

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 62703 A1** (51) Cl. internationale : **C22B 15/00; C22B 23/00; C22B 7/00; C22B 3/38**
- (43) Date de publication : **31.05.2024**

- 
- (21) N° Dépôt : **62703**
- (22) Date de Dépôt : **06.06.2022**
- (30) Données de Priorité : **29.07.2021 CN 202110866011.8**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/CN2022/097174 06.06.2022**
- (71) Demandeur(s) :
- **GUANGDONG BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No.6, Zhixin Avenue, Leping Town, Sanshui District, Foshan City, Guangdong 528137 (CN)**
  - **HUNAN BRUNP RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD., No. 508, East Jinning Road, Hi-Tech Zone Ningxiang Changsha, Hunan 410600 (CN)**
  - **HUNAN BRUNP EV RECYCLING CO., LTD., No. 018 Jinsha East Road, Jinzhou New District Changsha, Hunan 410600 (CN)**
- (72) Inventeur(s) : **YU, Haijun ; XIE, Yinghao ; ZHANG, Xuemei ; LI, Changdong ; LI, Aixia**
- (74) Mandataire : **SABA & CO., TMP**

- 
- (54) Titre : **PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE NICKEL CONTENU DANS UN RÉSIDU DE LIXIVIATION À HAUTE TENEUR EN NICKEL DE MATTE**
- (57) Abrégé : Est divulgué dans la présente invention un procédé d'extraction de nickel contenu dans un résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte. Le procédé consiste à : tout d'abord ajouter un matériau broyé d'un résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte dans un solvant organique dans lequel du soufre est dissous, le chauffer pour une mise en réaction, et réaliser une séparation solide-liquide pour obtenir un premier filtrat et un premier résidu de filtre ; ajouter le premier résidu de filtre dans une solution de sulfate de cuivre, la chauffer pour une mise en réaction, et réaliser une séparation solide-liquide pour obtenir un second filtrat et un second résidu de filtre ; et effectuer une évaporation, une condensation et une concentration du second filtrat, et le filtrer pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel. Selon la présente invention, en faisant

appel à la propriété d'oxydation du soufre élémentaire dans le solvant organique, le  $\text{Cu}_2\text{S}$ , le  $\text{Ni}_3\text{S}_2$ , le  $\text{CuFeS}_2$ , un alliage nickel-fer-cuivre, etc. dans le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte sont oxydés en  $\text{CuS}$ ,  $\text{NiS}$  et  $\text{FeS}$  ; de plus, en présence du solvant organique, le soufre élémentaire dans le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte est dissous dans le solvant ;  $\text{NiS}$  et  $\text{FeS}$  sont ensuite remplacés dans la solution de sulfate de cuivre par du  $\text{CuS}$  plus insoluble ; et les ions nickel et les ions ferreux passent dans la solution, de sorte que la teneur en cuivre dans le résidu de lixiviation est encore améliorée. Pendant toute la réaction, seule une petite quantité de soufre et de sulfate de cuivre sont consommés, et le solvant organique peut être recyclé.

### Abrégé

Pendant toute la réaction, seule une petite quantité de soufre et de sulfate de cuivre sont consommés, et le solvant organique peut être recyclé. Le procédé consiste à : tout d'abord ajouter un matériau broyé d'un résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte dans un solvant organique dans lequel du soufre est dissous, le chauffer pour une mise en réaction, et réaliser une séparation solide-liquide pour obtenir un premier filtrat et un premier résidu de filtre ; ajouter le premier résidu de filtre dans une solution de sulfate de cuivre, la chauffer pour une mise en réaction, et réaliser une séparation solide-liquide pour obtenir un second filtrat et un second résidu de filtre ; et effectuer une évaporation, une condensation et une concentration du second filtrat, et le filtrer pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel. Selon la présente invention, en faisant appel à la propriété d'oxydation du soufre élémentaire dans le solvant organique, le  $\text{Cu}_2\text{S}$ , le  $\text{Ni}_3\text{S}_2$ , le  $\text{CuFeS}_2$ , un alliage nickel-fer-cuivre, etc. dans le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte sont oxydés en  $\text{CuS}$ ,  $\text{NiS}$  et  $\text{FeS}$  ; de plus, en présence du solvant organique, le soufre élémentaire dans le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel de matte est dissous dans le solvant ;  $\text{NiS}$  et  $\text{FeS}$  sont ensuite remplacés dans la solution de sulfate de cuivre par du  $\text{CuS}$  plus insoluble ; et les ions nickel et les ions ferreux passent dans la solution, de sorte que la teneur en cuivre dans le résidu de lixiviation est encore améliorée. Pendant toute la réaction, seule une petite quantité de soufre et de sulfate de cuivre sont consommés, et le solvant organique peut être recyclé.

**PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE NICKEL CONTENU DANS UN RÉSIDU DE  
LIXIVIATION À HAUTE TENEUR EN NICKEL DE MATTE**

**Domaine de l'invention**

5 [0001] La présente invention concerne le domaine technique de la métallurgie, en particulier un procédé d'extraction de nickel à partir de résidu de lixiviation de matte à haute teneur en nickel.

**État de la technique**

10 [0002] La matte à haute teneur en nickel est un eutectique sulfuré de métaux tels que le nickel, le cuivre, le cobalt et le fer, généré par la fusion primaire d'un concentré de nickel via un convertisseur électrique. Il peut être utilisé pour produire du nickel électrolytique, de l'oxyde de nickel, du ferronickel, des alliages contenant du nickel et divers sels de nickel, et il peut également être directement utilisé pour la fabrication de l'acier après un traitement spécial.

15 [0003] Après avoir finement broyé et pulvérisé une matte à haute teneur en nickel, puis séparé par flottation et séparation magnétique, un concentré de nickel contenant 67 % à 68 % de nickel est obtenu. Pendant ce temps, un concentré de cuivre et un alliage cuivre-nickel sont sélectionnés pour récupérer respectivement le cuivre et l'or du groupe platine. Le concentré de nickel est fondu dans un four à réverbère pour obtenir du sulfure de nickel, qui est ensuite soumis à un affinage électrolytique ou à une fusion par réduction dans un four électrique (ou un four à réverbère) pour obtenir du nickel brut, qui est ensuite soumis à un affinage électrolytique.

20 [0004] La matte à haute teneur en nickel peut être utilisée pour produire du nickel électrolytique à l'aide d'un processus d'électrolyse conventionnel, et peut également être utilisée pour produire du sulfate de nickel à l'aide d'un processus de lixiviation à haute pression. De cette manière, grâce à la matte à haute teneur en nickel comme produit intermédiaire, plusieurs produits à base de nickel tels que le nickel électrolytique, le ferronickel et le sulfate de nickel peuvent être mutuellement transformés et équilibrés sur le marché, ce qui bénéficiera généralement au développement sain et stable du marché.

[0005] De plus, avec le développement rapide du marché des véhicules électriques, la demande

de sulfate de cobalt et de nickel pour les batteries électriques a augmenté. Les principales matières premières pour la préparation du sulfate de nickel comprennent la matte à haute teneur en nickel, les produits intermédiaires du nickel par hydrométallurgie, les grains de nickel/poudre de nickel et les déchets de nickel. Parmi eux, la préparation de sulfate de nickel à partir de matte à haute teneur en nickel par lixiviation acide à haute pression est la principale source de produits à base de sulfate de nickel actuellement. Ce processus présente les caractéristiques d'un flux de processus court, d'une forte adaptabilité des matières premières, d'un taux de récupération élevé des métaux précieux et de peu de résidus de solution, et est largement utilisé.

**[0006]** Cependant, après la lixiviation sélective à l'acide sulfurique en trois étapes de la matte à haute teneur en nickel, la teneur en nickel dans les résidus de lixiviation est encore élevée, ce qui entraîne un gaspillage des ressources en nickel. Les formes des éléments dans les résidus de lixiviation à haute teneur en nickel sont relativement complexes, comprenant principalement CuS, Cu<sub>2</sub>S, NiS, Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>, FeS, CuFeS<sub>2</sub>, soufre élémentaire et alliages nickel-fer-cuivre, etc. À l'heure actuelle, il n'existe aucun procédé efficace pour la récupération et le traitement du nickel dans les résidus de lixiviation à haute teneur en nickel.

**[0007]** Par conséquent, il existe un besoin urgent d'un procédé de traitement des résidus de lixiviation à haute teneur en nickel afin d'extraire l'élément nickel présent dans les résidus de lixiviation et d'améliorer le taux d'utilisation des ressources en nickel.

## 20 **Résumé de l'invention**

**[0008]** La présente invention vise à résoudre au moins un des problèmes techniques existant dans l'art antérieur mentionné ci-dessus. Pour cette raison, la présente invention propose un procédé d'extraction du nickel à partir de résidu de lixiviation à haute teneur en nickel. Le procédé convertit d'abord les composants complexes des résidus de lixiviation mats à haute teneur en nickel en composants simples, puis remplace et extrait l'élément nickel qu'ils contiennent.

**[0009]** Selon un aspect de la présente invention, un procédé d'extraction du nickel à partir d'un résidu de lixiviation mat à haute teneur en nickel est proposé, comprenant les étapes suivantes :

S1 : ajouter un matériau pulvérisé de résidu de lixiviation à haute teneur en nickel à un

solvant organique dans lequel du soufre est dissous, chauffer pour effectuer la réaction, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un premier filtrat et un premier résidu de filtre ;

5 S2 : ajouter le premier résidu de filtre à une solution de sulfate de cuivre, chauffer pour effectuer la réaction, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un second filtrat et un second résidu de filtre ;

S3 : évaporer, condenser et concentrer le deuxième filtrat, et effectuer une filtration pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel.

10 **[0010]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S1, le solvant organique est choisi parmi un ou plusieurs parmi le disulfure de carbone, le tétrachlorure de carbone, le méthylcyclohexane, le trichloroéthane, le trichloroéthylène, le tétrachloroéthane, l'éther diméthylque du diéthylèneglycol, tétrahydronaphtalène et décahydronaphtalène.

**[0011]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S1, la concentration du soufre dans le solvant organique est de 10 à 700 g/L.

15 **[0012]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S1, un rapport solide/liquide du matériau pulvérisé au solvant organique est de 1 g : (0.5-5) mL.

20 **[0013]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S1, la température de chauffage est de 80 à 120 °C ; de préférence, la durée de la réaction est de 1 à 5 h. Le soufre élémentaire ne peut oxyder les métaux en abonnements, par exemple  $\text{Cu}_2\text{S}$ , que dans des conditions de chauffage ordinaires, tandis que le soufre élémentaire dans une solution  $\text{CS}_2$  peut oxyder les métaux en des ions, par exemple  $\text{CuS}$ , à 100°C. Par conséquent, les performances d'oxydation du soufre peuvent être améliorées dans les conditions réactionnelles susmentionnées.

**[0014]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S1, le premier filtrat est un solvant organique, qui peut être recyclé après addition de soufre.

25 **[0015]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S2, la concentration de la solution de sulfate de cuivre est de 0,1 à 4,0 mol/L, plus préférablement de 2,0 à 4,0 mol/L. Plus la concentration de la solution de sulfate de cuivre est élevée, plus la vitesse de réaction est rapide et plus le remplacement des ions nickel et des ions ferreux est complet.

**[0016]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S2, le rapport solide/liquide du premier résidu de filtre à la solution de sulfate de cuivre est de 1 g : (0.5-5) mL.

**[0017]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S2, la température de chauffage est de 80 à 180 °C ; de préférence, la durée de la réaction est de 2 à 8 h.

5 **[0018]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S2, le deuxième résidu de filtre est utilisé pour faire du cuivre, et le deuxième résidu de filtre est du CuS.

**[0019]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S3, le condensat produit par évaporation et condensation et les cristaux de sulfate de cuivre peuvent être préparés sous forme de solution de sulfate de cuivre pour recyclage.

10 **[0020]** Dans certains modes de réalisation de la présente invention, à l'étape S3, un agent d'extraction est ajouté au filtrat contenant du nickel pour effectuer l'extraction, et le filtrat est laissé au repos et séparé pour obtenir un filtrat contenant du nickel. extraction d'une phase organique et d'un raffinat ; puis le nickel est réextrait de la phase organique d'extraction contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique pour obtenir une solution de sulfate de nickel.

15 **[0021]** Dans certains modes de réalisation préférés de la présente invention, l'agent d'extraction est choisi parmi un ou plusieurs parmi P204, P507, DEHPA et Cyanex272 ; de préférence, la phase organique d'extraction obtenue après la contre-extraction peut être resaponifiée et recyclée.

**[0022]** Dans certains modes de réalisation préférés de la présente invention, le raffinat peut être recyclé sous forme de solution de sulfate de cuivre après élimination du fer.

20 **[0023]** Selon un mode de réalisation préféré de la présente invention, la présente invention présente au moins les effets bénéfiques suivants :

**[0024]** 1. La présente invention convertit d'abord les composants complexes d'un résidu de lixiviation mat à haute teneur en nickel en composants simples, puis remplace et extrait l'élément nickel qu'il contient. En utilisant la propriété oxydante d'un élément soufré dans les solvants organiques, Cu<sub>2</sub>S, Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub>, CuFeS<sub>2</sub>, et l'alliage nickel-fer-cuivre en nickel lixiviation mate résidus sont oxydés en CuS, NiS et FeS, et en présence de solvants organiques, le soufre élémentaire en nickel lixiviation mate résidus est dissous dans le solvant ; pour le nickel et le fer en présence denickel lixiviation mate résidus, la lixiviation acide conventionnelle ne peut pas être effectuée,

et comme les ions cuivre sont plus facile à précipiter que les ions hydrogène et la constante de solubilité du CuS est plus petite et il est plus difficile à dissoudre, une solution de sulfate de cuivre est utilisée pour remplacer NiS et FeS par du CuS plus insoluble, tandis que les ions nickel et les ions ferreux pénètrent dans la solution, augmentant encore la teneur en cuivre des résidus  
5 de lixiviation, ce qui est bénéfique pour la fusion ultérieure du cuivre.

[0025] 2. Pendant tout le processus de réaction, seule une petite quantité de soufre et de sulfate de cuivre est consommée, le solvant organique peut être recyclé et réutilisé, et le condensat du processus d'évaporation et de condensation ainsi que les cristaux de sulfate de cuivre précipités peuvent être réutilisés. La présente invention présente un flux de processus court, utilise au  
10 mieux les matériaux, consomme moins de matériaux auxiliaires, a de faibles coûts et est rapide à prendre effet, ce qui convient à la promotion industrielle.

### **BRÈVE DESCRIPTION DES DESSINS**

[0026] La présente invention est décrite plus en détail ci-dessous en conjonction avec les  
15 dessins et modes de réalisation, dans lesquels :

[0027] FIG. La figure 1 est un diagramme schématique du flux de processus de l'exemple 1 de la présente invention.

### **Description détaillée**

[0028] Ci-après, le concept de la présente invention et les effets techniques produits par la  
20 présente invention seront décrits clairement et complètement en conjonction avec les modes de réalisation, de manière à comprendre pleinement l'objectif, les caractéristiques et les effets de la présente invention. Les modes de réalisation décrits ne constituent qu'une partie des modes de réalisation de la présente invention, plutôt que la totalité. Tous les autres modes de réalisation  
25 obtenus par l'homme du métier à partir des modes de réalisation de la présente invention sans aucun travail de création entrent dans le cadre de la présente invention.

### **Exemple 1**

[0029] Dans cet exemple, le nickel a été extrait du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel

et du sulfate de nickel a été préparé. La composition du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel était la suivante : nickel 7,38 %, cuivre 42,3 %, fer 10,9 %, soufre 23,35 %. Cet exemple a été réalisé à travers les étapes suivantes, et l'on pourra se référer à la Fig. 1 :

5 **[0030]** (1) Prétraitement des matières premières : Le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel a été broyé en poudre ;

**[0031]** (2) Oxydation du soufre : Du disulfure de carbone dans lequel du soufre a été dissous avec une concentration de soufre de 700 g/L a été ajouté au matériau en poudre obtenu à l'étape (1), et le rapport solide-liquide a été contrôlé à 1 g : 0.5 mL. La température de la réaction était de 120 °C et la durée de la réaction était de 1 h ;

10 **[0032]** (3) Traitement de filtration : Une fois la réaction de l'étape (2) terminée, la séparation solide-liquide a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration. Le filtrat était un solvant organique, qui peut être recyclé après ajout de soufre ;

**[0033]** (4) Remplacement du cuivre : Une solution de sulfate de cuivre avec une concentration de 4,0 mol/L a été ajoutée au résidu de filtre obtenu à l'étape (3), et le rapport solide-liquide du résidu de filtre à la solution de sulfate de cuivre a été contrôlé à 1 g : 0.5 mL. La température de la réaction était de 180 °C et la durée de la réaction était de 2 h ;

**[0034]** (5) Filtration : Une fois la réaction de l'étape (4) terminée, la séparation solide-liquide a été effectuée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtre CuS, et le résidu de filtre CuS a été envoyé à l'usine de cuivre pour la production de cuivre ;

20 **[0035]** (6) Évaporation et condensation : Le filtrat obtenu à l'étape (5) a été évaporé, condensé, puis filtré pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel. Le condensat produit par évaporation et condensation et les cristaux de sulfate de cuivre obtenus par filtration peuvent être préparés comme solution de sulfate de cuivre destinée au recyclage ;

25 **[0036]** (7) Traitement d'extraction : Le filtrat contenant du nickel à l'étape (6) a été extrait avec l'agent d'extraction P204. Après repos et séparation, une phase organique d'extraction contenant du nickel et un raffinat ont été obtenus. Le nickel a été réextrait de la phase organique d'extraction contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique à 5 mol/L pour obtenir une solution de sulfate de nickel. La phase organique d'extraction obtenue peut être resaponifiée et recyclée, et le raffinat a été recyclé sous forme de solution de sulfate de cuivre après élimination du fer.

**[0037]** Le résidu du filtre CuS a été testé et la composition comprenait du nickel 0,36 %, du cuivre 59,86 %, du fer 0,93 % et du soufre 28,22 %. Cela montre que le nickel et le fer ont été essentiellement lessivés après la réaction de déplacement du cuivre.

### **Exemple 2**

5 **[0038]** Dans cet exemple, le nickel a été extrait du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel et du sulfate de nickel a été préparé. La composition du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel était la suivante : nickel 5,58 %, cuivre 55,7 %, fer 8,66 %, soufre 20,37 %. Cet exemple a été réalisé à travers les étapes suivantes :

10 **[0039]** (1) Prétraitement des matières premières : Le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel a été broyé en poudre ;

**[0040]** (2) Oxydation du soufre : Du tétrachlorure de carbone dans lequel du soufre a été dissous avec une concentration de soufre de 10 g/L a été ajouté au matériau en poudre obtenu à l'étape (1), et le rapport solide-liquide a été contrôlé à 1 g : 5 mL. La température de la réaction était de 80 °C et la durée de la réaction était de 5 h ;

15 **[0041]** (3) Traitement de filtration : Une fois la réaction de l'étape (2) terminée, la séparation solide-liquide a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration. Le filtrat était un solvant organique, qui peut être recyclé après ajout de soufre ;

20 **[0042]** (4) Remplacement du cuivre : Une solution de sulfate de cuivre avec une concentration de 0,1 mol/L a été ajoutée au résidu de filtre obtenu à l'étape (3), et le rapport solide-liquide du résidu de filtre à la solution de sulfate de cuivre a été contrôlé à 1 g : 5 mL. La température de la réaction était de 80 °C et la durée de la réaction était de 8 h ;

**[0043]** (5) Filtration : Une fois la réaction de l'étape (4) terminée, la séparation solide-liquide a été effectuée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtre CuS, et le résidu de filtre CuS a été envoyé à l'usine de cuivre pour la production de cuivre ;

25 **[0044]** (6) Évaporation et condensation : Le filtrat obtenu à l'étape (5) a été évaporé, condensé, puis filtré pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel. Le condensat produit par évaporation et condensation et les cristaux de sulfate de cuivre obtenus par filtration peuvent être préparés comme solution de sulfate de cuivre destinée au recyclage ;

[0045] (7) Traitement d'extraction : Le filtrat contenant du nickel à l'étape (6) a été extrait avec l'agent d'extraction P507. Après repos et séparation, une phase organique d'extraction contenant du nickel et un raffinat ont été obtenus. Le nickel a été réextrait de la phase organique d'extraction contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique à 3 mol/L pour obtenir une solution de sulfate de nickel. La phase organique d'extraction obtenue peut être resaponifiée et recyclée, et le raffinat a été recyclé sous forme de solution de sulfate de cuivre après élimination du fer.

[0046] Le résidu du filtre CuS a été testé et la composition comprenait du nickel 0,47 %, du cuivre 65,52 %, du fer 0,75 % et du soufre 25,22 %. Cela montre que le nickel et le fer ont été essentiellement lessivés après la réaction de déplacement du cuivre.

### 10 Exemple 3

[0047] Dans cet exemple, le nickel a été extrait du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel et du sulfate de nickel a été préparé. La composition du résidu de lixiviation à haute teneur en nickel était la suivante : nickel 6,28 %, cuivre 58,73 %, fer 9,32 %, soufre 17,23 %. Cet exemple a été réalisé à travers les étapes suivantes :

15 [0048] (1) Prétraitement des matières premières : Le résidu de lixiviation à haute teneur en nickel a été broyé en poudre ;

[0049] (2) Oxydation du soufre : Du décahydronaphtalène dans lequel du soufre a été dissous avec une concentration de soufre de 350 g/L a été ajouté au matériau en poudre obtenu à l'étape (1), et le rapport solide-liquide a été contrôlé à 1 g : 2.5 mL. La température de la réaction était de 20 100 °C et la durée de la réaction était de 3 h ;

[0050] (3) Traitement de filtration : Une fois la réaction de l'étape (2) terminée, la séparation solide-liquide a été réalisée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtration. Le filtrat était un solvant organique, qui peut être recyclé après ajout de soufre ;

25 [0051] (4) Remplacement du cuivre : Une solution de sulfate de cuivre avec une concentration de 2,0 mol/L a été ajoutée au résidu de filtre obtenu à l'étape (3), et le rapport solide-liquide du résidu de filtre à la solution de sulfate de cuivre a été contrôlé à 1 g : 2.5 mL. La température de la réaction était de 130 °C et la durée de la réaction était de 5 h ;

[0052] (5) Filtration : Une fois la réaction de l'étape (4) terminée, la séparation solide-liquide a

été effectuée pour obtenir un filtrat et un résidu de filtre CuS, et le résidu de filtre CuS a été envoyé à l'usine de cuivre pour la production de cuivre ;

5 [0053] (6) Évaporation et condensation : Le filtrat obtenu à l'étape (5) a été évaporé, condensé, puis filtré pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel. Le condensat produit par évaporation et condensation et les cristaux de sulfate de cuivre obtenus par filtration peuvent être préparés comme solution de sulfate de cuivre destinée au recyclage ;

10 [0054] (7) Traitement d'extraction : Le filtrat contenant du nickel à l'étape (6) a été extrait avec l'agent d'extraction Cyanex272. Après repos et séparation, une phase organique d'extraction contenant du nickel et un raffinat ont été obtenus. Le nickel a été réextrait de la phase organique d'extraction contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique à 4 mol/L pour obtenir une solution de sulfate de nickel. La phase organique d'extraction obtenue peut être resaponifiée et recyclée, et le raffinat a été recyclé sous forme de solution de sulfate de cuivre après élimination du fer.

15 [0055] Le résidu du filtre CuS a été testé et la composition comprenait du nickel 0,51 %, du cuivre 64,53 %, du fer 0,82 % et du soufre 24,29 %. Cela montre que le nickel et le fer ont été essentiellement lessivés après la réaction de déplacement du cuivre.

20 [0056] Les modes de réalisation de la présente invention ont été décrits en détail ci-dessus en conjonction avec les dessins. Cependant, la présente divulgation n'est pas limitée aux modes de réalisation mentionnés ci-dessus, et diverses modifications peuvent être apportées sans s'éloigner de l'objectif de la présente divulgation dans le cadre des connaissances possédées par l'homme du métier. De plus, en l'absence de conflit, les modes de réalisation de la présente invention et les caractéristiques des modes de réalisation peuvent être combinés les uns avec les autres.

### Revendications

1. Procédé d'extraction du nickel à partir d'un résidu de lixiviation à haute teneur en nickel, comprenant les étapes suivantes :

5 S1 : ajouter un matériau pulvérisé de résidu de lixiviation à haute teneur en nickel à un solvant organique dans lequel du soufre est dissous, chauffer pour effectuer une réaction, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un premier filtrat et un premier résidu de filtre ;

10 S2 : ajouter le premier résidu de filtre à une solution de sulfate de cuivre, chauffer pour effectuer une réaction, et effectuer une séparation solide-liquide pour obtenir un second filtrat et un second résidu de filtre ;

S3 : évaporer, condenser et concentrer le deuxième filtrat, et effectuer une filtration pour obtenir des cristaux de sulfate de cuivre et un filtrat contenant du nickel.

15 2. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S1, le solvant organique est choisi parmi un ou plusieurs parmi le disulfure de carbone, le tétrachlorure de carbone, le méthylcyclohexane, le trichloroéthane, le trichloroéthylène, le tétrachloroéthane, l'éther diméthylque du diéthylèneglycol, le tétrahydronaphtalène et le décahydronaphtalène.

20 3. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S1, la concentration du soufre dans le solvant organique est de 10 à 700 g/L.

4. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S1, le rapport solide/liquide du matériau pulvérisé au solvant organique est de 1 g : (0.5-5) mL.

25

5. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S1, la température de chauffage est de 80 à 120°C ; de préférence, la durée de la réaction est de 1 à 5 heures.

6. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S2, la concentration de la solution de sulfate de cuivre est de 0,1 à 4,0 mol/L.

5 7. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S2, le rapport solide/liquide du premier résidu de filtre à la solution de sulfate de cuivre est de 1 g : (0.5-5) mL.

8. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S2, la température de chauffage est de 80 à 120°C ; de préférence, la durée de la réaction est de 2 à 8 heures.

10

9. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S2, le deuxième résidu de filtre est utilisé pour fabriquer du cuivre.

15 10. Le procédé selon la revendication 1, dans lequel à l'étape S3, un agent d'extraction est ajouté au filtrat contenant du nickel pour effectuer l'extraction, et le filtrat est laissé au repos et séparé pour obtenir une phase organique d'extraction contenant du nickel et un raffinat ; puis le nickel est réextrait de la phase organique d'extraction contenant du nickel avec une solution d'acide sulfurique pour obtenir une solution de sulfate de nickel.

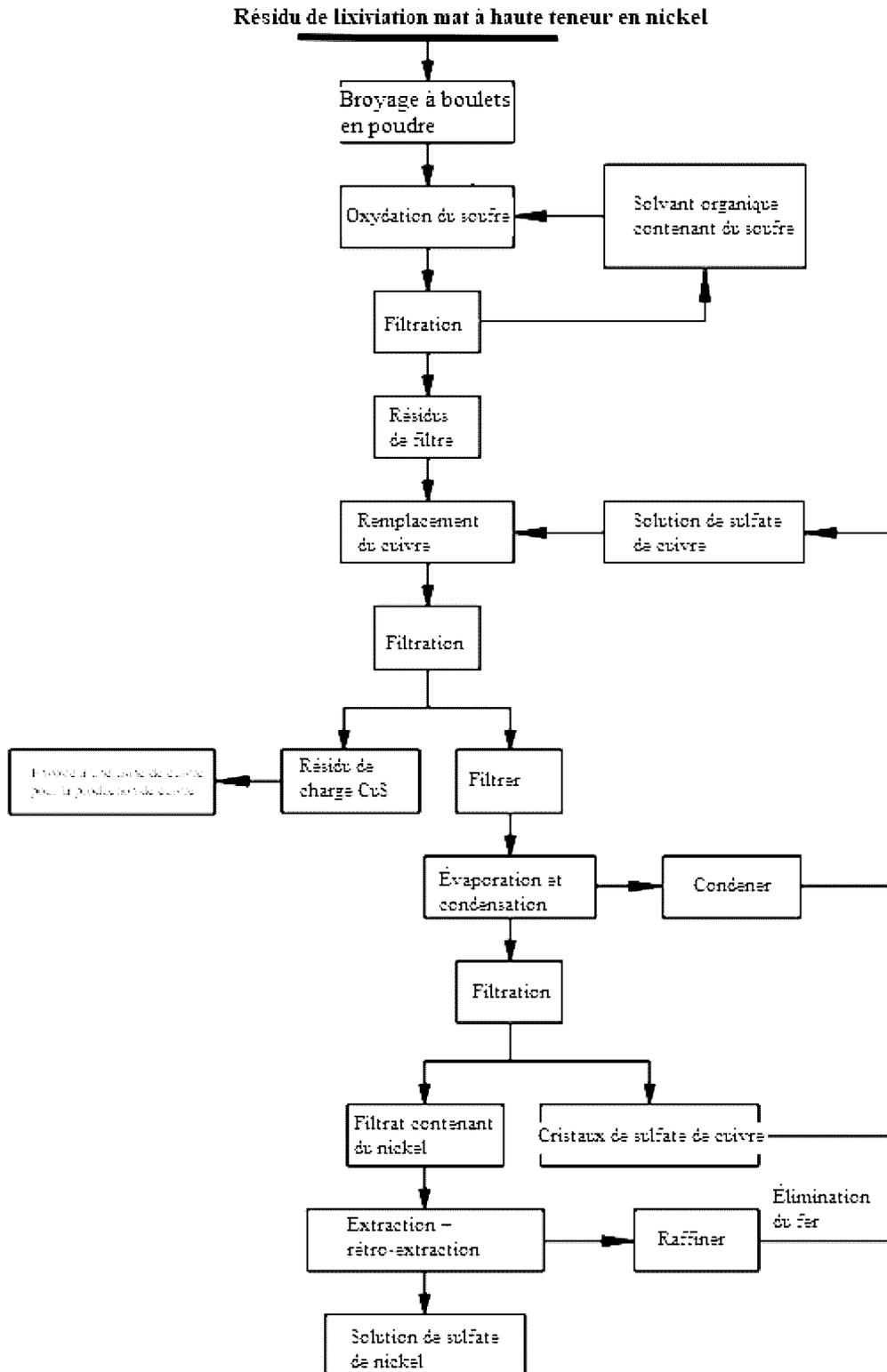


FIG. 1

**RAPPORT DE RECHERCHE  
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**  
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la  
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée  
par la loi 23-13)

**Renseignements relatifs à la demande**

N° de la demande : 62703

Date de dépôt : 06/06/2022

Date d'entrée en phase nationale : 05/10/2023

Déposant : GUANGDONG BRUNP  
RECYCLING TECHNOLOGY CO., LTD.;  
HUNAN BRUNP RECYCLING  
TECHNOLOGY CO., LTD. & HUNAN BRUNP  
EV RECYCLING CO., LTD.

Date de priorité : 29/07/2021

Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ D'EXTRACTION DE NICKEL CONTENU DANS UN RÉSIDU  
DE LIXIVIATION À HAUTE TENEUR EN NICKEL DE MATTE

Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément  
aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de  
la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site  
<http://worldwide.espacenet.com>, et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.

Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :

Partie 1 : Considérations générales

- 
- Cadre 1 : Base du présent rapport
- 
- 
- Cadre 2 : Priorité
- 
- 
- Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés

Partie 2 : Rapport de recherche

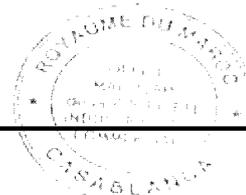
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

- 
- Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté
- 
- 
- Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention
- 
- 
- Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité
- 
- 
- Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Examineur: Abdelfettah EL KADIRI

Date d'établissement du rapport : 20/05/2024

Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00



**Partie 1 : Considérations générales****Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description  
9 Pages
- Revendications  
1-10
- Planches de dessin  
1 Page

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C22B15/00, C22B7/00, C22B3/38, C22B23/00

CPC : C01G 3/10, C22B 15/0063, C22B 23/04, C22B 23/0461, C22B 3/22, C22B 3/3844

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

| Catégorie* | Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents                   | N° des revendications visées |
|------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------|
| Y          | CN101381810A (CHINA ENFI ENGINEERING CORPORATION) (2009-03-11)<br>Revendications 1 & 3       | 1-10                         |
| Y          | JP2008150659A (B2) (DOWA METALS & MINING CO LTD) (2008-07-03)<br>Description, Revendications | 1-10                         |
| A          | CN107630146A (CHINA ENFI ENGINEERING CORPORATION) (2018-01-26)<br>Document entier            | 1-10                         |
| A          | CN110342590A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY) (2019-10-18)<br>Document entier                      | 1-10                         |

**\*Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément  
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier  
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent  
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs  
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

**Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité****Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

|                          |                                              |            |
|--------------------------|----------------------------------------------|------------|
| Nouveauté                | Revendications 1-10<br>Revendications aucune | Oui<br>Non |
| Activité inventive       | Revendications aucune<br>Revendications 1-10 | Oui<br>Non |
| Application Industrielle | Revendications 1-10<br>Revendications aucune | Oui<br>Non |

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : CN101381810A  
D2 : JP2008150659A

**1. Nouveauté**

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques des revendications 1-10. Ainsi l'objet des revendications 1-10 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

**2. Activité inventive**

Le document D1, qui est l'état de la technique le plus proche de la présente demande, divulgue un procédé de lixiviation pour un alliage à grains fins de cuivre-nickel, caractérisé en ce que : un mode de lixiviation segmenté est utilisé, comprenant une lixiviation de première étape, une lixiviation de deuxième étape et une lixiviation sous pression réalisées en séquence ; le résidu de la lixiviation de première étape est utilisé comme matière première pour la lixiviation de deuxième étape, le résidu de la lixiviation de deuxième étape est utilisé comme matière première pour la lixiviation sous pression, et le résidu de la lixiviation sous pression est utilisé comme matière première de métaux nobles. L'agent de lixiviation de la première étape comprend de l'acide sulfurique ou de l'acide sulfurique contenant des ions de cuivre (revendications 1 et 3).

La revendication 1 diffère de la revendication D1 par : l'ajout d'un solvant organique contenant du soufre.

Le problème technique objectif est la fourniture d'un procédé alternatif d'extraction de nickel.

Le document D2 utilise du soufre dissous dans l'eau pour oxyder le cuivre en  $\text{Cu}_2\text{S}$  (sulfure de cuivre), selon D2, le cuivre se transforme en sulfure de cuivre et n'est donc pas lessivé. L'homme du métier et à partir de D1 peut utiliser l'enseignement de D2 pour utiliser le soufre dissous dans un solvant comme l'eau pour oxyder le cuivre en sulfure de cuivre et ce sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet de la revendication 1 n'implique d'activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-10 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elle se réfère, définisse un objet satisfaisant aux exigences concernant l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

### **3. Application industrielle**

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.