

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 991 897**

51 Int. Cl.:

C22B 3/06 (2006.01)

C01B 35/00 (2006.01)

C22B 26/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.11.2018 PCT/US2018/059952**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.05.2019 WO19094674**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.11.2018 E 18812478 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.08.2024 EP 3707284**

54 Título: **Proceso de recuperación de minerales**

30 Prioridad:

09.11.2017 US 201762583643 P
09.11.2017 AU 2017904543

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
05.12.2024

73 Titular/es:

U.S. BORAX, INC. (100.0%)
8051 E. Maplewood Avenue
Greenwood Village, CO 80111, US

72 Inventor/es:

PATWARDHAN, AMIT;
DOWNING, TERRY;
PATEL, MAHESH;
ALAM, FAZLUL;
LI, JUN y
DAVIS, GARY

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 991 897 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

Proceso de recuperación de minerales

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un proceso para recuperar productos valiosos a partir de minerales que contienen boro y litio.

10 La presente invención se refiere más particularmente, aunque no exclusivamente, a un proceso para recuperar productos valiosos del mineral de jadarita.

Los productos valiosos incluyen uno cualquiera o más de uno de los compuestos que contienen boro, que contienen litio y que contienen sodio, solo a manera de ejemplo, ácido bórico, carbonato de litio, hidróxido de litio, sulfato de sodio y borato de sodio.

15 **Antecedentes de la técnica**

20 Como se ha indicado anteriormente, la presente invención se refiere más particularmente, aunque no exclusivamente, a un proceso para recuperar productos valiosos del mineral de jadarita.

El término “mineral de jadarita” se entiende en la presente descripción como un mineral que contiene mineral de jadarita.

25 La cuenca del Jadar en Serbia tiene un recurso importante de un mineral que contiene altas concentraciones de boro y litio. El mineral ha recibido el nombre de jadarita por la región de la cuenca del Jadar.

El término “jadarita” se entiende en la presente descripción como “mineral de jadarita”.

30 El recurso de la cuenca del Jadar también contiene varias mineralizaciones mayores y menores de boratos, más notablemente, NaB (un borato de sodio que es predominantemente ezcurrita, kernita y tincal), colemanita y searlesita.

La invención se aplica a todos los minerales que contienen borato y litio que están asociados con la jadarita, porque es probable que los minerales se procesen con jadarita.

35 La jadarita es un mineral de silicato monoclinico, terroso y blanco que tiene una fórmula química expresada como $\text{LiNaB}_3\text{SiO}_7(\text{OH})$ o $\text{LiNaSiB}_3\text{O}_7(\text{OH})$ o $\text{Na}_2\text{OLi}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_2(\text{B}_2\text{O}_3)_3\text{H}_2\text{O}$.

40 La invención se refiere a la recuperación de productos valiosos, que incluyen productos que contienen litio y que contienen boro, del mineral de jadarita.

Los productos valiosos incluyen, por ejemplo, ácido bórico y carbonato de litio. Los productos valiosos también incluyen, por ejemplo, sulfato de sodio, hidróxido de litio y borato de sodio.

45 El litio se usa en una amplia gama de productos, más notablemente, baterías para automóviles híbridos y eléctricos.

Los boratos son componentes esenciales para el vidrio resistente al calor, fibra de vidrio, cerámica, fertilizantes, detergentes, conservantes de madera y muchos otros productos domésticos y comerciales. Se utilizan en el aislamiento que hace que los edificios sean energéticamente eficientes y para producir pantallas de TV, ordenadores y teléfonos inteligentes.

50 La descripción anterior no debe considerarse como una admisión del conocimiento general común en Estados Unidos, Australia ni en cualquier otro sitio.

55 El documento WO 2015/123762 A1 describe un método para extraer litio de un material que contiene litio.

Resumen de la invención

60 Según la presente invención, se proporciona un proceso para recuperar productos valiosos a partir de mineral de jadarita, tal como se establece en la reivindicación independiente, con características opcionales del proceso establecidas en las reivindicaciones dependientes adjuntas. La invención se refiere a un proceso para recuperar productos valiosos del mineral de jadarita que incluye las etapas de:

65 (a) beneficiar un mineral de jadarita extraído o almacenado y producir un concentrado de jadarita,

(b) digerir el concentrado en un ácido y disolver boro y litio en una solución en un licor de digestión, y,

(c) etapas posteriores para separar los valiosos productos que contienen boro y que contienen litio a partir del licor de digestión.

5 La etapa de beneficio (a) puede incluir el lavado por atrición del mineral de jadarita extraído o almacenado en un medio acuoso u otro medio adecuado con una alta concentración de sólidos (típicamente por encima del 50 % de sólidos en peso), de modo que los minerales más duros como la jadarita preferencialmente apagan y desgastan minerales de ganga más blandos tales como arcilla, calcita, dolomita, ankerita, etc., de esta manera se reduce preferencialmente el tamaño de los minerales de ganga.

10 La etapa de beneficio (a) puede incluir una etapa de separación por tamaño que separa los minerales de ganga degradados durante la etapa de lavado por atrición de la jadarita y otros minerales más duros que permanecen durante la etapa de lavado por atrición, de esta manera se logra un aumento de la ley de jadarita en el concentrado.

15 La etapa de digestión (b) puede incluir digerir la concentración de jadarita en ácido sulfúrico.

El ácido sulfúrico puede ser ácido sulfúrico concentrado.

20 Las etapas posteriores (c) pueden incluir cualquier serie adecuada de etapas sucesivas para eliminar productos valiosos del licor de digestión.

La selección de la serie de etapas y los productos valiosos dependerá de una serie de factores, que incluyen, aunque no de forma limitativa, requisitos para la optimización de procesos.

25 Los productos valiosos pueden incluir uno cualquiera o más de uno de los productos que contienen boro, que contienen litio y que contienen sodio.

Los productos valiosos pueden incluir, solo a manera de ejemplo, cualquier ácido bórico, carbonato de litio, hidróxido de litio, borato de sodio y sulfato de sodio.

30 Las etapas posteriores (c) pueden incluir precipitar sucesivamente productos que contienen boro y que contienen litio de la solución en el licor de digestión.

35 Las etapas posteriores (c) pueden incluir precipitar o eliminar sucesivamente las impurezas no valiosas de la solución en el licor de digestión.

Las etapas posteriores (c) pueden incluir precipitar sucesivamente ácido bórico y carbonato de litio de la solución en el licor de digestión.

40 Las etapas posteriores (c) también pueden incluir precipitar un producto que contiene sodio de la solución en el licor de digestión.

Las etapas posteriores (c) también pueden incluir precipitar el sulfato de sodio de la solución en el licor de digestión.

45 Las etapas posteriores (c) pueden incluir precipitar sucesivamente ácido bórico, carbonato de litio y sulfato de sodio de la solución en el licor de digestión.

Las etapas posteriores (c) pueden incluir una etapa de cristalización del ácido bórico.

50 La etapa de cristalización del ácido bórico puede incluir evaporar el licor de digestión para aumentar la concentración de ácido bórico hasta una concentración determinada. La concentración determinada puede ser cualquier concentración adecuada. A manera de ejemplo, la concentración determinada puede ser 20-25 % de ácido bórico en el licor de digestión según el peso.

55 La etapa de cristalización del ácido bórico puede incluir la inertización con nitrógeno y el tratamiento con agentes reductores y quelantes tales como ditionito de sodio, ácido oxálico, ácido disodio etilendiaminotetraacético y ácido sulfúrico en el intervalo de 1-10 g/L antes de la cristalización para controlar la contaminación por hierro del ácido bórico.

60 La etapa de cristalización del ácido bórico puede incluir enfriar, por ejemplo, enfriamiento instantáneo, el licor de digestión para precipitar cristales de ácido bórico del licor de digestión y separar los cristales de ácido bórico del licor de digestión.

La etapa de enfriamiento instantáneo se puede llevar a cabo en múltiples pasos.

La etapa de enfriamiento instantáneo puede enfriar el licor de digestión a temperatura ambiente o inferior a la temperatura ambiente. La temperatura puede ser de un mínimo de 5 °C. La temperatura puede ser de un máximo de 35 °C. Típicamente, la temperatura está en un intervalo de 15-35 °C.

- 5 Las etapas posteriores (c) pueden incluir precipitar ácido bórico y sulfato de sodio decahidrato (sal de Glauber) en el mismo recipiente de precipitación.

La mezcla de ácido bórico/sulfato de sodio decahidrato se puede pasar directamente a una etapa de precipitación del sulfato de sodio.

- 10 La etapa de precipitación de ácido bórico/sulfato de sodio decahidrato puede incluir la separación parcial del ácido bórico y el sulfato de sodio decahidrato, ya sea dentro del recipiente de precipitación o en una unidad de separación posterior, tal como una centrífuga.

- 15 Un flujo rico en ácido bórico producido a partir de la separación parcial de la mezcla de ácido bórico/sulfato de sodio decahidrato se puede devolver a la etapa de cristalización del ácido bórico.

Un flujo rico en sulfato de sodio decahidrato producido a partir de la separación parcial de la mezcla de ácido bórico/sulfato de sodio decahidrato se puede pasar directamente a una etapa de precipitación del sulfato de sodio.

- 20 Las etapas posteriores (c) pueden incluir una etapa de cristalización del carbonato de litio.

- 25 La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir precipitar impurezas que incluyen uno cualquiera o más de uno de Mg, Al, Fe, Si y otros hidróxidos de metales pesados, yeso y sílice del licor de digestión y separar los precipitados del licor de digestión.

La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir la evaporación del agua para aumentar la concentración de litio en el licor de digestión.

- 30 La etapa de precipitación de impurezas puede incluir añadir uno cualquiera o más de uno de carbonato de calcio, hidróxido de calcio, carbonato de sodio e hidróxido de sodio en cualquier proporción adecuada al licor de digestión.

La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir precipitar calcio del licor de digestión.

- 35 La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir separar los precipitados de calcio del licor de digestión.

- 40 El proceso puede incluir purificar carbonato de litio a partir de la etapa de cristalización del carbonato de litio mediante disolución en presencia de dióxido de carbono, filtración para eliminar las impurezas insolubles, intercambio iónico o extracción con disolvente para eliminar las impurezas disueltas y la reprecipitación del carbonato de litio mediante calentamiento o separación por vapor.

La etapa de precipitación de calcio puede incluir añadir carbonato de sodio y/o dióxido de carbono al licor de digestión.

- 45 La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir una etapa de extracción con disolvente para separar el boro del licor de digestión.

La etapa de cristalización del carbonato de litio puede incluir precipitar el carbonato de litio del licor de digestión añadiendo carbonato de sodio y dióxido de carbono en cualquier proporción adecuada al licor de digestión.

- 50 El proceso puede incluir convertir carbonato de litio de la etapa de cristalización del carbonato de litio en hidróxido de litio haciendo reaccionar carbonato de litio con hidróxido de calcio o hidróxido de sodio, la filtración para eliminar los contaminantes insolubles y la cristalización del hidróxido de litio por evaporación y enfriamiento.

- 55 Los cristales de hidróxido de litio se pueden separar del licor de digestión, lavar para eliminar las impurezas adheridas y deshidratar en un entorno libre de dióxido de carbono.

- 60 El producto de hidróxido de litio que se puede producir se redisuelve y se refina mediante procesos de intercambio iónico para eliminar los elementos perjudiciales, por ejemplo, Ca, Na, B, y recrystalizar el hidróxido de litio mediante evaporación y enfriamiento, seguidos de separación del licor de digestión, lavado y deshidratación en una atmósfera libre de dióxido de carbono.

Las etapas posteriores (c) pueden incluir una etapa de cristalización del sulfato de sodio.

- 65 La etapa de cristalización del sulfato de sodio puede incluir ajustar el pH del licor de digestión a un pH neutro.

La etapa de cristalización del sulfato de sodio puede incluir ajustar el pH del licor de digestión a un pH en un intervalo de 2-10, típicamente un pH de 3-7.

5 La etapa de cristalización del sulfato de sodio puede incluir precipitar cristales de sulfato de sodio mediante la evaporación y/o el enfriamiento del licor de digestión.

10 El término mineral “extraído” se entiende en la presente descripción como que incluye, pero no se limita a, (a) material en bruto y (b) material en bruto de la mina que se ha sometido al menos a una trituración primaria o a una reducción de tamaño similar o adicional después de que el material se haya extraído y antes de ser clasificado.

El proceso puede llevarse a cabo como una serie continua de etapas que digieren el concentrado de jadarita y luego procesan el licor de digestión para precipitar los productos posteriores descritos anteriormente.

15 La invención no se limita a este proceso y el proceso puede llevarse a cabo como una serie de pasos de proceso diferenciables.

La invención también proporciona ácido bórico fabricado mediante el proceso descrito anteriormente.

20 La invención también proporciona carbonato de litio fabricado mediante el proceso descrito anteriormente.

La invención también proporciona hidróxido de litio fabricado mediante el proceso descrito anteriormente.

La invención también proporciona sulfato de sodio fabricado mediante el proceso descrito anteriormente.

25 **Breve descripción de los dibujos**

La presente invención se describe con más detalle con referencia a las Figuras adjuntas, de las cuales:

30 La Figura 1 es un diagrama de flujo que muestra las etapas de una realización de un proceso de recuperación de productos valiosos del mineral de jadarita y otras mineralizaciones de litio y boro asociadas según la invención, donde los productos incluyen ácido bórico, carbonato de litio y sulfato de sodio.

35 La Figura 2 es un gráfico que ilustra las extracciones de litio y boro en el trabajo de pruebas de digestión de jadarita en relación con una realización de la invención durante un período de 14 días;

La Figura 3 es un gráfico que ilustra la concentración de boro en el trabajo de pruebas de digestión de jadarita en relación con una realización de la invención durante un período de 14 días;

40 La Figura 4 es un gráfico que ilustra las tasas de filtración (kg de sólidos secos/m²/h) en el trabajo de pruebas de digestión de jadarita en relación con una realización de la invención;

45 La Figura 5 es un gráfico que ilustra la distribución de tamaño de las partículas (PSD) del ácido bórico producido en el trabajo de pruebas en relación con una realización de la invención en comparación con el ácido bórico comercialmente disponible;

La Figura 6 es una imagen de microscopio del ácido bórico producido en un trabajo de pruebas en relación con una realización de la invención;

50 La Figura 7 es un gráfico que ilustra la concentración de boro residual de un cristizador de ácido bórico producido durante un trabajo de pruebas en relación con una realización de la invención durante un período de 16 días;

55 La Figura 8 es un gráfico que ilustra Fe, Ca y Mg en un producto de sulfato de sodio frente a las especificaciones objetivo máximas en los trabajos de pruebas en relación con una realización de la invención durante un período de 14 días; y

La Figura 9 es un gráfico que ilustra la distribución de tamaño de las partículas del sulfato de sodio producido en el trabajo de pruebas en relación con una realización de la invención en comparación con un sulfato de sodio comercialmente disponible; y

60 La Figura 10 es una imagen de microscopio del sulfato de sodio producido en un trabajo de pruebas en relación con una realización de la invención.

Descripción de las realizaciones

65 Se destaca que la Figura 1 muestra una realización de un diagrama de flujo de un proceso para recuperar productos valiosos del mineral de jadarita según la invención y la invención no se limita al diagrama de flujo.

El experto en la materia apreciará que la invención no se limita a las selecciones particulares de las condiciones de operación del proceso y el equipo que se muestran en la Figura 1 y se describen a continuación con referencia a la Figura 1.

En particular, la invención no se limita a la secuencia particular de precipitar productos valiosos a partir del licor de digestión formado en el proceso.

La recuperación global del proceso que se muestra en la Figura 1 es de aproximadamente el 82 % (incluida la recuperación por beneficio) tanto para el litio como para el boro.

Con referencia a la Figura 1, el mineral de jadarita 101 en bruto es el material de alimentación para el diagrama de flujo del proceso. Como se ha indicado anteriormente, el término “mineral de jadarita” significa mineral que contiene mineral de jadarita.

El diagrama de flujo mostrado en la Figura 1 incluye las siguientes operaciones unitarias principales:

- (a) conminución y beneficio del mineral de jadarita en bruto y producir un concentrado de jadarita,
- (b) digerir el concentrado en un ácido y disolver boro, litio y sodio en una solución en un licor de digestión, y
- (c) etapas posteriores para separar una serie de productos valiosos (intermedios y finales), incluidos los productos que contienen boro, que contienen litio y que contienen sodio, y las impurezas del licor de digestión.

Conminución

La primera etapa del proceso es la conminución del mineral 101 en bruto.

Como se ha indicado anteriormente, la jadarita es un mineral de silicato monoclinico, terroso y blanco que tiene una fórmula química expresada como $\text{LiNaB}_3\text{SiO}_7(\text{OH})$ o $\text{LiNaSiB}_3\text{O}_7(\text{OH})$ o $\text{Na}_2\text{OLi}_2\text{O}(\text{SiO}_2)_2(\text{B}_2\text{O}_3)_3\text{H}_2\text{O}$.

La mineralización de la jadarita en el mineral en bruto existe predominantemente como nódulos de 0,5 a 2,0 mm intercalados dentro de una matriz arcillosa y dolomítica. El diagrama de flujo se basa, aunque no de forma limitativa, en esta mineralización de jadarita.

Se destaca que la invención se extiende a los cambios en las condiciones de operación del proceso y en el equipo de la Figura 1 para adaptarse a diferentes mineralizaciones de jadarita.

El mineral de jadarita 101 en bruto se tritura hasta un tamaño superior de 2 a 5 mm, preferiblemente de 2,36 mm, utilizando una trituración/molienda con rodillos de múltiples pasos en las etapas 102/103 y produce primero un mineral triturado 2 y luego un mineral triturado/molido 3.

Se ha determinado que este tamaño es el más apropiado para la mineralización de jadarita descrita anteriormente basado en estudios de liberación y respuesta al beneficio. La invención no se limita a este tamaño.

La elección de las trituradoras de rodillos es garantizar que la generación de finos (-210 micrómetros) sea mínima, ya que los finos se rechazan en la etapa de beneficio.

Beneficio

El beneficio incluye una etapa 104 de lavado por atrición, en la que el mineral 3 en bruto triturado/molido se lava por atrición en condiciones naturales en agua u otro medio acuoso adecuado a una concentración de sólidos alta, nominalmente del 50 al 65 %.

En el atricionador, las arcillas más blandas se apagan y el mineral de jadarita más duro desgasta los minerales más blandos de calcita y dolomita. El tiempo de permanencia de beneficio depende de la mineralogía y puede ser de hasta 20 minutos para lograr el mejor equilibrio entre la ley de concentrado, la recuperación de jadarita y el rechazo de carbonatos.

El producto 4 resultante del atricionador se analiza con un tamaño de 210 micrómetros en la etapa 105 de clasificación. Alternativamente, a manera de ejemplo, la separación hidráulica podría usarse para lograr un objetivo similar usando clasificadores de corriente ascendente o hidrociclones u opciones similares.

El flujo 6 de material sobredimensionado del atricionador es el producto beneficiado, es decir, un concentrado 7 de jadarita.

El flujo 5 de material con subtamaño del atricionador se espesa y se centrifuga o se filtra a presión (no se muestra) hasta obtener una consistencia pastosa para su colocación subterránea o para su endicamiento.

La etapa de beneficio depende de la mineralogía, pero típicamente entre el 80 y el 90 % de la jadarita del mineral 101 en bruto está en el concentrado 7 de jadarita.

También se pueden aplicar otras técnicas de beneficio para producir un concentrado de mayor ley a partir del mineral 101 en bruto. Si están presentes minerales de alta ley tal como NaB 106, solo las etapas de conminución 107 y 108 pueden ser necesarias para producir un concentrado 109 de NaB.

El concentrado 7 de jadarita se procesa tal como se recibe de la etapa 105 de clasificación en la etapa 111 de digestión.

En otra realización, aunque no la única, no mostrada en la Figura, el concentrado 7 de jadarita de la etapa 105 de clasificación se muele en húmedo en un molino de bolas de circuito cerrado hasta un tamaño nominal de - 149 micrómetros antes de procesarse en la etapa 111 de digestión. Se determinó que el tamaño nominal de - 149 micrómetros era un tamaño de corte adecuado para la digestión de la mineralización de jadarita. El producto de molino de bolas resultante se espesa aún más hasta un 65-70 % de sólidos en espesantes de alta densidad en una etapa de espesamiento (no se muestra) y forma la alimentación de digestión.

Digestión, solubilización y producción de solución de lixiviación madre (PLS)

El concentrado 7 de jadarita (y el concentrado 109 de NaB, si está presente) de la etapa 105 de clasificación se digiere con ácido sulfúrico concentrado 8 (es decir, > 95 % H_2SO_4) en presencia de licores de proceso reciclados (flujo 9 y licor madre 11 en la Figura 1) y agua 10 en una etapa 111 de digestión. Se forma una suspensión acuosa 12.

La cantidad de agua 10 que se añade se controla para mantener una concentración de ácido bórico del 20-25 %, o al 80-90 % de saturación, dependiendo de la temperatura de la suspensión acuosa 12.

La digestión del concentrado 7 de jadarita se produce en una serie de reactores de tanque agitado que incluyen un tubo de tiro interno, controlado a una temperatura de entre 50-100 °C, preferiblemente de 80-95 °C. La adición de ácido se controla cuidadosamente para mantener el pH de la suspensión acuosa entre 1-5, preferiblemente 2,0-3,8. La adición de ácido se realiza en la zona de alta mezcla del tubo de tiro para permitir una rápida dispersión y evitar cualquier variación local en el pH. Esta técnica retrasa la disolución de sílice y la consiguiente polimerización, lo que puede conducir a la gelificación de los licores de digestión a lo largo del tiempo.

En otra realización no mostrada en la Figura 1, en lugar de la digestión en reactores de tanque agitado, tras la reacción con ácido sulfúrico, la mezcla de digestión comienza como una suspensión acuosa y luego se endurece rápidamente hasta obtener una consistencia pastosa en 1-2 minutos. Esta pasta se cura después durante más de 60 minutos y produce un sólido 15 seco friable a medida que se producen las reacciones de hidratación de sílice.

Dado el comportamiento de la mezcla a lo largo del tiempo durante el proceso de digestión, una opción es utilizar un digestor de mezclador/silo Broadfield. Las pruebas realizadas por el fabricante del digestor y las pruebas piloto han demostrado la idoneidad de este tipo de máquina para el mineral. Los digestores Broadfield se usan comúnmente en la fabricación de superfosfato simple, donde el mineral de flurapatita (roca de fosfato) se acidula con ácido sulfúrico y la mezcla de reacción sufre transformaciones físicas similares.

Durante la reacción del mineral de jadarita con ácido sulfúrico, se libera una gran cantidad de CO_2 de la reacción del ácido con la dolomita y la calcita contenidas en el mineral. El dióxido de carbono desprendido tiende a crear una espuma. Junto con el CO_2 , se libera cierta cantidad de H_2S .

El digestor funciona bajo presión negativa, donde los gases desprendidos se recogen y se lavan para eliminar el H_2S mediante una solución cáustica.

La suspensión acuosa 12 se somete a una etapa 112 de separación sólido/líquido filtrándola en una serie de centrifugadoras, filtros de presión y filtros de vacío con agua de lavado que no se muestra para producir una PLS 13 y sólidos de ganga 23, que incluyen sulfato de calcio.

La PLS 13 contiene boro, litio y sodio en solución.

Las siguientes secciones de la memoria descriptiva describen la separación de productos valiosos, incluidos los productos que contienen boro, que contienen litio y que contienen sodio de la PLS 13.

Cristalización de ácido bórico ("AB")

La PLS 13 de la etapa 112 de separación sólido/líquido se evapora si es necesario (no se muestra en el diagrama de flujo) hasta una concentración de ácido bórico del 20-25 %.

El flujo evaporado o la PLS 13 se trata con una combinación de ditionito de sodio, ácido oxálico, ácido disodio etilendiaminotetraacético y ácido sulfúrico concentrado en el intervalo de 1-10 g/L (identificado como ácido sulfúrico 14 en la Figura), y luego se procesa en 2-3 pasos de enfriamiento instantáneo en la etapa 113 a 25-35 °C o temperaturas más bajas para cristalizar el ácido bórico.

La suspensión acuosa 15 de producto de ácido bórico se filtra mediante un circuito de lavado de flujo a contracorriente que comprende por filtros de vacío de banda horizontal o filtros de presión en la etapa 114.

Los cristales 16 de ácido bórico húmedos que contienen 4-8 % de humedad se secan en un secador giratorio o un secador de lecho fluidizado vibratorio a 70 °C en la etapa 115 y forman un primer producto 18 comercializable. Se requiere una deshidratación cuidadosa para evitar la degradación del tamaño de los cristales de ácido bórico y se necesita un control de temperatura adecuado para evitar la deshidratación de la molécula de ácido bórico.

Se pueden añadir agentes antiaglomerantes al producto 116 de ácido bórico seco.

Precipitación de cal y calcio

El flujo 19 de licor débil de la etapa 114 de filtración de ácido bórico se transfiere a una etapa 117 de precipitación de cal.

En esta etapa, el flujo 19 de licor débil entra en contacto con el exceso de cal 20 a temperatura ambiente para precipitar impurezas, que incluyen Mg, Al, Fe y otros hidróxidos de metales pesados junto con yeso y sílice, con el flujo resultante en forma de una suspensión acuosa 21. La suspensión acuosa 21 se separa en sólidos 22 y licor de cal 24 con una combinación de filtros de vacío y presión y centrifugadoras en un circuito de lavado de flujo a contracorriente de múltiples pasos con repulpas intermedias en la etapa 118.

Casi el 20 % y, en varios casos, hasta el 40 % del boro del flujo 19 de licor débil se precipita en forma de borato de calcio en la etapa 117 de encalado. Las condiciones de esta etapa están optimizadas para evitar pérdidas de litio, minimizar las pérdidas de boro y lograr una eliminación casi completa de las impurezas de Mg, Al, metales pesados y sílice. Un tiempo de permanencia corto de menos de 30 minutos puede ser suficiente. Sin embargo, típicamente, se requieren tiempos de permanencia más largos de 1 hora.

El flujo de licor de cal 24 está saturado con calcio y tiene un pH de 10,5-12,5, típicamente un pH de 10,5-11,5.

El flujo de licor de cal 24 se evapora opcionalmente en la etapa 119 para formar un licor de cal concentrado 25.

Opcionalmente, el licor de cal concentrado 25 se trata con una pequeña cantidad de solución 26 de ceniza de sosa al 30 % o gas dióxido de carbono (no mostrado) para precipitar el calcio como carbonato y una pequeña cantidad de litio (también como carbonato) en una etapa 120 suavizante para garantizar la eliminación casi completa del calcio en un flujo 28.

Los sólidos de carbonato de litio y calcio precipitados en 27 se separan por filtración en la etapa 121 para producir un licor suavizado 28.

Los carbonatos de litio y calcio separados se reciclan (no se muestran) en la etapa 117 de encalado para recuperar los valores de litio precipitado.

La eliminación casi completa del calcio es muy importante en esta etapa 120, pues el calcio restante de cualquier otra manera contaminaría el producto de carbonato de litio producido posteriormente en el proceso.

Extracción con disolvente de boro (no se muestra en la Figura)

En esta etapa opcional, el licor 28 de las etapas 120 y 121 de precipitación y separación del calcio se transfiere a una etapa de extracción con disolvente.

La etapa de extracción con disolvente se utiliza para recuperar cualquier boro restante como ácido bórico y para reducir el contenido de boro del refinado que pasa a la cristalización del carbonato de litio de modo que el producto de carbonato de litio tenga <10 ppm de impureza de boro.

La etapa de extracción con disolvente se lleva a cabo a temperaturas ambiente y emplea dos pasos de extracción, dos pasos de separación y un paso de lavado. La eliminación y el tratamiento de los residuos se incluye como es habitual. El extractante es un producto químico aromático hecho a medida que se ha demostrado industrialmente que tiene una selectividad muy alta hacia el boro. El extractante se usa en una relación de 1:3 con un portador alifático. La separación se realiza con ácido sulfúrico. Orgánico: se usan relaciones acuosas de 2-3:1 tanto en el paso de extracción

como en el de separación. Los tiempos de permanencia de la extracción y separación son cortos (<2 minutos) y los tiempos de separación de fases son del orden de 4-5 minutos con el tributilfosfato utilizado como modificador de fase.

5 La etapa de extracción con disolvente produce un refinado que contiene <100 ppm de boro y un licor de separación que contiene 8 gramos por litro de boro.

El disolvente tiene una selectividad limitada hacia el litio y cualquier litio extraído junto con el boro en el licor de separación se recicla de nuevo a la etapa de digestión y solubilización.

10 El refinado de la etapa de extracción con disolvente es un licor muy limpio que contiene esencialmente solo sulfatos de litio y sodio.

La extracción con disolvente es opcional y se tendría en cuenta si es importante obtener una alta pureza.

15 En este caso, el licor 28 de la etapa 121 de precipitación y separación del calcio pasa a la cristalización del carbonato de litio. Sin extracción con disolvente, el producto de carbonato de litio se puede purificar opcionalmente.

Cristalización de carbonato de litio

20 El licor suavizado 28 se procesa en una etapa 122 de precipitación de carbonato de litio en un cristizador de evaporación de circulación forzada reactiva con recompresión mecánica de vapor (MVR) con la adición de una solución 29 de carbonato de sodio.

25 Alternativamente, la etapa de cristalización puede ser una reacción de precipitación rápida en reactores de tanque agitado a temperatura controlada a 70-100 °C, preferiblemente 90-100 °C, con la adición de la solución 29 de carbonato de sodio. La cristalización controlada produce un producto de mayor pureza.

30 Debido a la solubilidad inversa del carbonato de litio, se deben mantener subidas moderadas de temperatura en los intercambiadores de calor para proporcionar ciclos de lavado prolongados. Las determinaciones del ancho de zona metaestable en el laboratorio, así como las pruebas piloto, han determinado que los intercambiadores de calor se deben dimensionar para un aumento de temperatura de 1,5 °C.

35 La suspensión acuosa 30 que contiene carbonato de litio cristalizado se separa del licor madre en una etapa 123 de separación centrífuga con centrífugas peladoras en un circuito de lavado de flujo a contracorriente de tres pasos con repulpas intermedias.

40 La torta 37 de carbonato de litio desecada contiene 15-25 % de humedad que se puede secar directamente en secadores giratorios o flash en la etapa 129 (descrita a continuación), y forma un producto 49 comercializable de grado técnico.

Purificación de carbonato de litio

45 La purificación adicional del carbonato de litio se logra disolviendo la torta 37 de carbonato de litio desecada en agua mientras se inyectan burbujas de dióxido de carbono 38 en una etapa 126 de digestión de carbonato de litio.

50 La solución se filtra después para eliminar los sólidos no disueltos (no se muestran en la Figura). Las impurezas catiónicas no deseables, tales como Ca y Mg, y las impurezas aniónicas, tales como B, se eliminan secuencialmente mediante resinas de intercambio iónico específicas adecuadas en la etapa 127. La resina se regenera con ácido clorhídrico 40, ácido sulfúrico 41 e hidróxido de sodio 42.

55 La solución purificada 43 se calienta después indirecta o directamente con vapor 44 para eliminar el dióxido de carbono y precipitar el producto de carbonato de litio de alta pureza en la suspensión acuosa 45 en una etapa 128 de cristalización de carbonato de litio apto para baterías (BG). El dióxido de carbono liberado se captura y se usa en la etapa 126 de disolución.

La etapa de disolución se lleva a cabo preferiblemente en frío y bajo presión. La precipitación o separación de dióxido de carbono se lleva a cabo preferiblemente a altas temperaturas.

60 La suspensión acuosa caliente 45 se separa del licor madre en centrífugas peladoras en un circuito de lavado de flujo a contracorriente de tres pasos con repulpas intermedias para producir una torta 47 de carbonato de litio húmeda en la etapa 144. El licor madre separado 46 se recicla en la etapa 126 de digestión de carbonato de litio como flujo 39. La torta húmeda se seca en secadores giratorios o flash en la etapa 129, y forma un segundo producto 49 comercializable.

65 El producto 49 puede tener un tamaño micrométrico en un pulverizador de barrido por aire 130 para producir otra clasificación de tamaño del producto 50 comercializable.

Acidulación y cristalización de sulfato de sodio

5 El licor 31 después de las etapas 122 y 123 de cristalización del carbonato de litio y separación sólido/líquido se acidifica en una etapa de acidificación (no se muestra) con ácido sulfúrico hasta un pH de 2-3,5 para eliminar todo el dióxido de carbono disuelto. Posteriormente, el pH se ajusta de nuevo a 4,5-9,0, típicamente 4,5-7,0.

10 El licor neutralizado se evapora en una etapa 124 de cristalización de sulfato de sodio con MVR para producir una suspensión acuosa que contiene cristales 32 de sulfato de sodio.

Los cristales 32 de sulfato de sodio se desecan en centrífugas de empuje hasta 3-4 % de humedad en la etapa 125. Los cristales 34 de sulfato de sodio húmedos se secan en secadores giratorios en la etapa 132 y forman un tercer producto 36 comercializable.

15 El licor madre 33 de las etapas 124 y 125 de cristalización de sulfato de sodio y separación sólido/líquido se recicla en la etapa 111 de digestión del mineral. Una parte de este flujo 33 se purga para controlar las impurezas y se puede recuperar después de la concentración y el rechazo de impurezas en una unidad SSU (no se muestra).

20 Conversión de carbonato de litio en hidróxido de litio

El hidróxido de litio es otro producto comercializable que se puede producir a partir de este proceso.

25 Para producir hidróxido de litio, la torta 37 de carbonato de litio húmeda o los productos secos 47 o 49 se suspenden y se hacen reaccionar con hidróxido de calcio 51 en un reactor de tanque agitado en la etapa 134 de conversión de hidróxido de litio.

La suspensión acuosa 52 reaccionada se filtra en la etapa 135 para producir una solución 54 de hidróxido de litio.

30 La solución 54 de hidróxido de litio se enfría y se evapora en la etapa 136 de cristalización de hidróxido de litio para producir la suspensión acuosa 55 que contiene cristal de hidróxido de litio que se separa del licor madre mediante una técnica adecuada de separación sólido/líquido en la etapa 137.

35 La torta 57 de hidróxido de litio húmeda se puede secar después en una atmósfera libre de dióxido de carbono en la etapa 142 para producir el producto final.

40 La torta 57 de hidróxido de litio húmeda se puede refinar además mediante redisolución con agua 59 en la etapa 138. Las impurezas disueltas se eliminan de la suspensión acuosa 58 resultante mediante el intercambio iónico en la etapa 139 para producir una solución 62 de hidróxido de litio refinada. La resina de intercambio iónico se regenera con ácido clorhídrico 60 y ácido sulfúrico 61.

La solución 62 de hidróxido de litio refinada se enfría y se evapora en la etapa 140 de cristalización de hidróxido de litio BG (apto para baterías) para producir cristales de hidróxido de litio de alta pureza que contienen la suspensión acuosa 63.

45 Esta suspensión acuosa 63 se separa del licor madre en centrífugas, etapa 141, para generar un hidróxido de litio 65 húmedo apto para baterías que se seca en una atmósfera libre de dióxido de carbono en la etapa 142 para producir el producto 66 de hidróxido de litio apto para baterías final.

50 El licor madre 64 de la separación de los cristales 65 de hidróxido de litio apto para baterías se reciclan como flujo 56 en la primera etapa 136 de cristalización del hidróxido de litio y se usan en la regeneración de resinas de intercambio iónico en la etapa 139.

Sal de Glauber (cristalización de sulfato de sodio decahidrato) (no se muestra en la Figura)

55 En otra realización (no mostrada), el sulfato de sodio se puede producir en diferentes áreas del proceso. Una ventaja de la producción de sal de Glauber es la eliminación del exceso de agua del proceso en forma de agua de hidratación asociada a la sal de Glauber. Las áreas donde puede ocurrir la producción de sal de Glauber son:

60 1) Tras la cristalización del ácido bórico y la separación de los cristales de ácido bórico, el flujo 19 de licor junto con otros flujos débiles que contienen borato se enfrían aún más hasta <15 °C para producir cristales de sulfato de sodio decahidrato y ácido bórico. Los cristales se separan del licor con una técnica de separación sólido/líquido apropiada y se reciclan en el digestor de minerales en la etapa 111. A medida que la concentración de sulfato de sodio del digestor alcanza la saturación, el sulfato de sodio sólido se reporta con el residuo de digestión después de la filtración. El ácido bórico permanece en solución ya que se controla su concentración. En otra realización, la suspensión acuosa que contiene sal de Glauber y ácido bórico se somete a flotación por espuma para separar el ácido bórico en la fase de espuma y la sal de Glauber como residuos. La espuma de ácido bórico se recicla en el digestor.

Los residuos de sal de Glauber se separan del licor mediante una técnica apropiada de separación sólido/líquido, tal como un tamiz, y se desechan con ganga o se vuelven a fundir y deshidratar para producir un producto de sulfato de sodio anhidro después de separarlos del licor y deshidratarlos. En una realización, la flotación por espuma también se puede reemplazar por un dispositivo de separación por tamaño, típicamente tamices, para lograr una separación de alrededor de 149 μm . Los cristales de ácido bórico son significativamente más finos que los cristales de sal de Glauber y, por lo tanto, el ácido bórico se puede concentrar en los subflujos del tamiz. La suspensión acuosa de ácido bórico cristalizado y sal de Glauber después de la concentración de sólidos también se puede transferir a la etapa de reacidificación antes de la cristalización del sulfato de sodio para evitar que experimente cambios de pH en la etapa de encalado, lo que resulta en un consumo de base adicional a medida que el ácido bórico se convierte en ion metaborato, parte del cual también se precipita en la etapa de encalado como metaborato de calcio.

2) El flujo 24 de licor también se puede enfriar para cristalizar la sal de Glauber y convertir en sulfato de sodio anhidro como se ha descrito anteriormente o desecharse.

3) El flujo 31 de licor también se puede enfriar para cristalizar la sal de Glauber y una parte se puede convertir en sulfato de sodio anhidro como se ha descrito anteriormente o desecharse.

Trabajo de pruebas

El solicitante ha llevado a cabo un extenso trabajo de pruebas en relación con la invención. El trabajo de pruebas incluye campañas de tres plantas piloto que investigaron las etapas del proceso de la invención.

La siguiente descripción proporciona detalles de un subconjunto del trabajo de pruebas en la tercera planta piloto.

Las principales conclusiones de la campaña de la tercera planta piloto son las siguientes:

- La planta funcionó de forma coherente a las concentraciones objetivo.
- La digestión funcionó con un tiempo de actividad elevado (96 %) y la química de la digestión fue coherente con las predicciones del trabajo de pruebas por lotes.
- Las extracciones de litio y boro fueron elevadas y se alcanzaron pérdidas solubles de <1,5 % de Li en la digestión.
- Demostración de la separación sólido-líquido y de la recuperación de solutos asociada al proceso de digestión de residuos.
- Demostración de ácido bórico de calidad comercial.
- La precipitación de carbonato de litio funcionó según lo esperado, con concentraciones de litio residual dentro del objetivo.
- Se lograron tasas de filtración de encalado significativamente más altas.
- El evaporador posterior al encalado funcionó correctamente.
- El encalado alcanzó el objetivo de eliminación de magnesio, y las pérdidas de boro fueron coherentes con las expectativas. Se lograron regularmente pérdidas solubles inferiores al 1,5 %.
- Funcionamiento del circuito de cristalización de sulfato de sodio en modo continuo producido según las especificaciones del producto.

Beneficio

El propósito del trabajo de pruebas en plantas piloto de beneficio era probar la eficacia de la etapa 104 de lavado por atrición para producir un concentrado beneficiado en muestras reales de mineral de jadarita.

El trabajo de pruebas evaluó el lavado por atrición de muestras de mineral de jadarita durante un intervalo de tiempos de lavado por atrición. El material de alimentación para las pruebas de lavado se preparó a partir de muestras de mineral de -31,5 mm. 25 kg se trituraron con mandíbulas con un ajuste del lado cerrado (CSS) de 12,5 mm y se tamizaron a 4 mm. A continuación, la pieza sobredimensionada se trituró con mandíbulas a 6 mm de CSS y se cribó a 4 mm. A continuación, el material sobredimensionado se trituró con un rodillo con una distancia nominal de 3 mm hasta pasar al 100 % de 4 mm. Después, las muestras se tamizaron en húmedo a 212 micras. El material con subtamaño del tamizado en húmedo se submuestreó para el ensayo. Las cargas de prueba se prepararon a partir del material sobredimensionado mediante división giratoria. Se realizaron lavados atrición de 1 kg en estas muestras con

un 65 % de sólidos durante varios tiempos, 3, 6, 9 y 15 minutos. Los productos se recogieron, se pesaron y se prepararon para el ensayo.

- 5 El trabajo de pruebas estableció que los procedimientos de prueba de lavado por atrición anteriores eran eficaces en términos de producir concentrados que tenían altas concentraciones de compuestos que contienen boro y que contienen litio.

Digestión, solubilización y producción de solución de lixiviación madre (PLS)

- 10 Se realizaron trabajos de pruebas en plantas piloto con muestras de concentrados de jadarita para evaluar el rendimiento de la digestión y la filtración de la salida del digestor.

Rendimiento de digestión

- 15 Los trabajos de pruebas en plantas piloto revelaron que la extracción de litio en la digestión con ácido sulfúrico concentrado era del 96 al 97 % de forma coherente y la extracción de boro era de alrededor del 96 %. La Figura 2 es un ejemplo del trabajo de pruebas.

- 20 Se observaron pequeñas cantidades de nódulos blancos gruesos sin lixiviación de jadarita en los residuos de digestión. La lixiviación prolongada de estos nódulos de jadarita sin lixiviación mostró que se podía extraer litio y boro adicionales.

En el trabajo de pruebas, el consumo de ácido de digestión fue en promedio de 357 kg/t.

- 25 En el trabajo de pruebas, la filtración primaria de residuos, un prelavado en caliente del filtro antes de la filtración primaria y una bomba de alimentación de filtro caliente (alcanzada mediante una bomba sumergida en un baño de agua caliente a 90 °C) garantizaron que la concentración de ácido bórico no disminuyera durante la filtración, de modo que la solución de alimentación para la cristalización del ácido bórico tuviera una concentración objetivo. Esto se muestra en la Figura 3.

- 30 Filtración de digestión

En el trabajo de pruebas en plantas piloto, se utilizó un tamiz de eliminación de gruesos para eliminar material > 1 mm.

- 35 Las tasas de filtración primaria¹ fueron de alrededor de 59 kg de sólidos secos/m²/h (Figura 4). Los sólidos de la torta primaria eran típicamente del 54 al 58 % de sólidos (corregido por TDS).

¹ Excluido el tiempo técnico.

- 40 ² La valoración volumétrica del ácido bórico tiene un error asociado, y para el ácido bórico de alta pureza significa que pueden reportarse valores superiores al 100 %. Esto se acepta en la industria, y algunas especificaciones de productos superan el 100 %.

- 45 Las tasas de filtración finales (es decir, después de una tercer etapa de repulpa) fueron típicamente de 175 kg de sólidos secos/m²/h.

Los sólidos de la torta final fueron muy coherentes, entre el 61 y el 63 % de sólidos en el trabajo de pruebas.

Cristalización de ácido bórico ("AB")

- 50 Se realizaron trabajos de pruebas en plantas piloto sobre la precipitación de ácido bórico a partir de muestras de licor de lixiviación madre en un cristizador.

En una serie de pruebas, la pureza del producto de ácido bórico fue del 100,3 % B(OH)₃ por valoración volumétrica².

- 55 El tamaño de cristal del producto de ácido bórico era más fino que el de un producto de ácido bórico comercialmente disponible (véase la Figura 5). La Figura muestra las distribuciones de tamaño de las partículas para tres muestras y un producto de ácido bórico comercialmente disponible. La Figura 6 es una imagen de microscopio de una parte del producto de ácido bórico. La imagen muestra cristales que tienen una estructura típica de ácido bórico. La distribución de tamaño de las partículas más fina en la Figura 5 y la forma del cristal son atribuibles a la escala de la planta piloto y a las selecciones de equipos para la escala de la planta piloto.

- 60 Las concentraciones de boro fuera del cristizador se acercaron de forma coherente a los niveles previstos, según muestra la Figura 7.

- 65 En el trabajo de pruebas, la filtración de la suspensión acuosa de ácido bórico mediante filtración en bandeja de vacío dio como resultado una torta final con un 81 a 84 % de sólidos.

Filtración de encalado

5 Se realizaron trabajos de pruebas en plantas piloto para determinar la eficiencia del encalado para eliminar magnesio y otras impurezas. Se descubrió que el encalado logró la eliminación de magnesio objetivo, y que las pérdidas de boro fueron coherentes con las expectativas. Se lograron regularmente pérdidas solubles inferiores al 1,5 %.

10 En una serie de pruebas, las tasas de filtración primaria para la torta de encalado fueron de 93 kg de sólidos secos/m²/h. Las tortas de encalado primarias contenían típicamente del 40 al 55 % de sólidos (ajustado por TDS). La torta de encalado final (es decir, después de la cuarta repulpa) se filtró a 138 kg de sólidos secos/m²/h, y tuvo unos sólidos finales del 55 al 65 %. Está en línea con el rendimiento esperado de los filtros comerciales de un 53,6 % de sólidos.

15 Acidulación y cristalización de sulfato de sodio

Se realizaron trabajos de pruebas en plantas piloto sobre la precipitación de sulfato de sodio a partir de muestras de licor de lixiviación madre.

20 En una serie de pruebas, la pureza del sulfato de sodio fue del 99,8 %.

Las especificaciones de impureza para calcio, magnesio y cloruro se cumplieron todas cómodamente, según muestra la Figura 8.

25 Los cristales que se produjeron (Figura 9 y Figura 10) fueron muy afines al sulfato de sodio fabricado en un sistema comercial, aunque ligeramente más finos.

Resumen

30 El trabajo de pruebas en las plantas piloto descrito brevemente anteriormente y la totalidad del trabajo de pruebas llevado a cabo por el solicitante indican que el proceso de la invención es un proceso eficaz.

Lista de números de referencia

- 35 1 - conminución
- 2 - mineral triturado
- 3 - mineral triturado/molido
- 40 4 - producto resultante del atricionador
- 5 - flujo de material con subtamaño del atricionador
- 45 6 - flujo de material sobredimensionado del atricionador
- 7 - producto beneficiado
- 8 - ácido sulfúrico concentrado
- 50 9 - licores de proceso reciclados
- 10 - agua
- 11 - licor madre
- 55 12 - suspensión acuosa
- 13 - solución de lixiviación madre (PLS)
- 60 14 - ácido sulfúrico
- 15 - sólido seco friable / suspensión acuosa de producto de ácido bórico
- 16 - cristales de ácido bórico
- 65 18 - primer sólido comercializable

	19 -	flujo de licor débil
5	21 -	suspensión acuosa
	22 -	sólidos
	23 -	sólidos de ganga
10	24 -	licor de cal
	25 -	licor de cal concentrado
	26 -	solución de ceniza de sosa
15	27 -	flujo de sólidos de carbonato de litio y calcio precipitados
	28 -	licor
20	29 -	solución de carbonato de sodio
	30 -	suspensión acuosa que contiene carbonato de litio cristalizado
	31 -	licor
25	32 -	suspensión acuosa que contiene cristales de sulfato de sodio
	33 -	licor madre
30	34 -	cristales de sulfato de sodio húmedos
	36 -	producto
	37 -	torta de carbonato de litio desecada
35	38 -	dióxido de carbono
	39 -	licor madre reciclado
40	40 -	ácido clorhídrico
	41 -	ácido sulfúrico
	42 -	hidróxido de sodio
45	43 -	solución purificada
	44 -	vapor
50	45 -	suspensión acuosa
	46 -	licor madre separado
	47 -	torta de carbonato de litio húmeda
55	49 -	producto
	50 -	producto
60	51 -	hidróxido de calcio
	52 -	suspensión acuosa
	53 -	residuo
65	54 -	solución de hidróxido de litio

	55 -	suspensión acuosa que contiene cristal de hidróxido de litio
5	56 -	licor madre reciclado
	57 -	torta de hidróxido de litio húmeda
	58 -	suspensión acuosa
10	59 -	agua
	60 -	ácido clorhídrico
	61 -	ácido sulfúrico
15	62 -	solución de hidróxido de litio refinada
	63 -	cristales de hidróxido de litio de alta pureza que contienen suspensión acuosa
20	64 -	licor madre
	65 -	cristales de hidróxido de litio apto para baterías
	66 -	producto de hidróxido de litio apto para baterías
25	101 -	Mineral de jadarita
	102 -	trituration/molienda con rodillos
30	103 -	trituration/molienda con rodillos
	104 -	lavado
	105 -	clasificación
35	106 -	mineral de alta ley
	107 -	conminución
40	108 -	conminución
	109 -	concentrado de mineral de alta ley
	111 -	etapa de digestión
45	112 -	separación sólido/líquido
	113 -	enfriamiento instantáneo
50	114 -	filtración
	115 -	deshidratación
	116 -	producto de ácido bórico seco
55	117 -	precipitación de cal
	118 -	separación sólido/líquido
60	119 -	evaporación
	120 -	suavizante
	121 -	filtración
65	122 -	precipitación de carbonato de litio

	123 -	separación centrífuga
5	124 -	cristalización de sulfato de sodio
	125 -	deseccación
	126 -	digestión / disolución de carbonato de litio
10	127 -	eliminación de impurezas catiónicas
	128 -	cristalización
15	129 -	deshidratación
	130 -	pulverización
	131 -	producto
20	132 -	deshidratación
	134 -	conversión de hidróxido de litio
25	135 -	filtración
	136 -	cristalización de hidróxido de litio
	137 -	separación sólido/líquido
30	138 -	redisolución
	139 -	intercambio iónico
35	140 -	cristalización de hidróxido de litio apto para baterías
	141 -	separación
	142 -	deshidratación
40	144 -	separación
	143 -	producto de hidróxido de litio apto para baterías

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para recuperar productos valiosos del mineral de jadarita que incluye las etapas de:
 - (a) beneficiar un mineral de jadarita extraído o almacenado y producir un concentrado de jadarita,
 - (b) digerir el concentrado en un ácido y disolver boro y litio en una solución en un licor de digestión, y
 - (c) etapas posteriores para separar los valiosos productos que contienen boro y que contienen litio a partir del licor de digestión.
2. El proceso definido en la reivindicación 1, en donde la etapa de beneficio (a) incluye el lavado por atrición del mineral de jadarita extraído o almacenado en un medio acuoso u otro medio adecuado con una alta concentración de sólidos, de modo que los minerales más duros como la jadarita preferencialmente apagan y desgastan minerales de ganga más blandos tales como arcilla, calcita, dolomita, ankerita, etc., de esta manera se reduce preferencialmente el tamaño de estos minerales de ganga.
3. El proceso definido en la reivindicación 2, en donde la etapa de beneficio (a) incluye una etapa de separación por tamaño que separa los minerales de ganga degradados durante la etapa de lavado por atrición de la jadarita que permanece durante la etapa de lavado por atrición, de esta manera se logra un aumento del grado de jadarita en el concentrado.
4. El proceso definido en una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde las etapas posteriores (c) incluyen precipitar sucesivamente productos valiosos en forma de productos que contienen boro y que contienen litio de la solución en el licor de digestión.
5. El proceso definido en la reivindicación 4, en donde las etapas posteriores (c) incluyen precipitar sucesivamente ácido bórico, hidróxido de litio, borato de sodio y carbonato de litio de la solución en el licor de digestión.
6. El proceso definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde las etapas posteriores (c) incluyen precipitar sucesivamente productos valiosos en forma de ácido bórico, carbonato de litio y sulfato de sodio de la solución en el licor de digestión.
7. El proceso definido en la reivindicación 6, en donde las etapas posteriores (c) incluyen una etapa de cristalización del ácido bórico.
8. El proceso definido en la reivindicación 7, en donde la etapa de cristalización del ácido bórico incluye evaporar el licor de digestión para aumentar la concentración de ácido bórico hasta una concentración predeterminada.
9. El proceso definido en una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en donde las etapas posteriores (c) incluyen una etapa de cristalización del carbonato de litio.
10. El proceso definido en la reivindicación 9, en donde la etapa de cristalización del carbonato de litio incluye precipitar impurezas que incluyen uno cualquiera o más de uno de los hidróxidos de Mg, Al y otros metales pesados, yeso y sílice del licor de digestión y separar los precipitados del licor de digestión.
11. El proceso definido en la reivindicación 9, en donde la etapa de cristalización del carbonato de litio incluye precipitar cualquier calcio restante del licor de digestión y separar los precipitados de calcio del licor de digestión.
12. El proceso definido en una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10 incluye además purificar un producto de carbonato de litio a partir de la etapa de cristalización del carbonato de litio mediante disolución en presencia de dióxido de carbono, filtración para eliminar las impurezas insolubles, intercambio iónico o extracción con disolvente para eliminar las impurezas disueltas y la reprecipitación del carbonato de litio mediante calentamiento o separación por vapor.
13. El proceso definido en una cualquiera de las reivindicaciones 8-11 incluye convertir carbonato de litio de la etapa de cristalización del carbonato de litio en hidróxido de litio haciendo reaccionar carbonato de litio con hidróxido de calcio o hidróxido de sodio, la filtración para eliminar los contaminantes insolubles y la cristalización del hidróxido de litio por evaporación y enfriamiento.
14. El proceso definido en la reivindicación 13 incluye separar los cristales de hidróxido de litio del licor de digestión, lavar los cristales para eliminar las impurezas adheridas y deshidratar los cristales en un entorno libre de dióxido de carbono para producir un producto de hidróxido de litio.

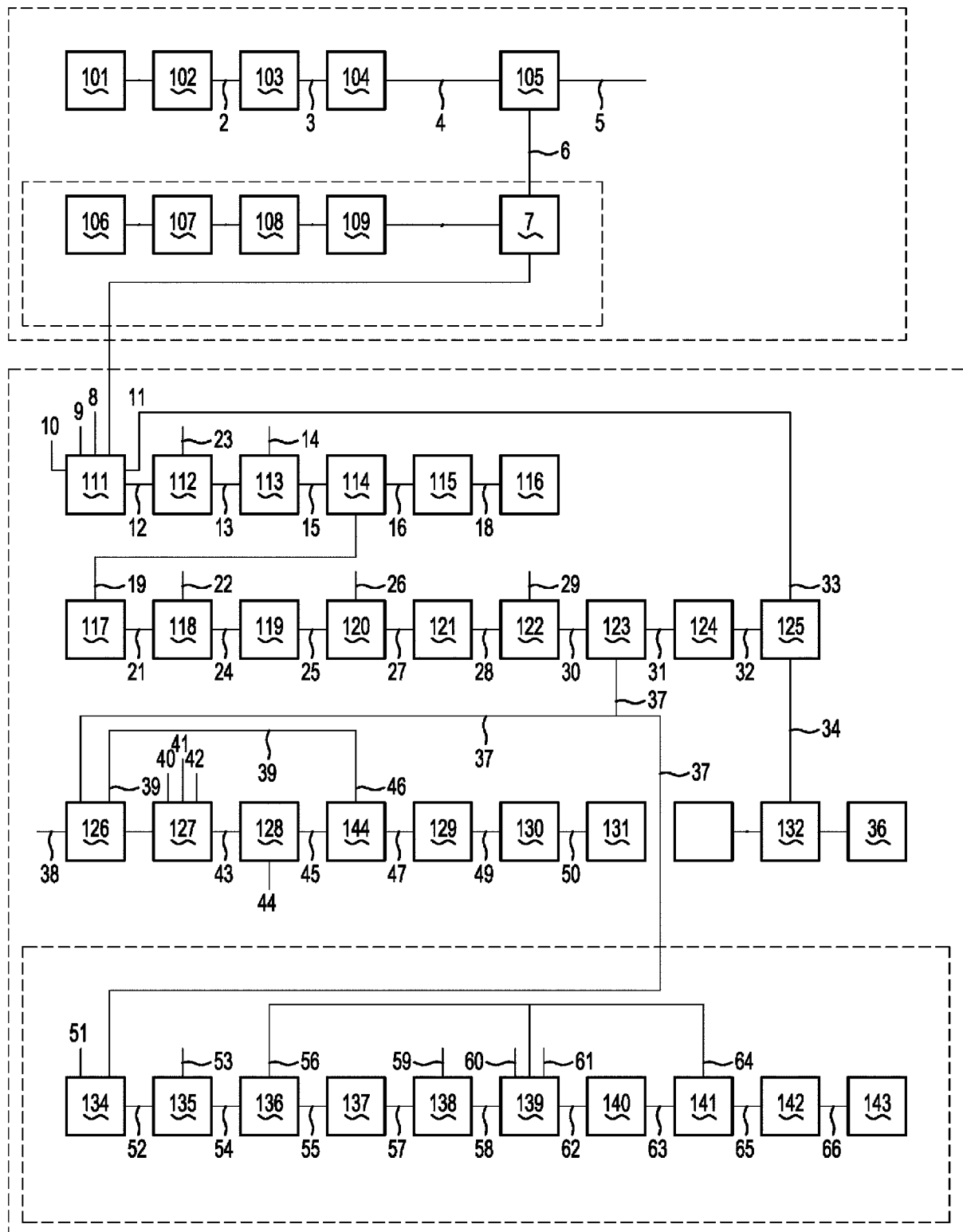


Figura 1

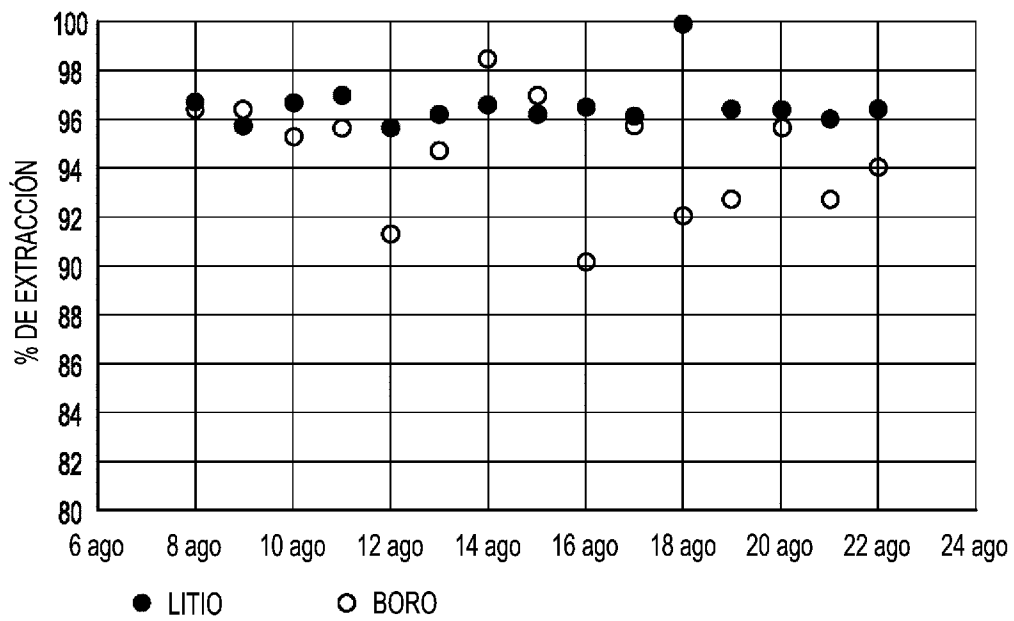


Figura 2

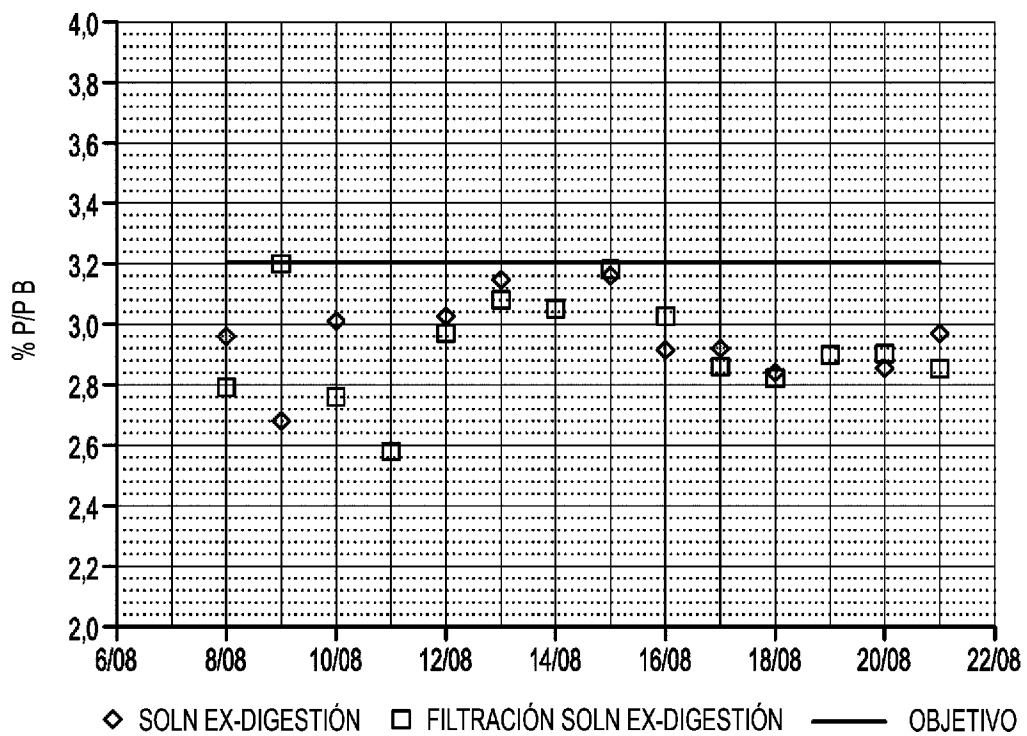


Figura 3

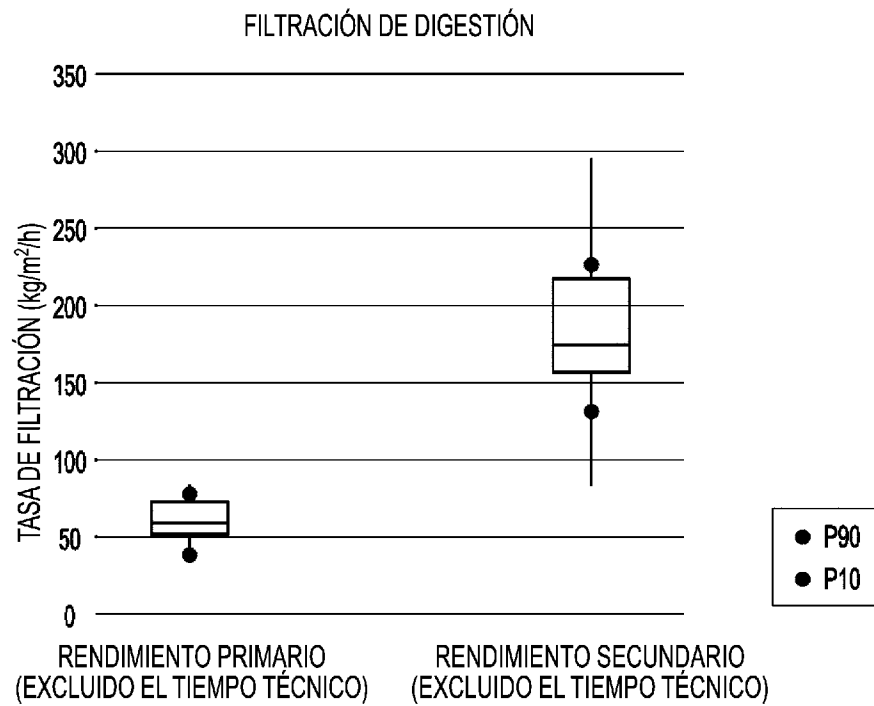


Figura 4

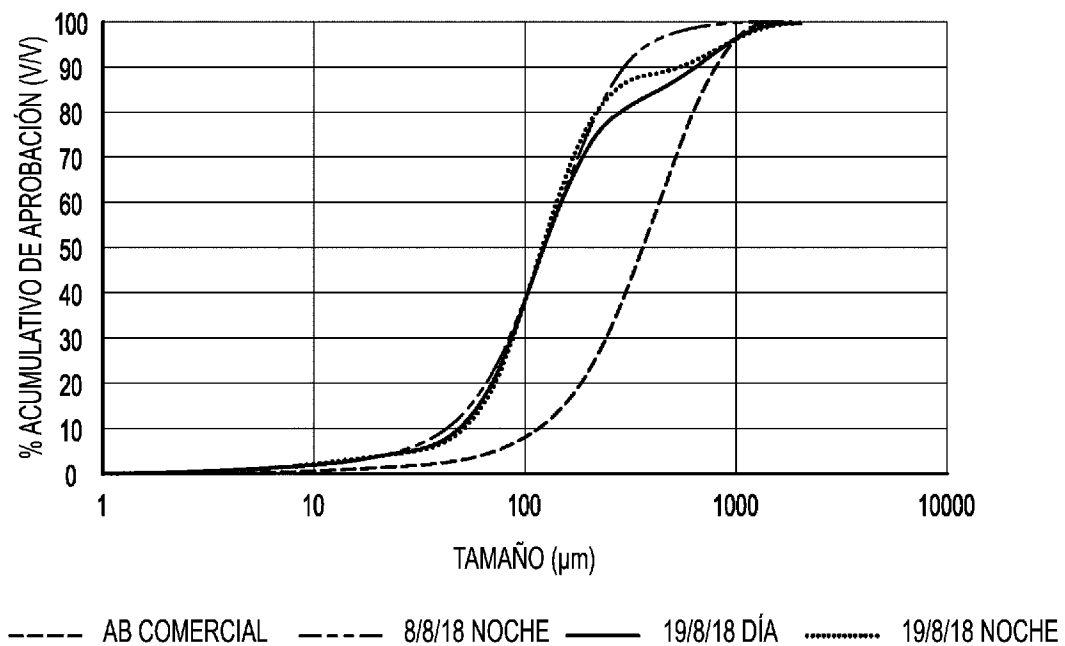


Figura 5

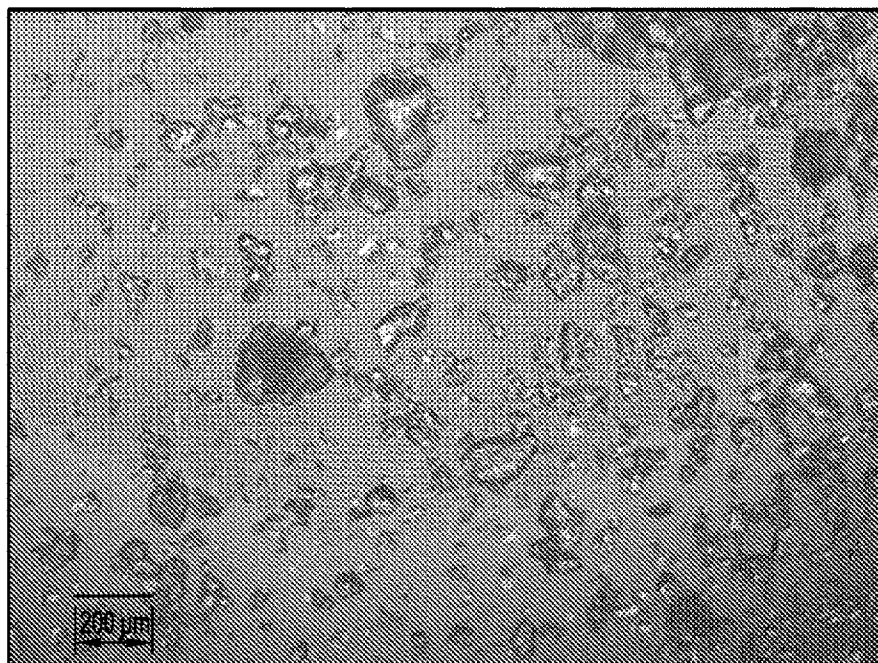


Figura 6

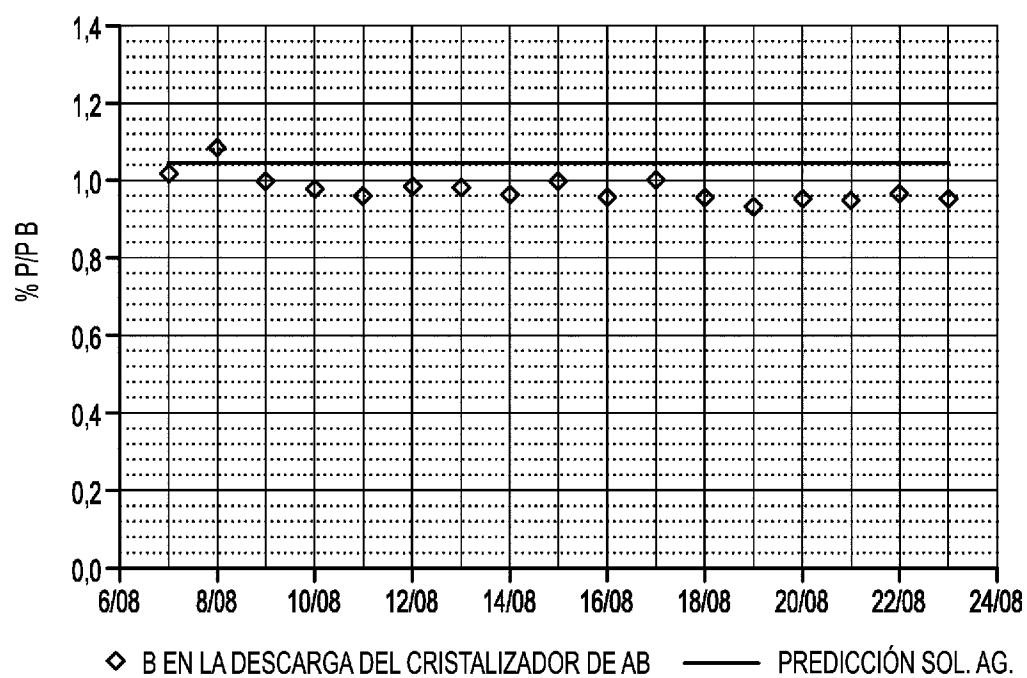


Figura 7

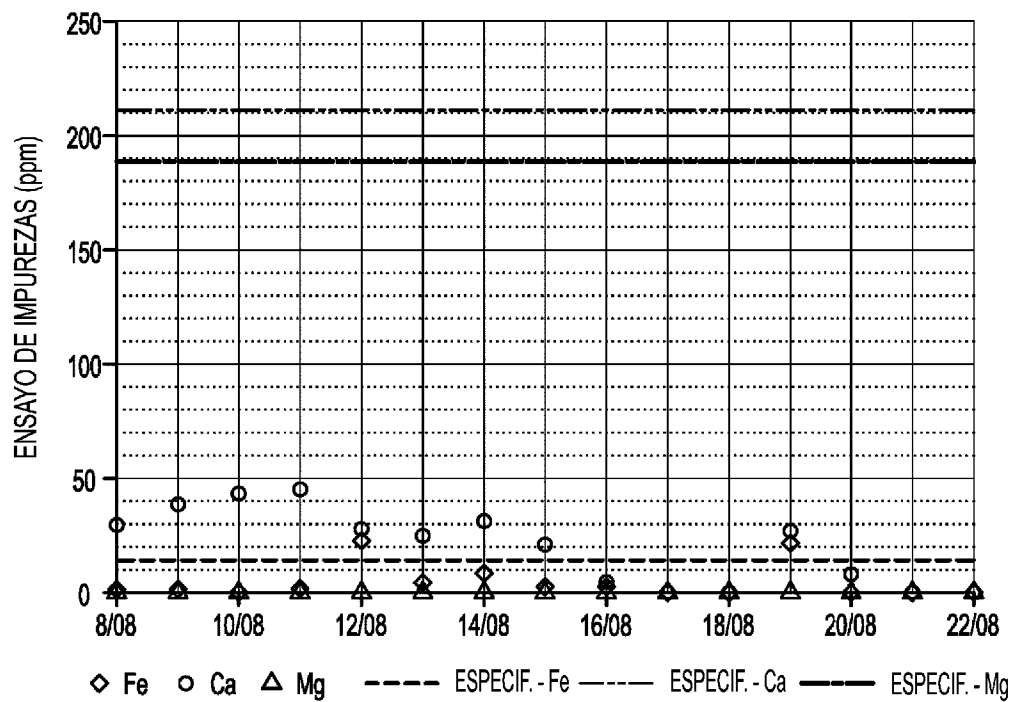


Figura 8

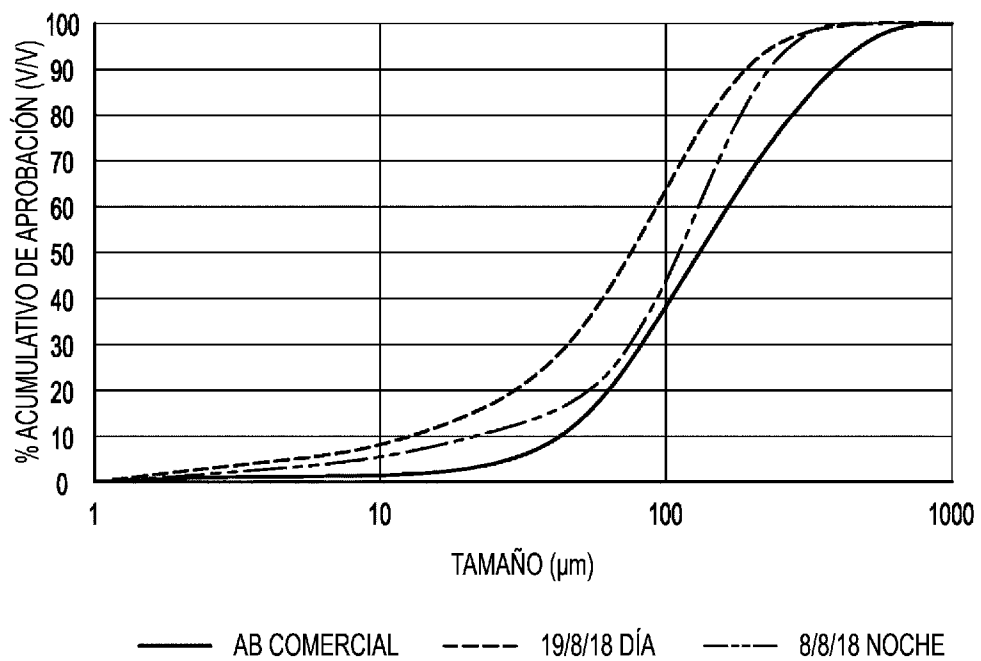


Figura 9

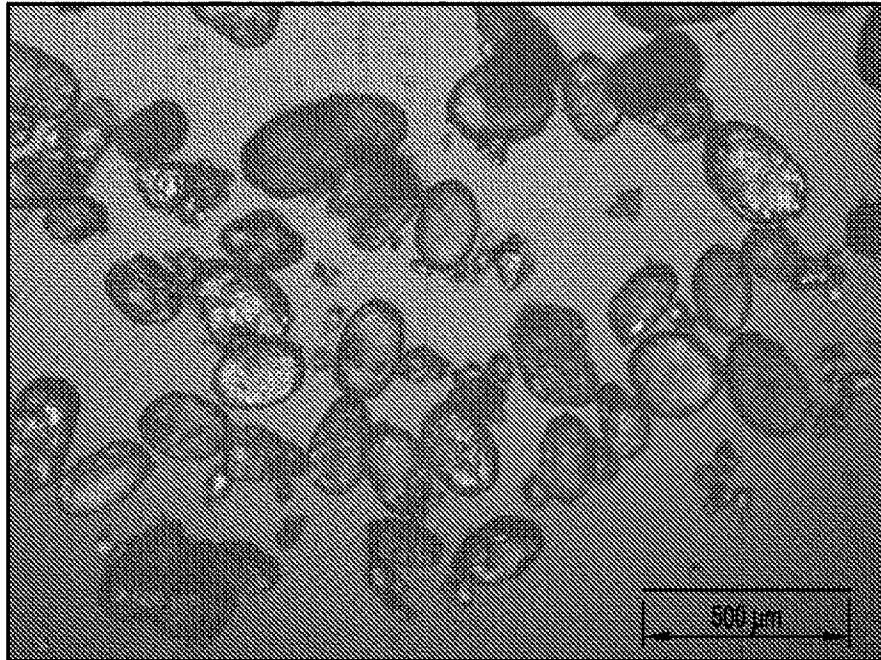


Figura 10