
25. las materias orgánicas de las soluciones acuosas que están
- 30.



destinadas generalmente a un tratamiento electrolítico ulterior.

- De forma general, los procedimientos conocidos no se refieren generalmente más que a una de las etapas de la larga cadena de operaciones que conduce a un metal de elevada pureza es decir cuyo contenido en níquel es superior al 99,95 %. Ahora bién, un gran número de posibilidades se ofrece para cada una de estas etapas, lo que multiplica el número de vias posibles, de forma que es difícil para los especialistas en la materia determinar cual de estas vias es la más rentable sobre el plano industrial.
- 5.
- 10.

- Uno de los objetos de la presente invención es por tanto proporcionar un procedimiento completo de producción de níquel de elevada pureza a partir de concentrados sulfurados níquelíferos que permiten un costo de transformación inferior al obtenido por medio de los procedimientos conocidos, merced a inversiones menores y a gastos de explotación reducidos.
- 15.

- Otro objeto de la invención es una técnica de depuración del níquel que no consume más que una pequeña proporción de reactivos químicos.
- 20.

- Otro objeto de la invención es además un procedimiento que permite utilizar al máximo las capacidades de la instalación que se utiliza para su realización.
- 25.

Un objeto suplementario es un procedimiento del tipo descrito anteriormente que puede extenderse fácilmente a una explotación industrial.

- Según la invención estos objetos, y otros que se pondrán de manifiesto a continuación, como por ejem-
- 30.

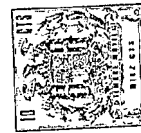
403090

- 4 -



1
plo la recuperación del cobalto contenido en el producto de partida, se alcanzan por medio de un procedimiento que comprende, en sucesión, las etapas siguientes:

5. 1º) - secado y a continuación tostado en las proximidades de 900°C del concentrado sulfurado,
 - 2º) - disolución en ácido clorhídrico del producto obtenido,
 - 3º) - oxidación del hierro contenido en la solución resultante de la operación precedente,
 10. 4º) - eliminación de las impurezas sobre una resina intercambiadora de aniones del tipo amonio cuaternario fuertemente básico,
 - 5º) - neutralización del pequeño exceso de acidez clorhídrica,
 15. 6º) - electrolisis de la solución de cloruro de níquel así purificada.
- La etapa de eliminación de las impurezas se efectúa por medio de dos conjuntos de columnas de resinas que funcionan en serie que se somete ciclicamente a una regeneración por enjuagado con ácido clorhídrico, elu
20. ción con agua y devolución al medio por una fracción de la solución de cloruro de níquel purificada. La solución de elución del primero de estos conjuntos intercambiadores de aniones se utiliza para la elución del segundo de estos conjuntos, a continuación adicionada de ácido clorhídrico, purificada sobre un tercer conjunto de columnas de resinas y utilizada sucesivamente para el enjuagado del segundo, a continuación del primero de los conjuntos de columnas. La solución clorhídrica que
 25. resulta se recicla ventajosamente a los puntos de la
 - 30.



instalación donde es preciso introducir ácido clorhídrico.

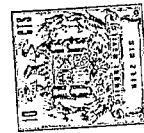
5. Preferentemente, estos conjuntos de columnas de resinas comprenden cada uno dos columnas o grupos de columnas montados en serie. Cuando la primera columna o el primer grupo de columnas está saturado de impurezas, se le somete a regeneración de la manera indicada anteriormente. Se intercambia entonces con la segunda columna o el segundo grupo de columnas.
10. En cuanto al tercer conjunto de columnas, su regeneración puede tener lugar por medio de una simple elución con agua.
15. El gas sulfuroso producido durante la etapa de tostación de los concentrados sulfurados se recupera ventajosamente y se transforma en ácido sulfúrico, por cualquier procedimiento conocido, para servir a la lixiviación sulfúrica de un nuevo lote de laterita.
20. El cloro que se desprende al nivel del ánodo, en el transcurso de la electrolisis final, se recupera y se transforma en gas clorhídrico que será reciclado aguas arriba en el procedimiento.
25. La descripción que sigue no tiene ningún carácter limitativo y está simplemente destinada a hacer comprender como la presente invención puede ponerse en práctica. Debe leerse con relación a la figura adjunta que representa de manera esquemática las diversas etapas del procedimiento según la invención.
30. Un concentrado sulfurado, obtenido por precipitación por sulfuro de hidrógeno a partir de una solución de lixiviación sulfúrica de laterita niquelífera,

405090

- 6 -



- y señalado por 1 sobre la figura, se seca en 2, en un secador rotativo por ejemplo, a continuación tostado en 3, en un horno de lecho fluido o rotativo por ejemplo. Evidentemente, mediante la combinación del horno y de sus
5. circuitos de recuperación de gas y de polvos, las operaciones de secado y de tostación pueden efectuarse de forma concomitante. El gas sulfuroso que se desprende en el transcurso de esta reacción se transforma en ácido sulfúrico en 4, ácido que es reciclado hacia la lixiviación
10. de la laterita. El óxido bruto obtenido, después de tamizado y molido eventuales, se disuelve con una solución de ácido clorhídrico en 5, en un conjunto de reactores equipados de sistemas de condensación-reflujo; estos reactores pueden estar montados para operar en contracorriente o en corriente paralela. En el transcurso de esta reacción,
15. se desprende una pequeña cantidad de sulfuro de hidrógeno en 6, que es ventajosamente recuperado para precipitar, al menos parcialmente, el cinc y el cobre contenidos en los eluatos señalados en 11e y 17.
20. La solución bruta obtenida se separa del residuo de ataque clorhídrico por una filtración 7. Esta solución se trata a continuación en 8, por borboteo de aire, a continuación de cloro o por adición de agua oxigenada con el fin de transformar el hierro del estado
25. ferroso al estado férrico; en el transcurso de esta operación se puede tener una precipitación de partículas de azufre que se eliminan durante una clarificación sobre filtro 9.
30. La solución bruta así oxidada pasa a continuación sobre un primer conjunto de columnas de resinas



- intercambiadoras de iones 10a cuya unidad elemental mínima está constituida por dos columnas que funcionan en serie. Al comienzo, se obtiene una primera fracción de solución 11a totalmente purificada, es decir exenta de
5. cinc, de hierro, de cobre y de cobalto, que se envía directamente aguas abajo del procedimiento, tal como se dirá más adelante. Al cabo de un cierto tiempo de funcionamiento, las impurezas de cobre y cobalto aparecen. Se prosigue la operación hasta saturación del conjunto 10a,
10. lo que corresponde a la obtención de un contenido en cobalto en el efluente igual a la concentración en cobalto en la solución que entra en el conjunto 10a. Este se regenera entonces según el ciclo de operaciones enlazadas en la figura por trazos interrumpidos. La solución
15. parcialmente purificada 11b, que se comienza a recoger desde la aparición del cobre y del cobalto, se trata a continuación sobre un segundo conjunto de columnas de resinas 12a.

- Las diversas etapas de la operación de regeneración son las siguientes:
- 20.

- 10b - enjuagado, es decir desplazamiento de la solución níquelífera impregnante. Esta operación se efectúa por medio de una solución de ácido clorhídrico relativamente concentrado que ya ha servido para el en-
25. juagado de columnas de resina del segundo conjunto 12a;
- 10c - elución con agua de las impurezas fijadas sobre la resina. Esta operación conduce a una primera fracción 11d que contiene los elementos menos bien fijados desde que la concentración en iones Cl^- se hace
30. pequeña: el níquel seguramente, pero también el cobalto

403090

- 8 -



- y el cobre. La presencia de níquel en este estadio se explica en parte por el hecho de que el enjuagado 10b se efectúa por medio de un volumen de solución de ácido clorhídrico insuficiente para desplazar la totalidad de la solución impregnante. Aquí reside una de las originalidades del procedimiento según la invención de poder aceptar un enjuagado incompleto de la columna de resina porque se verá más adelante que esta fracción 11d será juiciosamente utilizada para la elución y a continuación enjuagado del segundo conjunto 12a de columnas de resinas. Otra causa de la presencia de níquel en la fracción 11d es que la solución clorhídrica utilizada para el enjuagado 10b contiene voluntariamente una pequeña cantidad de níquel, porque ella procede de esta misma fracción 11d, tal como será precisado más adelante.

Esta operación 10c proporciona, en un segundo tiempo, una fracción 11e que contiene la mayor parte del cinc presente en la solución antes de purificación, así como un poco de cobre, de cobalto y de hierro.

20. - 10d - "Devolución al medio" de la resina que es un preacondicionamiento para una fracción de solución purificada suficiente para desplazar el agua que impregna la resina al final de la operación de elución 10c. Esta solución purificada se toma aguas abajo del procedimiento y esta toma no está representada en la figura.
25. El segundo conjunto de columnas de resinas 12a es semejante al precedente y su regeneración tiene lugar según la misma secuencia de operaciones que están designadas esta vez por 12b, 12c y 12d. La solución 13a que sale está totalmente purificada. Junto a la fracción 11a,
- 30.



anterior, proporciona una solución 14.

- Cada uno de los conjuntos 10a y 12a de columnas de resinas comprende dos columnas o grupos de columnas montados en serie. Cuando la primera columna o el primer grupo de columnas está saturado, se somete la resina a la regeneración descrita anteriormente, a continuación se monta esta columna o este grupo de columnas en lugar de la segunda columna o el segundo grupo de columnas, mientras que esta última o respectivamente, este último pasa en cabeza del conjunto de columnas.
- 5.
- 10.

- Ahora se van a precisar las diversas soluciones que se utilizan para la regeneración de los conjuntos 10a y 12a de columnas de resinas. Tal como se ha dicho más arriba, la dilución 10c del primer conjunto 10a se efectúa con agua, la solución resultante 11d sirve para la elución 12c del segundo conjunto 12a, elución que se efectúa con agua en un segundo tiempo inmediatamente sucesivo.
- 15.

- El eluato 13c así obtenido se enriquece en 15 en iones cloruro por inyección de gas clorhídrico hasta que su concentración en HCl sea aproximadamente ocho veces normal. A continuación se le hace pasar sobre un tercer conjunto 16a de columnas de resinas intercambiadoras de iones que retienen la mayor parte del cobalto y del cobre así como la totalidad del hierro y del cinc que contiene.
- 20.
- 25.

- La regeneración 16b de este tercer conjunto 16a se efectúa por una simple elución con agua que proporciona un eluato 17 que contiene el cobalto, el cobre, el hierro y el cinc retenidos por la resina. En efecto,
- 30.



el enjuagado y la devolución al medio son inútiles en este caso a causa de la baja concentración en níquel de la solución cobáltica tratada en este nivel.

5. El eluato 17 puede desembarazarse del hierro, del cobre y del cinc por cualquier procedimiento conocido, y se obtiene entonces una disolución de cloruro de cobalto purificada que presenta un valor comercial. El cobre puede eliminarse por cementación por medio de polvo de cobalto o por precipitación con sulfuro de hidrógeno que arrastraría igualmente el cinc. El hierro puede precipitarse a pH controlado o eliminarse por extracción selectiva. Finalmente, es igualmente posible separar el cobalto, el cobre, el hierro y el cinc practicando la elución 16b de manera selectiva.

10. La solución procedente del conjunto 16a de columnas de resinas durante su fase de fijación de las impurezas sirve a continuación para el enjuagado 12b del segundo conjunto 12a de columnas de resinas.

15. La fracción 13b procedente de este enjuagado 12b se utiliza para el enjuagado 10b del primer conjunto 10a de columnas de resinas. Se obtiene entonces una solución clorhídrica, que contiene níquel, que es reutilizada en 29, así tal como se dirá más adelante.

20. Es necesario subrayar que, como se ha descrito precedentemente para el enjuagado 10b, se acepta en 12b un enjuagado incompleto, puesto que se efectúa por medio de una solución procedente de la fracción 13c contaminada de níquel tras adición de ácido clorhídrico en 15 y eliminación en 16a del cobalto, del cobre, del hierro y del cinc.

25.

30.



5. La solución de cloruro de níquel purificada 14 se neutraliza a continuación en 18 por una pulpa de carbonato de níquel 19, a continuación electrolizada en 24 en un sistema de cubas equipadas de cajas anódicas que permiten recuperar el cloro cuyo desprendimiento está señalado en 25. Los ánodos son de grafito o de titanio tratado con óxido de rutenio.

10. Un dispositivo de evaporación 26 permite evacuar el agua en exceso que entra en la electrolísis. La electrolísis conduce a depósitos de cátodos de níquel 27.

15. El cloro 25 que se desprende en el ánodo se recupera y se reconvierte en 28 en gas clorhídrico que se recicla aguas arriba del procedimiento, por ejemplo en 15 para el aumento de la concentración en iones cloruro del eluato cobáltico 13c, o también en 29 para la preparación de la solución clorhídrica que sirve al ataque de óxido bruto, preparación en la cual entra un aporte de HCl 30 que compensa las pérdidas en las soluciones 11e, 17 y 23.

20. La pulpa de carbonato de níquel 19 está preparada a partir de una fracción de catolito 20 procedente de la electrolísis 24, se procede a una precipitación 21, a continuación a una filtración y a un lavado 22, 25. con el fin de eliminar en las aguas madres 23 el sodio y algunas otras impurezas que tendrían tendencia a acumularse en el electrolito 24.

EJEMPLO

30. El concentrado sulfurado de partida (1) se obtiene por precipitación por medio de sulfuro de hidró-

403090

- 12 -



geno de los valores metálicos contenidos en una solución de lixiviación sulfúrica de laterita tal como se puede encontrar en ciertas partes de Cuba o de Nueva-Caledonia.

5. Este concentrado húmedo se somete a un secado (2) y responde tras esta operación a un análisis del tipo del siguiente, estando expresados los resultados en tanto por ciento en peso:

TABLA I

	<u>Ni</u>	<u>Co</u>	<u>Fe</u>	<u>Cu</u>	<u>Zn</u>	<u>S</u>
10.	54,2	4,88	0,43	0,16	0,99	35,4

Este producto seco se tuesta (3) en un horno del tipo de lecho fluidizado a una temperatura media comprendida entre 850 y 900°C. Se obtiene después de esta tostación autógena, es decir que no consume practicamente calor, un óxido de níquel bruto que es muy reactivo frente a soluciones de ácido clorhídrico y que no contiene ya más que muy pequeñas cantidades de azufre como lo indica el análisis siguiente (en %):

15.

TABLA II

	<u>Ni</u>	<u>Co</u>	<u>Fe</u>	<u>Cu</u>	<u>Zn</u>	<u>S</u>
20.	69,48	6,25	0,55	0,20	1,27	1,20

Este óxido se obtiene con un caudal de 440 kg/h al mismo tiempo que se recuperan aproximadamente 860 Nm³/h de una mezcla gaseosa con aproximadamente 16 % de SO₂ (en volumen); las condiciones de alimentación del horno son sensiblemente de 960 Nm³/h de aire insuflado y de 600 kg/h de sulfuro seco.

25. Este óxido se muele hasta que la totalidad pasa a través del tamiz de mallas de 0,400 mm.
- 30.



- Este producto se introduce en continuo en una batería (5) de tres cubas en serie provistas de dispositivos de agitación, de calentamiento, de refrigeración y de reflujo al mismo tiempo que una solución de ácido clorhídrico que contiene aproximadamente 280 g/l de HCl y 56 g/l de níquel, procedente del enjuagado de columnas de resinas intercambiadoras de iones tal como será precisado más adelante. La temperatura de reacción de aproximadamente 105°C se mantiene fácilmente merced a la exotermicidad de la reacción del óxido de níquel con HCl. La duración de reacción es del orden de 6 horas. Se obtiene así un rendimiento de disolución del níquel de más del 99 %. El residuo insoluble se separa de la solución por filtración (7).
5. La solución de cloruro de níquel impura que contiene una pequeña cantidad de ácido clorhídrico libre se trata en primer lugar por borboteo de aire y a continuación por una cantidad de agua oxigenada de 110 volúmenes justamente suficiente para transformar el hierro del estado ferroso al estado férrico (8). En el curso de esta operación se forma aun una pequeña cantidad de azufre elemental que se elimina por filtración (9) antes del tratamiento de depuración sobre resinas intercambiadoras de aniones.
10. La descripción que sigue señala soluciones cuyos análisis más representativos se han agrupado en la tabla III.
15. La solución bruta se trata en un primer estadio sobre un conjunto (10a) de dos columnas montadas en serie, rellenas cada una de 100 litros de resinas inter-
- 20.
- 25.
- 30.

403090

- 14 -



- cambiadoras de aniones fuertemente básicas del tipo amonio cuaternario, preferentemente comercial IRA 400 (ROHM & HAAS), y que funcionan bajo la forma cloruro. La solución se pone en contacto con las resinas a una
5. temperatura de 70°C aproximadamente y con un caudal de 10 volúmenes por volumen de resina y por hora. Se recoge una primera fracción (11a) de solución completamente purificada, a continuación una segunda fracción (11b) de la cual el cinc y el hierro se han eliminado y que se recoge
10. mientras que la columna de resinas colocada en cabeza no se encuentre saturada. Cuando esta primera columna está saturada, se somete a las operaciones de enjuagado, de elución y de devolución al medio como se ha descrito precedentemente. A continuación se coloca en posición 2,
15. mientras que la columna inicialmente en posición 2 pasa en posición 1.

- La fracción parcialmente purificada precedente (11b) se somete a un segundo estadio de depuración sobre un conjunto (12a) de columnas de resinas idéntica al precedente y que funciona en las mismas condiciones. Se obtiene así una solución totalmente purificada (13a) que, junto a la primera fracción (11a) del estadio precedente constituye la solución purificada (14) cuyo análisis se encuentra en la tabla III.
- 20.

25. Paralelamente, las operaciones de enjuagado y de elución se efectúan como se ha indicado en la descripción anterior. Los análisis de las soluciones más representativas de estas operaciones están agrupados en la tabla III.

30. La solución purificada (14) que resulta de los

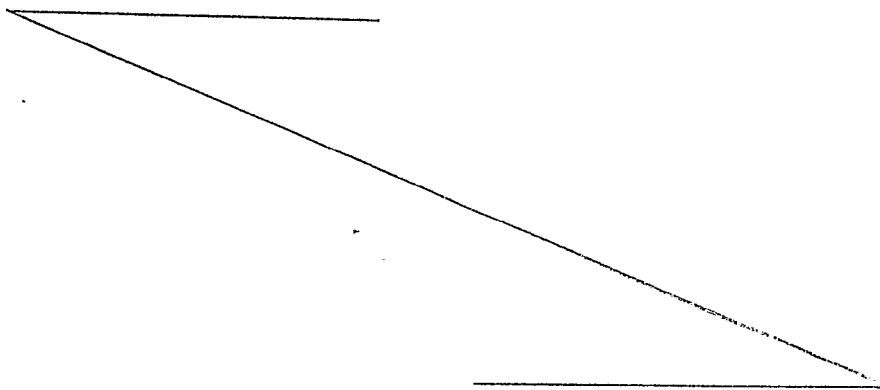


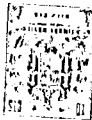
- dos estadios de depuración contiene un ligero exceso de acidez clorhídrica, se neutraliza (18) por una pulpa de carbonato básico de níquel (19) preparada a su vez a partir de una fracción de la solución purificada tomada al nivel de la electrolisis, y de carbonato sódico; el carbonato de níquel así obtenido se lava (22) hasta eliminación casi total de los iones sodio mientras que las aguas madres de precipitación (23) permiten evacuar impurezas presentes en estado de trazas y que no dejarían de acumularse sin esta "purga".

La solución neutralizada se somete a una electrolisis (24) con ánodos insolubles, de elevada densidad de corriente. Las condiciones operatorias principales de esta electrolisis son las siguientes:

15. - temperatura: 80°C
 - tensión: 4,5 Voltios
 - densidad de corriente: 600 A/m²
 - ánodos: grafito
 - Ni: 130 g/l
20. - H₃BO₃: 30 g/l
 - pH, compartimento catódico: 3 a 4
 - pH, compartimento anódico: 1,3 a 1,5.

El rendimiento catódico correspondiente es del 98 % aproximadamente.





403090

TABLA III

ANÁLISIS DE LAS SOLUCIONES REPRESENTATIVAS CENTRADAS
SOBRE LA DEPURACIÓN POR RESINAS

	HCl (N)	Mn g/l	Co g/l	Cu g/l	Fe g/l	Zn g/l	Referencia en la descripción y figura adjunta
Solución clorhídrica que entra en la disolución del óxido	8,0	56,4	5,6	0,28	0,28	1,22	31
Solución bruta tras disolución del óxido	0,3	215	20,1	0,56	1,55	3,37	salida de 5
Solución parcialmente depurada	0,3	215	7,5	0,23	<0,01	<0,01	11b
Solución depurada	0,3	215	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	14
Solución depurada neutralizada (alimentación de la electrolisis)	pH 3	130	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	salida de 18
Eluato Zn	0,03	0,02	0,06	0,11	0,02	1,32	11e
Eluato Ni, Co, Cu, Fe tras inyección HCl	8,0	6,0	30	1,10	3,21	0,31	salida de 15
Eluato Co, Cu, Fe	1,1	0,12	18,0	0,62	2,00	0,20	17
Solución de enjuague tras fijación Co + Cu + Fe sobre resina	6,0	5,9	0,5	0,02	<0,01	0,01	salida de 16a
Eluato de enjuague reciclado hacia la disolución del óxido	6,0	60	6	0,3	0,3	1,3	11c

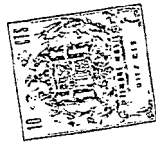
403090

- 16 -

TABLA III

ANALISIS DE LAS SOLUCIONES REPRESENTATIVAS CENTRADAS
SOBRE LA DEPURACION POR RESINAS

	HCl (N)	Ni g/l	Co g/l	Cu g/l
Solución clorhídrica que entra en la disolución del óxido	8,0	56,4	5,64	0,28
Solución bruta tras disolución del óxido	0,3	215	20,1	0,56
Solución parcialmente depurada	0,3	215	7,5	0,23
Solución depurada	0,3	215	<0,01	<0,01
Solución depurada neutralizada (alimentación de la electrolisis)	pH 3	130	<0,01	<0,01
Eluato Zn	0,03	0,02	0,06	0,11
Eluato Ni, Co, Cu, Fe tras inyección HCl	8,0	6,0	30	1,10
Eluato Co, Cu, Fe	1,1	0,12	18,0	0,62
Solución de enjuague tras fijación Co + Cu + Fe sobre resina	6,0	5,9	0,5	0,02
Eluato de enjuague reciclado hacia la disolución del óxido	6,0	60	6	0,3



403090

Cu g/l	Fe g/l	Zn g/l	Referencia en la descripción y figura adjunta
0,28	0,28	1,22	31
0,56	1,55	3,37	salida de 5
0,23	<0,01	<0,01	11b
<0,01	<0,01	<0,01	14
<0,01	<0,01	<0,01	salida de 18
0,11	0,02	1,32	11e
1,10	3,21	0,31	salida de 15
0,62	2,00	0,20	17
0,02	<0,01	0,01	salida de 16a
0,3	0,3	1,3	11c



La tabla IV siguiente representa un análisis de los cátodos de níquel, (27), obtenidos, en %:

Tabla IV

	<u>Co</u>	<u>Cu</u>	<u>Fe</u>	<u>Zn</u>	<u>Mn</u>	<u>S</u>
5.	0,005	0,005	0,003	0,002	0,004	0,002

La cuba de electrolisis está provista de cajas anódicas que permiten recuperar el cloro (25) que se forma en el ánodo, el cual puede quemarse en hidrógeno para formar HCl que se utiliza aguas arriba en el procedimiento.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Francia con el nº 71-18.633 de 24 de mayo de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE NIQUEL DE ELEVADA PUREZA A PARTIR DE CONCENTRADOS SULFURADOS; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de níquel de elevada pureza a partir de concentrados sulfurados, caracterizado porque comprende, en sucesión, las etapas siguientes: a) secado y tostación en las proximidades de



- 900°C del citado concentrado sulfurado, b) disolución en ácido clorhídrico del producto obtenido, c) oxidación del hierro contenido en la solución resultante de la operación precedente, d) eliminación de las impurezas sobre resinas intercambiadoras de aniones del tipo amonio cuaternario fuertemente básico, e) neutralización del pequeño exceso de acidez clorhídrica, f) electrolisis de la solución de cloruro de níquel así purificada, efectuándose la citada etapa d) de eliminación de las impurezas por medio de dos conjuntos de columnas de resinas montadas en serie que se someten ciclicamente a una regeneración por enjuagado con ácido clorhídrico, elución con agua y devolución al medio por una solución de cloruro de níquel puro, y la solución de elución del primero de los citados conjuntos de columnas de resinas utilizándose para la elución del segundo de los citados conjuntos, a continuación adicionada de ácido clorhídrico, purificada sobre un tercer conjunto de columnas de resinas intercambiadoras de aniones, y utilizada sucesivamente para el enjuagado del segundo y del primer de los citados conjuntos de columnas de resinas.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque los citados conjuntos de columnas de resinas comprenden dos dispositivos intercambiadores de aniones montados en serie, estando sometido el primero a la citada regeneración cuando está saturado de impurezas, y a continuación intercambio con el segundo.

- 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el citado tercer conjunto de columnas de resinas intercambiadoras de aniones se



regenera por elución con agua.

- 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque se recoge el gas sulfuroso producido durante la citada etapa a) de tostación,
5. transformándosele en ácido sulfúrico y utilizándosele para la lixiviación de mineral níquelífero con el fin de producir nuevas cantidades de concentrados sulfurados de partida.
- 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque se recoge el cloro desprendido durante la citada etapa f) de electrolisis transformándosele en gas clorhídrico el cual se recicla.
- 10.
- 6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1, 2 y 3, caracterizado porque la solución procedente del enjuagado del primero de los citados conjuntos de columnas de resinas se utiliza como fuente de ácido clorhídrico.
- 15.
- 7.- Procedimiento para la obtención de níquel de elevada pureza a partir de concentrados sulfurados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en la figura adjunta.
- 20.

Esta memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

15 JUN. 1972

Madrid,

25.

LE NICKEL.

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. Firmado: L. Goeta Fernández

