

República de Cuba

Ministerio de Educación Superior
Instituto Superior Minero-Metalúrgico
"Dr. Antonio Núñez Jiménez"
Facultad Metalurgia-Electromecánica
Departamento de Metalurgia

Trabajo de Diploma

Título: Precipitación de sulfuros de níquel a partir del licor efluente del sedimentador de carbonato en la Empresa Ernesto Che Guevara.

Autor: Félix Reinier Valenzuela Aguilera

Tutores: Dra. Mercedes Sosa Martínez

Ing. Ismael Rondón Contrera

Pensamiento

"Hay una fuerza motriz más poderosa que el vapor, la electricidad y la energía atómica: la voluntad."

Albert Einsten

Dedicatoria

Con Muchísimo amor y entusiasmo dedico este trabajo a mi Padre, que mientras estuvo presente en este mundo trató siempre de hacer de mí cada día una persona mejor. A mi Madre, mis Hermanos, mi Sobrinito Arturito y mi Novia.

Agradecimientos

Agradezco al personal de la planta de Calcinación y Sinter de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara por la gran ayuda brindada, a mis tutores Ing Ismael Rondón y Dra Mercedes Sosa por su interés en la realización de este trabajo, a todos los que en el momento oportuno me brindaron su apoyo incondicional.

Resumen

La necesidad de determinar cuales son los factores que más influyen sobre la precipitación del níquel total presente en el licor clarificado es el objeto de esta investigación, se realiza a escala de banco, con hidrogenosulfuro de sodio como agente precipitante. El licor clarificado es el efluente del sedimentador de carbonato básico de níquel existente en la planta de Calcinación y Sinter, Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Mediante el empleo del diseño de experimentos factorial completo a dos niveles, se valoró la influencia de la temperatura, agitación y consumo de reactivo sobre el sistema. Se determinó, de acuerdo al modelo matemático obtenido, que la variable de mayor influencia es la agitación, pues en todas las pruebas el porciento de precipitación fue mejor con el máximo nivel de esta, seguida del consumo de reactivo, que mostró una influencia débil, por lo que se concluyó que del mismo se puede disminuir su dosificación, y por último la temperatura que no causó influencia experimentalmente. Estos resultados fueron caracterizados por modelos matemáticos, en función de las pruebas experimentales.

Summary

The necessity of to determine which are the factors that more influence on the precipitation of the total nickel present in the clarified liquor it is the object of this investigation, is carried to bank scale, with hydrogensulfurate of sodium as reagent. The clarified liquor is the overflow of the sedimenter of basic carbonate of nickel existent in the plant of Calcination and Agglomerates of nickel, Company Major Ernesto Che Guevara. By means of the employment of the complete factorial design of experiments at two levels, it was valued the influence of the temperature, agitation and reagent consumption over the system. It was determined, according to the obtained mathematical pattern that the variable of more influence is the agitation, because in all the tests the precipitation percent was better with the maximum level of this, followed by the reagent consumption that showed a weak influence, is concluded that of reagent can diminish the dosage, and lastly the temperature that didn't cause influences experimentally. These results were characterized by mathematical models, in function of the experimental tests.

Indice	
Introducción	8
Capítulo I. Antecedentes Bibliográficos	11
1.1 Introducción	
1.2 Estado del arte de la investigación	
1.2.1 Principales investigaciones realizadas	12
1.2.2 Optimización del proceso de precipitación y propuestas que se han	
realizado para lograr buenos resultados en la industria	12
1.2.3 Investigaciones relacionadas con la tecnología ácida	14
1.2.4 Investigaciones relacionadas con la tecnología amoniacal	
1.3 Aspectos teóricos principales	
1.3.1 Características de los sulfuros de níquel	23
1.3.2 Teoría de la precipitación de sulfuros metálicos	
1.4 Conclusiones del Capítulo I	27
Capítulo II. Materiales y métodos	
2.1 Introducción	
2.2 Materiales empleados	
2.3 Equipos empleados	
2.4 Parte experimental	
2.4.1 Diseño de experimentos	
2.5 Descripción de la instalación experimental	
2.6 Modelación estadística	
2.7 Metodología termodinámica del proceso	
2.8 Técnicas de análisis	
2.9 Conclusiones del capítulo II	
Capítulo III. Análisis de los resultados	
3.1 Introducción	
3.2 Análisis termodinámico	
3.3 Análisis de los resultados del proceso de precipitación	
3.3.1 Influencia de la temperatura sobre el proceso de precipitación	
3.3.2 Influencia de la agitación sobre el proceso de precipitación	
3.3.3 Influencia de la relación volumétrica	
3.3.4 Relación níquel en suspensión / níquel disuelto	
3.4 Caracterización del sulfuro precipitado	
3.5 Análisis de los resultados estadísticos-matemáticos	
3.6 Valoración socio- ambiental y económica	
3.6.1 Impacto Ambiental	
3.6.2 Impacto económico	
3.7 Conclusiones del capítulo III	
Conclusiones Generales.	
Recomendaciones	
Bibliografía	
Anexos	62

Introducción

La presente investigación está relacionada con el proceso hidrometalúrgico que tiene lugar en la planta Comandante Ernesto Che Guevara de Punta Gorda, la cual inició sus operaciones en el año 1987, cincuenta y cuatro años después de la primera Industria de su tipo en el país y el mundo, la planta René Ramos Latourt en Nicaro, creada por la Freeport Sulphur Co Estados Unidos de América (EUA). Debido a la existencia de esta planta en el país existía cierta experiencia en la tecnología carbonato-amoniacal (Proceso Caron), no siendo así el caso de otras industrias.

En la actualidad se han realizado numerosas investigaciones sobre precipitación de sulfuros de níquel y cobalto en dicha tecnología, aunque no en todas las etapas del proceso hidrometalúrgico como tal. En la práctica es necesario dar respuesta a determinadas incógnitas o situaciones problémicas que se presentan, conocer como actúan las variables o factores por separado sobre un determinado proceso es de vital importancia, para así poder definir condiciones óptimas a aplicar para obtener resultados positivos en la industria en general, pues un proceso garantiza que otro se realice satisfactoriamente.

En el licor producto de la sedimentación del Carbonato básico de níquel (C.B.Ni), no se alcanzan aun los valores de extracción de níquel deseados. En ésta parte del proceso hidrometalúrgico no se han realizado investigaciones concluyentes y especialmente utilizando el reactivo hidrogenosulfuro de sodio, con este fin.

Constituye una obligación por parte de los especialistas garantizar que los procesos ocurran con el máximo de eficiencia, y es por ello que se deben establecer las condiciones ideales, realizando trabajos referentes al tema en cuestión. Para lo cual es necesario emplear el menor consumo de reactivo, es decir, su dosificación, determinar el grado óptimo de agitación y las condiciones ideales de temperatura para este proceso.

Es apremiante mantener una industria eficiente, económica, ecológica y energéticamente capaz de competir con las de su tipo en el mundo, plantas que brindan muy buenos resultados, tales como la Sered en la antigua Checoslovaquia,

la Nonoc, Queensland Nickel, Tocantis en Brasil. Es apremiante estar a la par de estas plantas para que se haga económicamente rentable el proceso de producción y poder competir en calidad y eficiencia. La Empresa Comandante Ernesto Che Guevara (ECECG) es de gran importancia para la economía del país puesto que constituye uno de los principales renglones que aportan divisa al Estado Cubano. Son tan importantes los aspectos económicos como los medioambientales, si se discriptore el contarido de pírtual y de recetivo en los recidoses es bace más fectibles el

Son tan importantes los aspectos económicos como los medioambientales, si se disminuye el contenido de níquel y de reactivo en los residuos se hace más factible el proceso y se beneficia el mismo. Estos desechos provocan daños al entorno y contribuyen a la desertificación. Existen normas internacionales de calidad que regulan los diferentes tipos de desechos en un rango permisible, cerca de este tipo de industrias por lo general la flora y la fauna está destruida, las aguas no son potables y se puede apreciar un deterioro visible en la corteza de los árboles, además de que ello significa pérdidas para la economía de la nación, pues estos desechos son muy ricos en minerales aún.

El problema de la investigación

La necesidad de determinar cuales son los factores que más influyen sobre la precipitación del níquel presente en el licor clarificado.

La hipótesis del trabajo

La determinación de los parámetros de mayor influencia sobre la precipitación del níquel presente en el licor clarificado permitirá aumentar la eficiencia de precipitación y disminuir el consumo de reactivo, en el proceso de sedimentación del sulfuro de níquel.

El objeto de la investigación

Procesos de precipitación de sulfuros de níquel disuelto y en suspensión.

El campo de acción

Regularidades termodinámicas y transformaciones físico-químicas del níquel en el licor clarificado.

Objetivo General

Establecer la influencia de algunos factores sobre el proceso de precipitación de sulfuros precipitados con hidrogenosulfuro de sodio a partir del licor clarificado.

Objetivos Específicos

- Determinar la influencia de las variables: Relación volumétrica, temperatura y agitación sobre el proceso de precipitación de níquel contenido en el licor clarificado.
- Determinar el modelo matemático-estadístico y termodinámico que caracteriza el proceso de precipitación del níquel contenido en el licor clarificado.

Novedad

Se determinaron las regularidades termodinámicas y modelo estadístico-matemático en el proceso de precipitación de níquel a partir del licor clarificado.

En referencia a lo ambiental

Se disminuye la cantidad de residuos enviados al dique de cola y con ello se contribuye a lograr una menor contaminación.

En referencia a lo económico

El mejoramiento de la eficiencia del proceso de precipitación permite consumir menos reactivo conjuntamente con un aumento de la producción.

Tareas del trabajo

- Sistematización de los conocimientos existentes referentes al tema en estudio.
- 2. Selección de los factores a valorar en el curso de la investigación.
- 3. Implementación y aplicación del diseño experimental en el trabajo.
- 4. Determinación del modelo termodinámico a seguir.
- 5. Planificación y realización de los análisis químicos.
- 6. Corroborar la hipótesis planteada mediante el análisis de los resultados.

Capítulo I. Antecedentes Bibliográficos

1.1 Introducción

En este capítulo se realiza un análisis bibliográfico de los principales trabajos relacionados sobre el proceso de precipitación de sulfuros en la tecnología carbonato amoniacal, con el objetivo de realizar un análisis crítico de los mismos y establecer los puntos comunes con la presente investigación.

1.2 Estado del arte de la investigación

El proceso de precipitación de sulfuros ha sido objeto de un gran número de investigaciones científicas, en muchas ocasiones se aplican teorías conocidas a situaciones nuevas, estas resultan muy novedosas pues describen en su mayoría nuevas regularidades físico químicas en la precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacales, nuevos diagramas para determinados sistemas reaccionantes y caracterización de nuevas fases.

En general todas estas investigaciones están encaminadas a determinar la influencia de parámetros tecnológicos en la precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto a partir de soluciones carbonato-amoniacales, en cualquiera de sus etapas. Vale destacar en este capítulo la aparición en el mundo de plantas con tecnología carbonato amoniacal en orden cronológico, en 1943 fue fundada por la Freeport Sulphur Co (EUA) en Nicaro la actual René Ramos Latourt, primera de su tipo en el mundo y actualmente en operaciones. Posteriormente en 1962, la Sered en la antigua Checoslovaquia. En 1974 se funda Marinduque en Filipinas, actual Nonoc, en el propio año se inagura la Greenvale en Australia actual Queesland Nickel, en 1980 el Complejo Industrial Tocantis en Brasil, y ya en 1987, la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara en Moa, Cuba.

Existen referencias que muestran baja eficiencia en la precipitación de sulfuros, estas inferiores al 80 %, no siendo así en la precipitación de sulfuro de níquel que tiene lugar con el licor clarificado de esta tecnología, donde no se han realizado investigaciones concluyentes.

Existen varias vías de extracción de níquel que actualmente se aplican en el mundo en industrias con tecnología carbonato amoniacal, dentro de estas está Queesland Nickel donde se combina la extracción por solventes y la precipitación de sulfuros, en la Tocantis de Brasil, se recupera el cobalto por extracción electrolítica después de aplicada la extracción por solvente.

Los trabajos que a continuación se citan forman parte de las múltiples investigaciones relacionadas con el tema, aquí se pueden apreciar los primeros informes realizados con vista a recuperar níquel más cobalto mediante precipitación en la tecnología carbonato amoniacal y otros relacionados con la precipitación en la tecnología ácida. Partiendo de las experiencias de otros investigadores se conforman las condiciones sobre las cuales se puede llevar a cabo una investigación.

1.2.1 Principales investigaciones realizadas

1.2.2 Optimización del proceso de precipitación y propuestas que se han realizado para lograr buenos resultados en la industria

Para lograr buenos resultados en el proceso de precipitación es necesario que todas las instalaciones funcionen correctamente (Magaña H, M y otros, 2007) recogen los aspectos relacionados con la revisión detallada de los equipos donde se realizan las operaciones de mayor interés en la precipitación, concluyen que la concentración de hidrogenosulfuro de sodio es muy variable, en la Empresa Comandante René Ramos Latourt (ECRRL), esta oscila entre 60 y 80 g/L. El flujo de la pulpa de sulfuro de níquel más cobalto bombeado hacia los filtros no obedecen a un balance establecido, por lo que en ocasiones se desestabiliza el sedimentador de sulfuros. La diferencias entre el cobalto precipitado y el envasado conjuntamente con las causas que provocan las pérdidas de níquel y amoniaco durante el proceso de filtración están dadas, en que para determinar la precipitación de cobalto no se toma el licor que realmente va a la precipitación, se toma el flujo que se bombea hacia la planta de recuperación de amoniaco, esto es de gran importancia puesto que de la calidad de estas operaciones dependen las otras restantes.

Para la recuperación de níquel y cobalto se han realizado diversas propuestas como es el caso de la realizada por (Centro de investigaciones de la laterita, [sin año]), donde se propone aplicar la tecnología de extracción por solventes (XS) para recuperar el cobalto presente en el licor, y el intercambio iónico (IX) para el tratamiento del efluente líquido en la tecnología carbonato amoniacal, pues esto permitiría la extracción selectiva de cobalto (superior al 98 %), ya que su relación con el níquel sería 40:1, pero este proyecto nunca se llevó a la práctica. Para ello hay que hacer un mayor número de evaluaciones en cuanto a las características de la mena que se procesa y determinar la factibilidad económica puesto que implicaría cambios importantes en la industria.

También (Fernández P, 1992) presenta un proyecto para la separación de cobalto, de los sulfuros de níquel más cobalto mediante la electrodeposición de cátodos de cobalto de alta pureza, retornando el níquel a la planta de lixiviación y lavado en una solución carbonato amoniacal. Estos cálculos se basaron en estudios realizados por la Sherritt, los cuales definieron un tiempo de recuperación para la inversión, pero el proyecto nunca se realizó por causas similares a la anterior. Para el caso de los aspectos relacionados con el níquel han sido muchas y muy diversas las propuestas realizadas, todo esto de acuerdo a las perspectivas que se han valorado en cada una de las etapas, como es el caso del trabajo presentado por (Cuba, Grupo de mercado-CIS, 1998) relacionado con un análisis sobre las perspectivas del mercado del níquel en un futuro inmediato, referido a 1998. Para ello se valoró una data con los precios históricos del níquel, se promediaron, se analizó la influencia de la producción mundial, todo un estudio probabilístico donde se pronosticó que la producción mundial aumentaría a partir del 2000, lo cual, solo sería contrarrestado con un aumento de la producción de acero inoxidable, esto se ha manifestado de esa manera, más ha aumentado considerablemente el precio del níquel desde aquel tiempo, el promedio para el mes de marzo de este año fue de 14.12 USD la libra.

1.2.3 Investigaciones relacionadas con la tecnología ácida

Se muestran referencias bibliográficas sobre trabajos relacionados con la precipitación en medio ácido, puesto que se presentan características similares en cuanto al proceso de precipitación (Chang. L, 1986) realiza un estudio estadístico en la data existente en la Empresa Pedro Sotto Alba (PSA) con el objetivo de corroborar los resultados anteriormente obtenidos en planta piloto, hace una valoración sobre la concentración de sulfuro de hidrógeno, la concentración inicial de níquel en el licor, la temperatura y el pH. Mediante un análisis de regresión demostró que las variables que más influyen positivamente sobre el proceso de precipitación son la concentración de sulfuro de hidrógeno y la concentración inicial de níquel en el licor, no siendo así en el caso de la temperatura y el pH que ejerce baja influencia. Como se dijo anteriormente, con la data existente, no se realizaron experimentos, la ecuación fundamental que se valoró es la siguiente (1):

$$NiSO4(ac) + H2S(ac) = NiS(s) + H2SO4(ac)$$
(I.1)

Por otro lado (Reyes M, R,1997), partiendo igualmente de los resultados obtenidos en la precipitación, plantea medidas que permiten el incremento de la eficiencia del proceso de precipitación, muestra la influencia del ensemillamiento si se aplicara industrialmente en la tecnología ácida, aunque no destaca una valoración económica de lo planteado, ni los aspectos termodinámicos mediante los cuales se arribó a las conclusiones. (Prilostky G y Bobes L, 1998) valoró la influencia de la temperatura y la presión parcial del ácido sulfhídrico sobre la velocidad y eficiencia del proceso de precipitación en la tecnología ácida, la influencia del pH y de la concentración de níquel en la solución. Concluyó que el aumento de la concentración de níquel en el licor inicial aumenta la velocidad de precipitación para pH < 2, el aumento de la presión favorece la velocidad de precipitación, en general se obtuvieron buenos resultados, similares al de otras investigaciones, pero no se determinó un modelo matemático a seguir ni se muestran las regularidades cinéticas que lo fundamentan. En otras investigaciones (Milián M, A, 2002) realiza un estudio cinético del proceso de precipitación de sulfuros a partir del licor residual WL que se genera en la

Empresa Pedro Sotto Alba, para recuperar los metales valiosos presentes en el mismo analizando las siguientes transformaciones físico-químicas (2-4):

$$MeSO_4$$
 (ac) + 2NaHS (ac) = MeS (s) + Na_2SO_4 (ac) + H_2S (g) (1.2)

$$MeSO_4$$
 (ac) + H_2S (g) = MeS (s) + H_2SO_4 (ac) (1.3)

 $2MeSO_4 (ac) + 2NaHS (ac) = 2MeS (s) + Na_2SO_4 (ac) + H_2SO_4 (ac)$ (I.4)

A escala de laboratorio y empleando una variante de tratamiento del licor en dos etapas de precipitación a diferentes valores de pH, se analiza la influencia de factores que intervienen en el proceso, la temperatura, concentración de hidrogenosulfuro de sodio y régimen de agitación. Para ello se emplea el método factorial completo, determinando la influencia de estas variables sobre el grado de precipitación de los principales elementos (níquel cobalto, cinc, hierro y cobre). Se logra obtener en la primera etapa una mezcla de sulfuros mixtos ricos en hierro, cobre y cinc con extracciones superiores al 64, 55 y 50 % respectivamente, en la segunda etapa se obtiene un precipitado de color negro correspondiente a los sulfuros de níquel y cobalto cuyas recuperaciones alcanzan valores de 79 y 81 % respectivamente.

Posteriormente (Sosa M, M, 2006) realiza una investigación sobre el tratamiento aplicado al licor de desecho denominado WL, considerado como uno de los efluentes líquidos de mayor impacto ambiental negativo generado por la Empresa "Comandante Pedro Sotto Alba - Moa Nickel S.A." Se aplica un tratamiento químico de precipitación selectiva a diferentes valores de pH con hidrogenosulfuro de sodio é hidrogenosulfuro de amonio en cuatro etapas, en las cuales, se logra separar las especies metálicas cobre, zinc, níquel, cobalto y manganeso en forma de sulfuros y cristalizan sales dobles de aluminio y magnesio, de composición similar a reactivos químicos. Determina las transformaciones físico - químicas presentes, la influencia de la temperatura y el pH en la recuperación selectiva de las especies metálicas presentes en el licor residual. En general el licor residual se descontamina, porque disminuye la carga metálica y se neutraliza su acidez, ya que se alcanza un pH de 7.4 unidades.

1.2.4 Investigaciones relacionadas con la tecnología amoniacal

Como parte de los trabajos realizados sobre precipitación en medio básico (Hernández P, R y Rodríguez, R, A, 1986) partiendo de las muestras existentes proponen una tecnología de precipitación utilizando hidogenosulfuro de sodio, mediante la cual se puede recuperar níquel disuelto en la forma de un precipitado, pues parte de este no precipita en el sedimentador de carbonato, debido a la existencia de compuestos de azufre que forman sales solubles con el níquel y el amoniaco. El azufre es incorporado al proceso en su mayoría durante el secado y reducción del mineral, producto de la combustión del fuel-oil y el empleo del mismo como aditivo. Este conforma uno de los primeros trabajos con vista a recuperar níquel disuelto, aquí no se valora ninguna variable, ni se hace ningún tipo de diseño de experimentos.

Continúa (Hernández P, R, 1992) realizando otro de los primeros trabajos con vista a recuperar el níquel que se perdía en el efluente de la destilación mediante la precipitación como sulfuro, utilizando hidrogenosulfuro de amonio. En la investigacuón se valoró la factibilidad del proceso para recuperar un 69.15 % de níquel disuelto tomando como base una concentración de níquel de 0.74 g/L y un flujo de licor de 3402 litros por minuto, todo esto calculado solo mediante el empleo de balance de materiales, es decir a través de cálculos estequiométricos. Ya en esta propuesta se tomó en consideración el flujo de licor y los valores de concentración sobre la cual oscila el mismo.

(Lissabet, G, 1995) brinda los resultados obtenidos en la precipitación de níquel disuelto, contenido en el licor producto de la precipitación del carbonato básico de níquel, trabajando sin floculantes y hidrogenosulfuro de amonio por defecto de los mismos en la Empresa Comandante René Ramos Latourt, además de hidrogenosulfuro de amonio en defecto por encontrarse escaso en la René R. Bajo estas condiciones la concentración de níquel disuelto residual se incrementó de 0,02 a 0,37g/L, además se valoró el comportamiento de los sólidos residuales. En este informe se puede apreciar la importancia que tiene una buena dirección del proceso

de precipitación conjuntamente con la necesidad de garantizar el floculante y reactivo necesario.

(Hernández P, R, 1996) dándole continuidad al tema precipitación, plantea recuperar el níquel disuelto que va en los licores residuales de la destilación, luego de la separación por sedimentación del carbonato básico de níquel, pues este se vertía al mar, empleando hidrogenosulfuro de amonio.

El autor Hernández planteó, utilizar un reactor tubular y un sedimentador. Por los buenos resultados destacados en el informe y la evidente factibilidad que mostraba, dicho trabajo se valoró con más profundidad, acto que da lugar a múltiples investigaciones, hoy en día se aplica industrialmente. (Capote F, N, 1996) realiza un estudio termodinámico de la precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto valorando los aspectos generales del proceso precipitación-oxidación, sin tomar en cuenta los aspectos cinéticos. Aquí se determina que los sulfuros mixtos están formados por Siegenita (Ni₂CoS₄) y alfa sulfuro de níquel (α-NiS), que las bajas temperaturas favorecen el proceso de precipitación y además la oxidación violenta que experimentan los sulfuros mixtos es un proceso complejo que da lugar a la formación fundamentalmente de sulfatos hidratados del tipo que se muestra en la ecuación (5), considerando como agente precipitante hidrogenosulfuro de amonio:

$$NiSO4·6H2O, CoSO4·6H2O y (NH4)2NiSO4·6H2O$$
(I.5)

(Avila N, L, 1997) analiza el tratamiento del concentrado de níquel y cobalto obtenidos como resultado del proceso de oxidación de los sulfuros de estos metales, desarrollado en dos etapas, la oxidación de los sulfatos y la disolución de los mismos. Para la primera etapa se verifica termodinámica y experimentalmente la estabilidad de los sulfatos, pues éstos son estables a bajas temperaturas. En la última etapa se estudia la influencia de la relación líquido/sólido y el tiempo de agitación en la disolución de sulfatos industriales.

(Ménes V, G, 1998) realiza un análisis para valorar tres formas de precipitación por la que ha pasado la planta de recuperación de cobalto de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, una es empleando el hidrogenosulfuro de amonio, otra hidrogenosulfuro de sodio y la restante mediante la recirculación de sulfuro. Concluyó

que el agente hidrogenosulfuro de sodio produce una mayor eficiencia en la reacción, pero lleva un mayor consumo específico del mismo, mientras que el ensemillamiento mostró los mejores resultados. A pesar de no contar con un modelo matemático bien fundamentado y aspectos termodinámicos, el trabajo basa sus conclusiones, a partir de los resultados en el proceso para periodos anteriores, lo cual, puede resultar más convincente ya que se realiza la valoración a escala industrial.

(Viera V, R; R Suárez, A y Fiffe M, 1998) realizan un estudio sobre la influencia que ejerce el modelo de contacto y la temperatura (42, 48 y 54 °C) sobre la precipitación selectiva del cobalto respecto al níquel durante el tratamiento de los licores carbonato-amoniacales, utilizando como reactivo hidrogenosulfuro de amonio con una concentración de 130 g/L. En la investigación se estudian tres casos de interacciones, una la adición instantánea del agente precipitante al licor a descobaltizar, la segunda la adición del licor a descobaltizar al agente precipitante a una velocidad de 0.831L/min, y la tercera la adición del agente precipitante al licor lentamente, a una velocidad de 12.4 mL/min. Se determinó que ambas variables ejercen influencia sobre el proceso de coprecipitación, mas la temperatura en menor medida. Con un lento suministro del licor al reactivo hay mayor precipitación de cobalto y menor de níquel, a una temperatura de 54 °C. Aunque no se valora la parte teórica de lo que se plantea, se puede concluir, que es necesario incrementar las investigaciones referentes al modelo de contacto o tipo de reactor, el empleo y velocidad de agitación, así como determinar con mayor exactitud la influencia de la temperatura, además se puede sumar la valoración acerca de la concentración del reactivo que se emplee en la eficiencia de la precipitación selectiva de cobalto. Se manifiesta como, un suministro rápido de reactivo beneficia la precipitación de níquel. (Aguilera D, M, 2000) estudia las etapas de ensemillamiento y precipitación de sulfuro, teniendo en cuenta la influencia de la agitación, temperatura, porciento de semilla y tiempo de ensemillamiento. En la etapa del ensemillamiento los factores mencionados no influyen considerablemente en la concentración de níquel y cobalto en el licor amoniacal, lo que corrobora que en esta etapa no ocurre el proceso de intercambio de níquel en forma de sulfuro con el cobalto en solución. En la etapa de precipitación con hidrogenosulfuro de amonio los factores más significativos son la temperatura, el porciento de semilla y el tiempo de ensemillamiento, no siendo así para el caso de la agitación.

(Garrido R, M; Fernández M, E y Otros, 2000) estudian la precipitación de sulfuros utilizando como reactivo sulfuro de amonio, realizan un análisis termodinámico basado en las reacciones de precipitación y determinan los modelos matemáticos más adecuados, concluyen que para el níquel la precipitación mínima ocurre en las condiciones máximas de recirculación de semilla y temperatura. Las variables estudiadas fueron: tiempo, agitación, temperatura y recirculación de sulfuros.

(González C, E, 2000) caracteriza la precipitación de níquel y cobalto a partir de soluciones sintéticas utilizando como agente precipitante hidrogenosulfuro de sodio e hidrogenosulfuro de amonio, empleó soluciones por separado de níquel y cobalto, luego soluciones mixtas de ambos metales analizando la influencia de los parámetros: relación másica, agitación y temperatura sobre la eficiencia de precipitación, mediante el empleo de un diseño de experimentos. Obtuvo los mejores resultados con los mayores valores de agitación (1000 r.p.m), menores valores de temperatura (315 K) y mayor relación másica (1.9) para el caso del cobalto, para el níquel es más eficiente el proceso con una menor relación másica (1.3), mayor temperatura (325 K) y el grado mínimo de agitación (900 r.p.m). La valoración sobre el reactivo indicó que ambos pueden emplearse satisfactoriamente.

(Castañeda D, 2001) determina que la precipitación de carbonatos básicos, se realiza por la adición controlada de soluciones de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos. En este caso la alimentación del agente precipitante debe ser constante evitando adiciones bruscas, siendo necesario mantener los valores de pH estables, 7.1 a 7.4. El incremento de la temperatura favorece la velocidad de sedimentación y filtración de los carbonatos básicos. El trabajo cuenta con un buen diseño de experimentos que le da veracidad al mismo.

(Rondón C, I, 2001) estudia las condiciones hidrodinámicas en la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado, empleando para ello un reactor con agitación, donde se valoran distintos impelentes. Los mejores resultados se obtuvieron con el de paletas inclinadas abiertas pues éste favorece el contacto. Se determina la influencia

de la velocidad de agitación concluyéndose que el aumento de la misma repercute positivamente en el contenido de cobalto (III) en la fase sólida.

(Coello, M, N, 2001) realiza un trabajo a escala de laboratorio para analizar la influencia de la aireación en las etapas de separación de cobalto en forma de sulfuro, donde se demuestra que en las etapas de preparación de semilla y concentrado de sulfuros, ocurre la redisolución de los sulfuros de níquel y cobalto. En la etapa de precipitación, la aireación no influye en la precipitación selectiva de cobalto, además ésta provoca una disminución de la estabilidad de los sulfuros de níquel y cobalto en el precipitado.

(Santana M, Y y López M, Y, 2002) evalúan mediante un diseño matemático de experimentos la influencia de factores que inciden en el proceso de ensemillamiento tales como la temperatura, la agitación, el porciento de recirculación de semilla y la densidad. Destaca que el incremento del porciento de recirculación de semilla y la densidad influyen positivamente en la reducción del cobalto (III), ya que esto beneficia la precipitación.

En una de sus investigaciones (Garrido R, M, 2003) realiza un análisis termodinámico para lo cual propone las reacciones siguientes (6-8):

$$[Ni(NH3)6]2+(ac) + 5H2O + HS-(ac) = NiS(s) + 6NH4+(ac) + 5OH-(ac)$$
 (I.6)

$$[Co(NH_3)_6]^{2+}(ac) + 5H_2O + HS^-(ac) = CoS(s) + 6NH_4^+(ac) + 5OH^-(ac)$$
 (I.7)

$$[Co(NH3)5H2O]2+(ac) + 3H2O + HS-(ac) = CoS(s) + 5NH4+(ac) + 4OH-(ac)$$
(I.8)

Analiza el mecanismo de las transformaciones físico químicas durante la precipitación de los sulfuros de cobalto y níquel, así como la influencia de factores en la recuperación del cobalto, caracteriza termodinámicamente las transformaciones físico químicas que ocurren durante el proceso de precipitación y ensemillamiento. La caracterización termodinámica de la precipitación de sulfuros de cobalto y níquel, corroboró que el anión hidrogenosulfuro de amonio es el más estable respecto al pH de la solución carbonato amoniacal, actuando como agente precipitante. En las etapas de recirculación y precipitación de los sulfuros de cobalto y níquel, ejerce mayor influencia, la densidad de la pulpa y la relación (agente precipitante/ metal) respectivamente. Se comprueba la Inestabilidad de los sulfuros de cobalto y níquel precipitados a partir de las soluciones carbonato-amoniacales en el secado

atmosférico. Se demuestra el predominio del carácter amorfo, siendo las fases cristalinas principales: millerita, sulfuro de cobalto y fases cristalinas mixtas de níquel y cobalto. Mediante la caracterización química y mineralográfica de los sulfuros se comprobó, variabilidad granulométrica y en la composición química, siendo los principales componentes metálicos el níquel, cobalto, cobre y hierro.

Un trabajo que se relaciona mucho con el presente es el realizado por (Cuba, CEINNIQ, 2004) donde se estudia la precipitación de níquel disuelto presente en los licores de reboso del sedimentador de carbonato básico de níquel empleando hidrogenosulfuro de sodio e hidrogenosulfuro de amonio como agentes precipitantes, se valoran las siguientes reacciones, pues consideraron que la mayor parte de níquel contenido en el licor está en forma de sulfatos (9-10):

$$NiSO_4(ac) + 2NaHS(ac) = NiS(s) + Na_2SO_4(ac) + H_2S(ac)$$
 (1.9)

$$H_2S(ac) + NiSO_4(ac) = NiS(s) + H_2SO_4(ac)$$
 (I.10)

Otras reacciones que se valoraron pudieran tener influencia durante la precipitación en la posible redisolución del níquel fueron (11-19):

•
$$NiS(s) + H_2SO_4(ac) = H_2S(ac) + NiSO_4(ac)$$
 (I.11)

•
$$H_2S(ac) + NaOH(ac) = NaHS(ac) + H_2O$$
 (I.12)

•
$$H_2S(ac) + 2NaOH(ac) = Na_2S(S) + 2H_2O$$
 (I.13)

• NiS(s) +
$$2O_2$$
 = NiSO₄(ac) (I.14)

•
$$NiS(s) + 4H_2O + 2O_2 = NiSO_4$$
. $4H_2O$ (I.15)

•
$$Ni(OH)_2(ac) + H_2SO_4(ac) = NiSO_4(ac) + 2H_2O$$
 (I.16)

Reacciones con hidrogenosulfuro de amonio:

De donde el H₂S reacciona:

•
$$H_2S(ac) + NiSO_4(ac) = NiS(s) + H_2SO_4(ac)$$
 (I.19)

Los resultados alcanzados demuestran que existe redisolución del sulfuro precipitado, las altas dosificaciones de reactivos no garantizan un valor final de precipitación elevado, los más altos niveles de precipitación se corresponden con los más bajos niveles de consumo de reactivo, por ejemplo, un exceso de

hidrogenosulfuro de amonio (NH₄HS) podría dar lugar a la transformación química (I.20), que demuestra que este factor influye negativamente en el proceso:

$$2NH_4^{+}(ac) + HS^{-}(ac) + 3H^{+}(ac) + 4H_2O + 4O_2 = (NH_4)_2SO_4 + 4H_3O^{+}$$
 (I.20)

Los análisis para determinar los contenidos en el licor indicaron que el mayor porciento de níquel estaba en forma de sulfato. La agitación influyó de forma negativa en la eficiencia, pues al incrementar la misma se intensifica el paso de oxigeno al medio líquido facilitando reacciones tales como la I.14 y la I.15, según la bibliografía, los intervalos de agitación fueron de 600 a 1200 r.p.m.

La temperatura influye de forma positiva en el porciento de precipitación, esto se debe al aumento del movimiento y choque entre las partículas. En este trabajo no se muestra un análisis termodinámico que permita valorar la influencia de la temperatura desde este punto de vista, no se hace una caracterización del sulfuro precipitado, ni se determinan los tamaños de partículas correspondiente al mismo

(Mosqueda M, A, 2005) realizó un estudio a escala de laboratorio, en la etapa de recuperación del níquel en los licores efluentes del sedimentador de carbonato que existe en la planta de calcinación y sinter de la ECECG. Seguido del anterior se desarrollaron pruebas de ensemillamiento previo al proceso de precipitación del níquel disuelto en el licor con hidrogenosulfuro de sodio como agente precipitante, con el objetivo de aumentar el tamaño de las partículas del sulfuro precipitado. En este trabajo se lograron los resultados esperados pues el tamaño de partículas aumentó considerablemente, alcanzó valores de 48 micrones, este resultado fue empleando semillas frescas, con menos de tres días de filtrada, por otro lado se incrementó también la concentración de níquel disuelto desde 0.14 hasta 0.3 g/L. Además se logró precipitar entre el 20 y el 30 % de níquel disuelto sin adición de agente precipitante, utilizando el 100 % de recirculación de semilla y con cuatro minutos de duración. Estos experimentos se realizaron a temperaturas superiores a 85 °C, y 940 r.p.m. Se planteó que todo esto posibilitaría la disminución del consumo de reactivo. También se ejecutaron pruebas integradas de ensemillamiento y precipitación en las que a pesar de lograr valores de precipitación de níquel superiores al 90 % se reportaron valores de tamaño de partículas en el orden de los 6 a 12 micrones.

1.3 Aspectos teóricos principales

1.3.1 Características de los sulfuros de níquel

Breve caracterización de los sulfuros de níquel. De acuerdo a lo estipulado en la bibliografía, se conoce por (Blanco P, 1982) que el α -NiS es un sólido amorfo, que precipita por adición de disoluciones de sulfuro de amonio a las sales acuosas de Ni (II), según la ecuación de reacción:

$$Ni^{2+}(ac)+(NH_4)_2S(ac)=\alpha-NiS(s)+2NH_4^+(ac)$$
 (I.21)

éste es poco soluble en agua, pero soluble en ácidos fuertes diluidas, y se hace poco soluble en estos, cuando se mantiene en contacto con disoluciones acuosas de sulfuro o de polisulfuros.

Por el contrario, el β -NiS cristalino se obtiene por adición de sulfuro de hidrógeno a las sales acuosas de Ni (II) en medio acético según:

$$Ni^{2+}(ac) + H_2S(g) + 2H_2O = = \beta - NiS(s) + 2H_3O^+(ac)$$
 (1.22)

El beta sulfuro de níquel (II) es preparado también por adición de sulfuro de hidrógeno a soluciones acuosas de sulfato de níquel (II), (Jacobson C, 1945) el cual precipita con exceso de azufre, tal como se presenta en la siguiente reacción química:

$$NiSO4(ac)+H2S(g)= \beta-NiS(s)+H2SO4(ac)$$
(I.23)

Se conoce por (Mellor J, 1937) que el sulfuro de hidrógeno no actúa en soluciones acuosas de sales en níquel (II) que contienen ácidos minerales libres, o alta concentración de ácido acético, pero en soluciones neutras todo el níquel puede precipitar en forma de sulfuro de níquel (II) hidratado, actuando el sulfuro de hidrógeno como agente precipitante.

También plantea que los sulfitos de los metales alcalinos, hidrogenosulfatos y tiosulfatos, en soluciones ligeramente ácidas proporcionan el sulfuro de hidrógeno necesario para precipitar el sulfuro metálico por doble descomposición de las sales de níquel (II) formadas primeramente, donde se analiza que la precipitación depende de: acidez de la solución, naturaleza del ácido, concentración del sulfuro de hidrógeno en la solución y la temperatura.

(Burns D, 1981) demostró que el sulfuro de níquel (II) precipita de soluciones neutras o alcalinas utilizando el sulfuro de hidrógeno o el sulfuro de amonio como agente precipitante. El mismo es poco soluble en exceso de reactivo, formando una solución coloidal pardo oscura. Esta solución coloidal coagula al añadirle ácido acético y calentarla hasta ebullición, pero en presencia de un exceso de cloruro de amonio se minimiza su formación.

(Mellor J, 1937) también reporta que con el incremento de la acidez de la solución, la proporción de las sales de níquel (II) precipitadas como sulfuro decrece. Algunos investigadores han encontrado que el tiempo requerido para la aparición del precipitado del sulfuro metálico en solución saturada con sulfuro de hidrógeno, se incrementa con el aumento de la acidez de la solución.

En otras bibliografías (Remy, 1973) muestra que el sulfuro de níquel (II) insoluble, precipitado en condiciones analíticas ordinarias está compuesto de una mezcla de tres formas de sulfuro de níquel (II), las cuales pueden ser separadas más o menos completamente por la adición de soluciones de ácido clorhídrico de concentración 2 mol/L.

El γ -NiS, se presenta en la corteza terrestre como mineral Millerita. Es de estructura romboédrica y se obtiene manteniendo el β -NiS en contacto con la solución a partir de la cual se obtiene. Esta reacción parece ser reversible.

También existe la pentladita, el NiS_2 y Ni_3S_4 , estos se pueden encontrar incongruentemente fundidos Ni_6S_5 y Ni_7S_6 obtenidos de fundidos o de degradación térmica del NiS.

1.3.2 Teoría de la precipitación de sulfuros metálicos

Como se ha descrito en muchos trabajos reportados en la bibliografía, la teoría de los procesos metalúrgicos permite caracterizar las transformaciones físico químicas que tienen lugar en los procesos y analizar la influencia de los factores en el desarrollo de estos.

Estos procesos de precipitación de sulfuros metálicos son el resultado de reacciones químicas, donde surgen sólidos dentro de un volumen de licor industrial determinado

al reaccionar con agentes precipitantes o reactivos, formando un producto insoluble con algunos de los iones de la solución.

En la precipitación de sulfuros metálicos como sustancias poco solubles, se establece un equilibrio de disolución - precipitación entre el sólido precipitado y sus iones en disolución, el cual se representa por la reacción:

$$M_m A_{n (s)} = m M^{n+}_{(ac)} + n A^{m-}_{(ac)}$$
 (1.24)

La característica termodinámica principal de este equilibrio (Zelickman et al, 1982) es la constante del producto de solubilidad (Kps) que representa el producto de la actividad de sus iones para la disolución exactamente saturada; para la reacción (I.24) la Kps queda expresada como:

$$\mathsf{Kps} = \mathsf{a}^{\mathsf{m}}(\mathsf{M}). \ \mathsf{a}^{\mathsf{n}}(\mathsf{A}) = \mathsf{c}^{\mathsf{m}}_{(\mathsf{M})}.\gamma^{\mathsf{m}}_{(\mathsf{M})}.\mathsf{c}^{\mathsf{n}}_{(\mathsf{A})}.\gamma^{\mathsf{n}}_{(\mathsf{A})} \tag{I.I}$$

donde:

a(M) y a(A) - Actividad de los iones Mⁿ⁺ y A^{m-} respectivamente.

_{C(M)} y _{C(A)} - Concentración molar de los iones Mⁿ⁺ y A^{m-} respectivamente.

 $\gamma(_M)$ y $\gamma(_A)$ - Coeficiente de actividad de los iones M^{n+} y A^{m-} respectivamente.

Para el caso de disoluciones diluidas, se cumple que γ_M y γ_A = 1 por lo que la relación (I.I) se transforma en:

$$Kps = c^{m}_{(M)}. c^{n}_{(A)}$$
(I.II)

Para que ocurra la precipitación de una sustancia, la solución debe saturarse de esta y cuantitativamente debe cumplirse que: (Zelickman et al, 1982; Burriel y col. 1972; Babor, J; J. Ibar 1970; Alexeiev, V.N. 1971)

$$\mathsf{Kps} < \mathsf{c}^{\mathsf{m}}_{(\mathsf{M})} \, . \, \mathsf{c}^{\mathsf{n}}_{(\mathsf{A})} \tag{I.III}$$

o sea, que el producto iónico (PI) sea mayor que la Kps.

Al analizar la solubilidad de estas sustancias hay que tener presente la influencia de varios factores; por ejemplo el pH, la fuerza iónica, la hidrólisis de aniones de ácidos débiles, de ligandos ajenos formadores de complejos, etc. (Rodríguez, 1995)

Los sulfuros de metales pesados como: níquel, cobalto, hierro, manganeso, cinc y otros son poco solubles.

En este tipo de precipitación hay que tener presente los siguientes equilibrios:

1- Equilibrio de disociación del sulfuro, que viene representado por la siguiente ecuación de reacción:

$$M_2S_{m (s0)} = 2M^{m+}_{(ac)} + mS^{2-}_{(ac)}$$
 (I.25)

Dicho equilibrio queda caracterizado por:

$$Kps = c^2(M^{m+}) \cdot c^m (S^{2-})$$
 (I.IV)

2.- Equilibrio de ionización del sulfuro de hidrógeno. En las disoluciones acuosas se comporta como un ácido diprótico que se disocia en:

$$H_2S_{(ac)} + H_2O ===^-H_3O^+_{(ac)} + HS^-_{(ac)}$$
 $K_1 = 10^{-8}$ (I.26)

a su vez el ion hidrogeno sulfuro se disocia en:

$$HS_{(ac)}^{-} + H_2O = H_3O_{(ac)}^{+} + S_{(ac)}^{2-}$$
 $K_2 = 10^{-13}$ (I.27)

Ambos equilibrios quedan caracterizados por las expresiones siguientes:

$$K_1 = c(H_3O^+) \cdot c(HS^-) / c(H_2S)$$
 (I.V)

$$K_2 = c(S^{2-}) \cdot c(H_3O^+) / c(HS^-)$$
 (I.VI)

luego relacionando ambas expresiones de equilibrio (I.V) y (I.VI), se obtiene la expresión general siguiente:

$$K_1 K_2 = c(S^{2-}) \cdot c(H_3O^+) / c(H_2S)$$
 (I.VII)

Por último combinando las relaciones (I.IV) y (I.VII) se puede determinar entre otros aspectos, el pH de precipitación del sulfuro y las concentraciones mínimas necesarias para que ocurra la precipitación bajo estas condiciones.

Para la realización del análisis termodinámico del proceso de precipitación de sulfuros se escogen las reacciones más probables de acuerdo a las especies metálicas existentes en el licor clarificado, efluente del sedimentador de carbonato. Las reacciones seleccionadas para la investigación están en función de transformaciones empleadas en otras investigaciones, por ejemplo (Cuba, CEINNIQ, 2004), (Chan, L, 1986), (Milián, M, 2002) y de acuerdo a las características de los sulfuros de níquel.

1.4 Conclusiones del Capítulo I

En este capítulo se realizó un análisis bibliográfico acerca de los principales trabajos relacionados sobre el proceso de precipitación de sulfuros en la tecnología carbonato amoniacal, con el propósito de realizar una selección de los puntos comunes con la presente investigación, y que sirven de base para la realización de la misma.

Capítulo II. Materiales y métodos

2.1 Introducción

En éste capítulo se exponen las características de los materiales utilizados, así como una descripción de la parte experimental, los métodos de análisis, procedimientos de cálculo y lo referente a los análisis químicos empleados.

2.2 Materiales empleados

Para la realización de este trabajo se empleó licor clarificado producto del sedimentador de carbonato, proveniente de la planta de Calcinación y Sinter de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.

Este presenta una concentración promedio que se corresponde con el licor que fluye diariamente en el proceso, ver tablas (1-4 y 6-9) en los anexos. Se utiliza como reactivo hidrogenosulfuro de sodio con una concentración de 120 g/L. En la tabla II.1 se muestran las concentraciones promedio del licor empleado en los experimentos.

Tabla II.1 Composición del licor clarificado									
Ni t	Ni d	Со	Cu	Na	Zn	Mg	Fe	NH ₃	рН
0.218	0.105	0.0006	0.0002	0.025	0.008	0.0006	0.0005	1.55	8.49

2.3 Equipos empleados

Peachímetro digital marca: CRISON

Reactor estándar a escala de banco

Agitador mecánico

Bomba de vacío

2.4 Parte experimental

Para llevar a cabo la parte experimental se determina el consumo de reactivo a emplear en la realización de los experimentos, esto se hace en función de la utilización del mismo en la práctica. El flujo de licor clarificado que se procesa en la industria es aproximadamente de 8435 metros cúbicos diarios, este valor es el resultado de promediar el flujo diario para los años 2006 y 2007, ver tablas (5 y 10) en los anexos. En la actualidad se le suministra al flujo de licor clarificado, 36 metros

cúbicos diarios de agente precipitante. La relación volumétrica licor/reactivo es de 234, para una concentración de hidrogenosulfuro de sodio de 120 gramos por litro. Para llevar a cabo la parte experimental se seleccionó como nivel máximo de experimentación la relación volumétrica licor/reactivo que se utiliza industrialmente, como nivel mínimo la relación igual a 325, que equivale a un menor consumo de agente precipitante. Esta selección se realizó en función de investigaciones precedentes (Cuba, CEINNIQ, 2004), y los resultados alcanzados en la práctica, este

mínimo valor es proporcional a 2.3 veces el determinado estequiométricamte.

2.4.1 Diseño de experimentos

En la siguiente tabla se muestra la matriz experimental del diseño factorial completo a dos niveles (Mitrofanov, S. I; Barski, L. A y Samygin, V. D, 1982) para un total de ocho experimentos a realizar con dos replicas cada uno. Las variables independientes son la temperatura expresada en kelvin, la agitación en revoluciones por minuto y la relación volumétrica licor clarificado/agente precipitante para una concentración del agente precipitante hidrogenosulfuro de sodio de 120 g/L. Resulta necesario destacar que la relación licor clarificado/agente precipitante menor indica una **mayor cantidad de reactivo empleado**. La variable de salida es la eficiencia de precipitación de níquel total. Las muestras se toman en tres tiempos, 40, 80 y 120 segundos con el objetivo de alcanzar una mayor precisión y para facilitar la realización de futuro estudio cinético.

Tabla II.2 Matriz experimental									
Niveles de estudio y matriz experimental del diseño factorial completo									
Niveles de estudio									
Niveles	T (K)	Agitación η (rpm)	r(Licor/A.P) a120 g/L						
Máximo (+)	365	350	234						
Mínimo (-)	355	250	325						
Matriz experin	Matriz experimental del diseño factorial completo								
Pruebas	T (K)	Agitación η (rpm)	r(Licor/A.P) a120 g/L						
1	365	350	234						
2	355	350	234						
3	365	250	234						
4	355	250	234						
5	365	350	325						
6	355	350	325						
7	365	250	325						
8	355	250	325						

2.5 Descripción de la instalación experimental

Para la realización de estos experimentos se empleó un reactor con agitación a escala de banco, respecto al que está actualmente en funcionamiento en la industria. Para la toma de muestras se dispuso de una válvula y una bomba de vacío la cual succiona el licor inmediatamente después de ser extraído, el componente sólido se recoge en un papel de filtro. En la figura II.2 se puede apreciar dicha instalación.

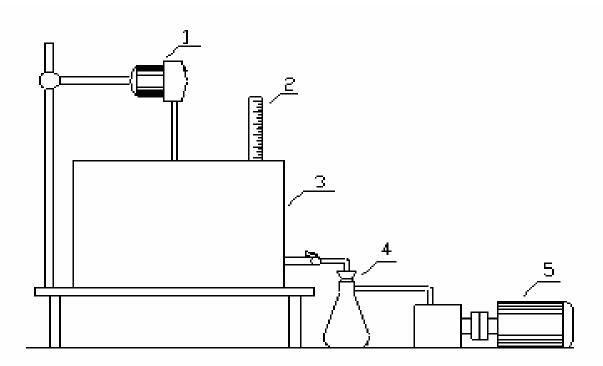


Figura II.2 Instalación experimental

Leyenda

- 1. Agitador Mecánico digital
- 2. Termómetro de laboratorio.
- 3. Reactor a escala de banco.
- 4. Equipo de filtración al vacío.
- 5. Bomba de Vacío.

2.6 Modelación estadística

La modelación estadística constituye una de las herramientas principales para determinar la influencia de diferentes factores por separado en un proceso dado (Hernández, S, 2004), (Mitrofanov, S. I; Barski, L. A y Samygin, V. D, 1982), pues se establece la correlación entre ellos y el modelo matemático estadístico que más se asemeja a la realidad. Para ello se sigue una serie de pasos que conforman la metodología empleada. Primeramente se controla la homogeneidad de los resultados experimentales según filas, luego se calcula la dispersión por filas y se controla nuevamente la homogeneidad. Posteriormente el cálculo de la dispersión de reproducibilidad, luego el cálculo del valor medio de respuesta y control del significado de su diferencia, la determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión, el control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión, control de la adecuación de la ecuación de regresión, control de la adecuación de la ecuación de regresión, control de la adecuación de la ecuación de regresión y el cálculo del coeficiente de correlación.

Control de homogeneidad de los valores (según filas)

- 1. Por cada una de las filas se toman los valores dudosos, por apreciación del investigador (y*).
- 2. Se determina el valor promedio (sin tener en cuenta el error).

$$\bar{y}_1 = \frac{y_a + y_b + ... y_n}{n} \tag{II.1}$$

Donde:

n: número de repeticiones

3. Determinación de la desviación cuadrática (sin incluir el dudoso).

$$Dc = \sqrt{\frac{\left(\bar{y}_1 - y_a\right)^2 + \left(\bar{y}_1 - y_b\right)^2 + ...\left(\bar{y}_1 - y_n\right)^2}{n - 1}}$$
(II.II)

4. Cálculo del valor del criterio t student.

$$t_{calc} = \frac{y^* - \overline{y_1}}{Dc} \tag{II.III}$$

- 5. Determinación de t $_{tab}$ grados de libertad f = n -1, nivel de significación α =0,05.
- 6. Comparación de los criterios t_{calc}-t_{tab.}

Si t _{calc} < t _{tab.}, el valor se corresponde con los otros valores de la serie y participa en el resto de los cálculos. Si t _{calc} es mayor que t _{tab.}, el valor no se corresponde con los otros valores de la serie y no participa en el resto de los cálculos. El valor promedio de cada una de las filas estará en función del análisis anterior. Si durante las pruebas realizadas no existen errores, se pasa directamente al paso siguiente.

Cálculo de la dispersión por fila y control de su homogeneidad

1. Se determina la dispersión por cada una de las filas según la ecuación siguiente:

$$S_{1}^{2} = \left[\left(y_{1} - y_{a} \right)^{2} + \left(y_{1} - y_{b} \right)^{2} + ... \left(y_{1} - y_{n} \right)^{2} \right] \cdot \frac{1}{n-1}$$
(II.IV)

2. Luego la suma de las dispersiones.

$$\sum_{i=1}^{N} S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + \dots + S_N^2$$
(II.V)

Donde:

N: es el número de experimentos.

3. Cálculo del criterio de Cochran (G) para cada fila.

$$G_{calc} = \frac{S_i^2}{\sum S_i^2} \tag{II.VI}$$

Para 1 grado de libertad f_1 = n -1; f_2 =N; α =0,05

Si G _{calc} < G _{tab}, la dispersión es homogénea de cada fila analizada con respecto a la población. De manera contraria la fila debe ser excluida, en tales casos generalmente se han producido errores en la experimentación.

Cálculo de la dispersión de reproducibilidad

$$S_y^2 = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^{N} S_1^2$$
 (II.VII)

1. Error de reproducibilidad.

$$S_y = \sqrt{S_y^2}$$
 (II.VIII)

2. Cálculo del criterio t student

$$t_{calc} = \frac{S_y}{S_y^2} \tag{II.IX}$$

- 3. Determinación t_{tab} ; f = N (n-1); $\alpha = 0.05$.
- 4. Comprobación de los criterios t calc t tab.

Si t _{calc} > t _{tab.} la diferencia entre los valores de la respuesta en diferentes puntos del plano está comprobada estadísticamente.

Cálculo del valor medio de respuesta y control del significado de su diferencia

1. Valor del criterio de student

$$t_{calc} = \frac{\bar{y}_{\text{max}} - \bar{y}_{\text{min}}}{S_{y} \cdot \sqrt{\frac{1}{n_{\text{max}}} + \frac{1}{n_{\text{min}}}}}$$
(II.X)

- 2. Determinación de t tab; $f = n_{max} + n_{min.}$
- 3. Comprobación del criterio t cal ttab

Si $t_{\text{calc}} > t_{\text{tab}}$, los valores medios de las respuestas están considerados dentro del campo muestral.

Determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión por medio de las ecuaciones siguientes (II.XI)

$$b_0 = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N} \qquad b_1 = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots - \bar{y}_N}{N} \qquad bn = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 - \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N}$$

Este cálculo se realiza tomando los signos verticales de la matriz de experimentación.

La ecuación de regresión es:

$$\xi = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + \dots + b_{12} X_1 X_2 + \dots + b_N X_N \tag{II.XII}$$

Control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión

1. Error de la prueba.

$$S_p = \frac{S_y}{\sqrt{N \cdot n}} \tag{II.XIII}$$

2. Cálculo del criterio t student por medio de la ecuación (II.XIV).

$$t_{calc} = \frac{|b_0|}{S_p}$$
; $t_{calc} = \frac{|b_1|}{S_p}$; $t_{calc} = \frac{|b_2|}{S_p}$

- 3. Determinación t_{tab} ; f = N (n-1); α = 0,05.
- 4. Comprobación de los criterios t calc t tab.
- Si t_{calc}>t_{tab}, los coeficientes de la ecuación son significativos.
- Si t_{calc}<t_{tab}, los coeficientes de la ecuación no son significativos.

Control de la adecuación de la ecuación de regresión

 Se realiza el cálculo para cada punto del plano por medio de la ecuación (II.XV).

$$\hat{y}_{1} = \pm b_{0} \pm b_{1} \pm b_{2} + \dots \pm b_{N}$$
(II.XV)

$$\hat{y}_2 = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \cdots \pm b_N$$

$$\hat{y}_{N} = \pm b_{0} \pm b_{1} \pm b_{2} + \cdots \pm b_{N}$$

Este cálculo se realiza tomando los signos horizontales de la matriz de experimentación.

2. Dispersión de adecuación.

$$S_{adec}^{2} = \frac{n}{N - n - 1} \left[\left(y_{1} - y_{1} \right)^{2} + \left(y_{2} - y_{2} \right)^{2} + ... \left(y_{n} - y_{n} \right)^{2} \right]$$
(II.XVI)

3. Se calcula el criterio de Fisher.

$$F_{calc} = \frac{S_{adec}^2}{S_v^2}$$
 (II.XVII)

- 4. Determinación F_{tab} : $f_1 = N (n 1)$; $f_2 = N (n 1)$; $\alpha = 0.05$.
- 5. Comprobación del criterio F_{calc} F_{tab.}
- Si F_{calc} < F_{tab} ; el modelo es adecuado al objeto investigado.

Cálculo del coeficiente de correlación

Prueba	\overline{y}_i	ŷ _i	$\left(-\hat{y}_{1} - \hat{y}_{i} \right)^{2}$	$y_G = \frac{\sum \bar{y}_1}{N}$	$\left(\hat{y}_1 - y_G\right)^2$
1					
2					
3					
N					
	$\sum y_i^- =$		$\sum (1)^2$		$\sum (2)^2$

$$R = \sqrt{1 - \frac{\sum (1)^2}{\sum (2)^2}}$$
 (II.XVIII)

Los coeficientes de correlación pueden tomar los siguientes significados.

R=0, No hay correlación.

R=1, Relación positiva.

R= -1, Relación negativa.

2.7 Metodología termodinámica del proceso

En la precipitación de sulfuro de níquel, que tiene lugar con el licor producto del sedimentador de carbonato, empleando como reactivo hidrogenosulfuro de sodio, se manifiestan una serie de transformaciones, estas han sido valoradas en otras investigaciones (Cuba, CEINNIQ, 2004). El reactivo primeramente se hidroliza con el agua, mediante la siguiente reacción (II.1):

NaHS (s) +
$$H_2O = H_2S$$
 (ac). + NaOH (ac) (II.1)

El sulfuro de hidrógeno producto de la disolución en agua reacciona con el sulfato de níquel, dando lugar a las reacciones siguientes:

$$NiSO_4 (ac) + H_2S (ac) = NiS (s) + H_2SO_4 (ac)$$
 (II.2)

$$NiCO_3(s) + H_2SO_4(ac) = NiSO_4(ac) + CO_2 + H_2O(ac)$$
 (II.3)

El análisis termodinámico del proceso de precipitación de sulfuros muestra la posibilidad que tiene una reacción química de ocurrir o no bajo condiciones determinadas. La influencia de la temperatura en las reacciones de precipitación de sulfuros se determina por la dependencia del Potencial Isobaro - Isotérmico con la temperatura, expresada a través de la ecuación siguiente:

$$\Delta G_T^o = \Delta H_T^o - T \Delta S_T^o \tag{II.XIX}$$

Para la entalpía se emplea la ecuación:

$$\Delta H r_{T2}^{0} = \Delta H_{298}^{0} + \int_{298}^{\tau_2} \Delta C_p dT$$
 (II.XX)

donde:

 ΔHr_{T2} - entalpía de reacción a la temperatura T₂.

 $\Delta H^{\it o}_{\it 298}$ - entalpía de reacción a la temperatura 298 K.

La variación de la capacidad calorífica, se calcula por:

$$\Delta C_p = \sum C_p(final) - \sum C_p(inicial)$$
 (II.XXI)

Después de realizar una serie de transformaciones se llega a la expresión general siguiente:

$$\Delta H = \Delta H_{298}^{0} + \alpha T + \frac{\beta}{2} T^{2} + \frac{\chi}{3} T^{3} + \dots$$
 (II.XXII)

Para el caso de la variación de entropía en función de las capacidades caloríficas, se calcula por la expresión:

$$\Delta S_T = \Delta S_{298}^o + \int_{298}^T \frac{\Delta C_p}{T} dT$$
 (II.XXIII)

Sustituyendo las expresiones (II.XX) y (II.XXIII) en la ecuación (II.XIX) se obtiene la expresión:

$$\Delta G^{0}_{rT} = \Delta H^{0}_{298} - T\Delta S^{0}_{298} + \int_{298}^{T} \Delta C_{p} dT - T \int_{298}^{T} \frac{\Delta C_{p}}{T} dT$$
(II.XXIV)

El proceso de precipitación se realiza a temperaturas cercanas al estado de referencia (T = 298 K), por tanto asumiendo que Δ Cp = 0, entonces se cumple que:

$$\Delta G^{0}_{rT} = \Delta H^{0}_{r298} - T\Delta S^{0}_{r298}$$
 (II.XXV)

Aplicando la expresión (II.XIX) a las reacciones (II.2), (II.3) y (II.4) se pueden obtener los valores del Potencial Isobaro Isotérmico correspondientes, y luego aplicando la

Ecuación Isoterma de Reacción (Guerásimov 1971, Glasstone 1987) conocer la constante de equilibrio que caracteriza la reacción.

$$\Delta G^0 = -RT \ln K_e$$
 (II.XXVI)

donde:

ΔG⁰: Variación de energía libre

R: constante universal de los gases, 8,314 j/mol K

T: temperatura, K

K_e: constante de equilibrio

De donde se obtiene que:

$$ln K_e = - \Delta G^0 / R T$$
 (II.XXVII)

Sustituyendo la expresión (II.XXV) en (II.XXVII)

$$LogKe = -\frac{\Delta H_r^0_{298}}{2,303RT} + \frac{\Delta S_r^0}{2,303R}$$
 (II.XXVIII)

Aplicando la expresión (II.XXVIII) a las reacciones (II.2) y (II.3) se determina la influencia de la temperatura en la precipitación de los sulfuros.

2.8 Técnicas de análisis

Análisis Mineralográfico de tamaño de partículas por el método de reflexión de rayos láser

Este análisis se realiza en el "Analizador compacto" marca: Fritsch, haciendo converger un haz de rayos láser sobre las partículas sólidas suspendidas en un medio fluido, estos después de incidir sobre las partículas se reflectan hacia un detector, brindando la posibilidad para realizar los cálculos de tamaño y distribución de las partículas, mediante los modelos matemáticos según la teoría de Mei y

Fraunhofer, basándose en el grado de opacidad descrito por las partículas. Este equipo se empleó para analizar los sulfuros obtenidos.

Análisis por Espectrofotometría de Absorción Atómica

Se basa en la excitación de los electrones de un elemento determinado mediante la acción de una llama de oxígeno y acetileno también llamada llama de oxidación, posteriormente se emplea una lámpara de cátodo hueco del mismo elemento a analizar. No es más que la absorción selectiva de radiaciones electromagnéticas de diversas regiones del espectro por el sistema homogéneo. El análisis por espectrofotometría se empleó para determinar las concentraciones de níquel total y níquel disuelto en el licor clarificado, además de la composición de los sulfuros precipitados. De acuerdo a la norma NEIB 300-01:2001 para análisis químicos de sulfuros de níquel y cobalto.

2.9 Conclusiones del capítulo II

En éste capítulo se mostró una caracterización de los materiales utilizados, licor inicial y reactivo, así como una descripción de la parte experimental, los aspectos referentes a la metodología empleada e instrumentación para la realización de la obra.

Capítulo III. Análisis de los resultados

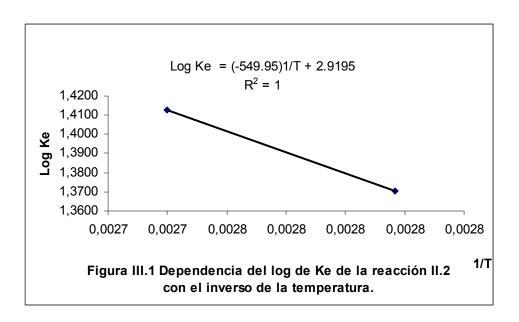
3.1 Introducción

Este capítulo tiene como objetivo valorar íntegramente todos los resultados alcanzados en la investigación para así explicar los fundamentos científicos que dan solución al problema planteado. Empleando para ello un análisis detallado de cada uno de los factores que intervienen en el trabajo.

3.2 Análisis termodinámico

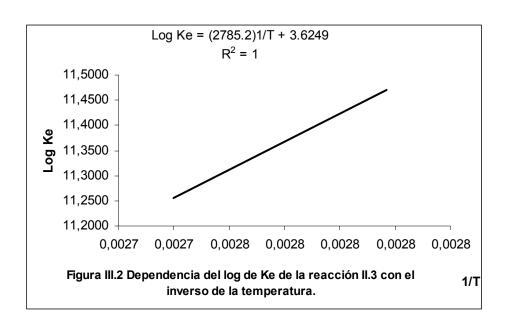
Para la realización del análisis termodinámico es necesario indicar las condiciones mediante las cuales ocurre el proceso (Sushokov, V ,1971), (Guerasimov1971), (Matos Tamayo, R , 1988). La temperatura oscila entre 80 y 90 °C, según las condiciones climáticas. Las especies presentes en el licor son el carbonato y sulfato de níquel en 56 y 45 porciento respectivamente. Termodinámicamente se demuestra que la temperatura ejerce una influencia positiva en la reacción (II.2), que es la formación del sulfuro de níquel, producto de la reacción de intercambio del sulfato de níquel con el sulfuro de hidrógeno. La temperatura no favorece la formación del sulfato de níquel, reacción (II.3), a partir del carbonato con el ácido sulfúrico producto de la reacción (II.2). La reacción (II.3) desprende energía en forma de calor, el cual, es aprovechado por la reacción (II.2) puesto que es endotérmica, para comprender mejor este comportamiento es necesario remitirse a un gráfico que relacione el Log Ke vs el inverso de la temperatura.

En la figura III.1 se muestra la dependencia del logaritmo de la constante de equilibrio con el inverso de temperatura para la reacción (II.2), donde el níquel disuelto reacciona con el sulfuro de hidrógeno producto de la reacción (II.1), dando lugar a la reacción endotérmica (II.2), formándose el sulfuro de níquel, y el ácido sulfúrico que participa en la reacción (II.3).



En la figura anterior se muestra como el aumento de la temperatura favorece la reacción, pero la constante de equilibrio es muy pequeña, esto indica que dicho equilibrio no ejerce mucha influencia en la formación de los productos.

En la figura (III.2) se muestra el comportamiento del logaritmo de la constante de equilibrio en función del inverso de la temperatura para la reacción del níquel en suspensión con el ácido sulfúrico (II.3), comprobándose que el incremento de la temperatura provoca una disminución de la constante de equilibrio, puesto que se trata de una reacción exotérmica, luego no se favorece la formación del sulfato de níquel, desde el punto de vista termodinámico, o sea, el paso de carbonato de níquel a sulfato de níquel. El aumento de la temperatura dificulta la misma, pero no impide que ocurra, pues tiene una constante de equilibrio que asegura que se favorezca la reacción en el sentido de la formación de los productos, generando energía en forma de calor, que beneficia la reacción (II.2).



Ecuaciones del logaritmo de la constante de equilibrio en función del inverso de la temperatura para las reacciones analizadas.

Tabla III.1 Ecuaciones de Log Ke vs 1/T											
Reacción	II.2	II.3									
Ecuación	$LogKe = \frac{-549.95}{T} + 2.91$	$LogKe = \frac{2788.2}{T} + 3.62$									

En la tabla III.2 se muestran los datos termodinámicos según (Perry, H, 1973), determinados para las reacciones:

Tabla III.2 Dato	s termodinámicos		
Reacción	∆G (J/mol)	∆H (J/mol)	∆S (J/mol*K)
II.2	-73540.0	10530.0000	55.9000
II.3	-672370.6	-53328.9622	69.4058

3.3 Análisis de los resultados del proceso de precipitación

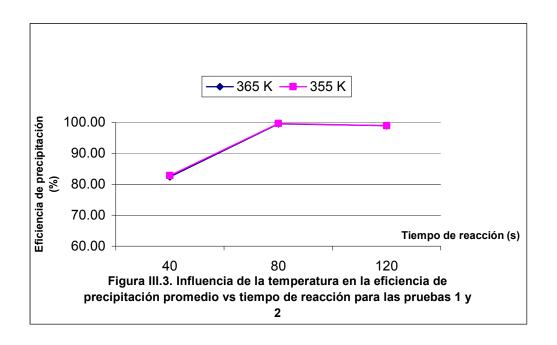
El análisis de los resultados experimentales se puede considerar como muy satisfactorio, pues la eficiencia de precipitación mostró un comportamiento favorable. El promedio de eficiencia para los años 2006 y 2007 fue de 95.66 %, de acuerdo a la data que muestra la concentración de níquel total en el licor inicial, ver tablas (1, 2, 6, y 7) en los anexos, y las concentraciones de níquel total en el licor al dique de cola, ver tablas (3, 4, 8 y 9) en los anexos, teniendo en cuenta el coeficiente de pérdidas al medio ambiente. Los resultados del proceso de precipitación en la realización de los experimentos alcanzaron valores por encima de los 99.82 % de eficiencia, empleando la cantidad mínima de reactivo. Los resultados en el proceso de precipitación para los 8 experimentos con sus respectivas réplicas se encuentran graficados en los anexos, figuras (1 - 24).

El esquema tecnológico del proceso de precipitación se encuentra expuesto en los anexos, figura (25).

Para analizar los resultados obtenidos en la precipitación de una forma más completa, se partirá de una valoración en cada variable experimental por separado, para así diferenciar mejor su influencia sobre el sistema, a partir de los dos niveles de experimentación para cada una de ellas.

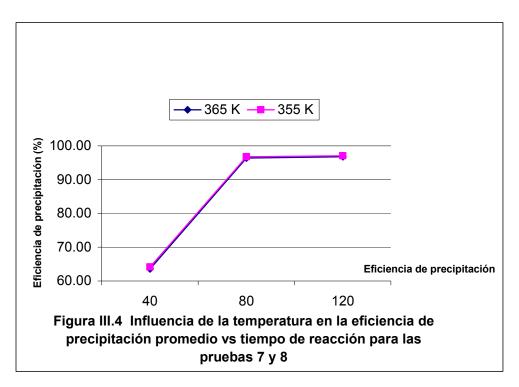
3.3.1 Influencia de la temperatura sobre el proceso de precipitación

Según los resultados alcanzados en la precipitación, la temperatura no muestra influencia sobre el sistema en el intervalo entre 355 y 365 K, en la figura III.3 se puede apreciar el comportamiento de la temperatura en función del tiempo:



La figura III.3 muestra la eficiencia promedio en las tres réplicas para las pruebas 1 y 2, con un máximo de temperatura para la prueba 1, y un mínimo para la prueba 2, donde se mantienen invariables en su nivel máximo la velocidad de agitación y la relación volumétrica. Como se puede apreciar, experimentalmente la temperatura no causa influencia sobre el sistema en el rango estudiado.

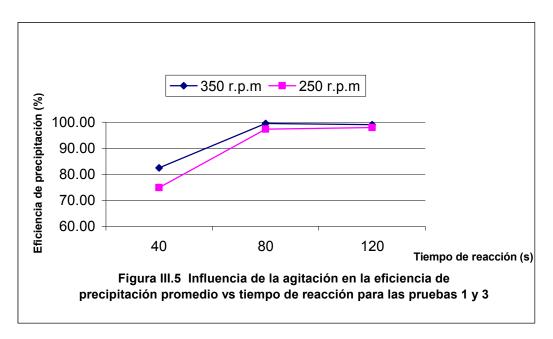
En la figura III.4 se manifiesta el comportamiento de la temperatura en función del tiempo para las pruebas 7 y 8, donde se mantienen invariables la velocidad de agitación y la relación volumétrica en su nivel mínimo. Los valores de eficiencia son el resultado de promediar las tres réplicas realizadas, pues hay resultados donde se alcanza mayor eficiencia con los mayores valores de temperatura y viceversa. Como se puede apreciar, experimentalmente la temperatura no causa influencia sobre el sistema en el rango estudiado.



Termodinámicamente la temperatura ejerce una ligera influencia positiva sobre el sistema, sin embargo experimentalmente esa influencia no se puede apreciar, al menos en el rango de temperatura estudiado.

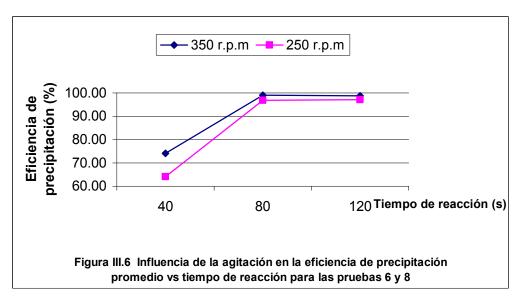
3.3.2 Influencia de la agitación sobre el proceso de precipitación

La agitación mostró ser un factor determinante en el proceso de precipitación de níquel total, ya que es el parámetro que en mayor grado incide sobre los resultados. En la figura III.5 se pueden apreciar los resultados de forma más detallada para la prueba 1 y 3:



La prueba 1 corresponde a los valores máximos de agitación, permaneciendo invariables la temperatura y la relación volumétrica en su nivel máximo, la prueba 3, se corresponde con los valores mínimos de agitación. Es preciso destacar que en todos los casos la eficiencia es mayor para los valores máximos de agitación.

La eficiencia mantuvo valores cercanos a 100 %, con la agitación máxima y mínima, con los mayores valores de concentración de reactivo, o sea, menor relación volumétrica licor/agente precipitante. En la figura III.6 se puede apreciar que para la menor cantidad de reactivo y menor valor de temperatura, se obtienen altos valores de eficiencia.

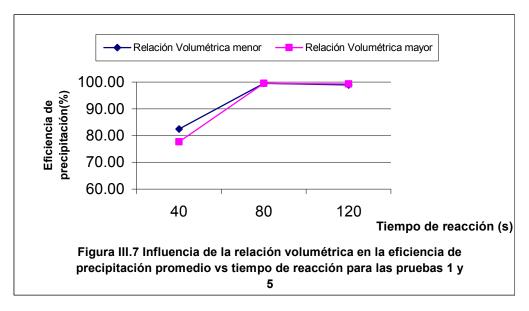


La prueba 6 corresponde a los mayores valores de agitación, se manifiesta una eficiencia de precipitación alta, en estas pruebas se emplea la menor cantidad de consumo de reactivo y temperatura.

Este comportamiento es debido a que se logra una mejor homogenización en los niveles máximos de agitación. La determinación de los valores óptimos de este parámetro es fundamental, pues de esto depende obtener buenos resultados. El valor no puede ser muy alto porque puede propiciar las condiciones para que reaccione el sulfuro de níquel presente con el agua y el oxígeno, para dar lugar a la redisolución del sulfuro de níquel, formándose sulfato de níquel.

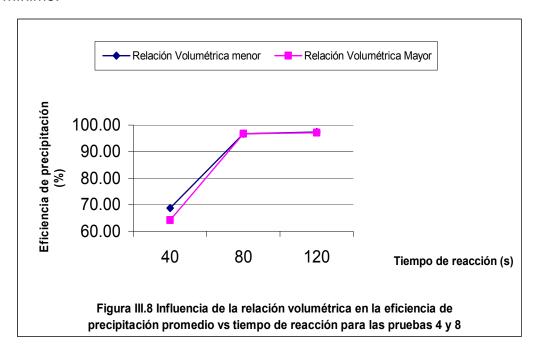
3.3.3 Influencia de la relación volumétrica

La relación volumétrica es un factor que ejerce influencia sobre el sistema de forma positiva, aunque en menor medida. En la figura III.7 se puede apreciar el comportamiento de este parámetro. Vale recordar que la relación volumétrica menor indica una mayor cantidad de reactivo empleado.



En la figura III.7 se muestran los valores de eficiencia alcanzados con los niveles mínimos y máximos de relación volumétrica, donde se puede ver claramente que la

misma no ejerce una influencia notable sobre el sistema. En las pruebas 1 y 5 las condiciones de temperatura y agitación permanecen invariables en su nivel máximo. En la figura III.8 se muestra el comportamiento de la relación volumétrica en las pruebas 4 y 8, donde la temperatura y la agitación permanecen invariables en su nivel mínimo.



La prueba 1 es la que arroja los mejores resultados, en la réplica 2, con el mayor porciento de precipitación y la mayor cantidad de reactivo, con un valor de 99.96 %, sin embargo la prueba 4, para una menor cantidad de reactivo y mayor agitación alcanza el valor de 99.82 %, la diferencia entre estos dos valores es despreciable. Este comportamiento se relaciona con otras investigaciones, (Cuba, CEINNIQ, 2004) reporta que los mayores valores de precipitación fueron alcanzados con menores

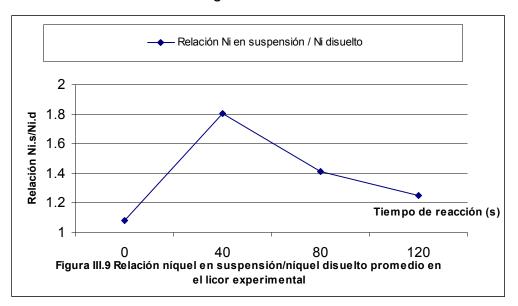
valores de consumo de reactivo.

La disminución del reactivo suministrado al sistema se comportó positivamente en la práctica, pues en pruebas realizadas antes de comenzar la investigación se demostró que se podría mantener la eficiencia, o incrementarla, como posteriormente se demostró. Pues la eficiencia promedio para los años 2006 y 2007 es de 95.66 %, cuando se suministraba un flujo de reactivo de 40 L/min, que equivale a una relación volumétrica igual a 146. el flujo de reactivo hidrogenosulfuro de sodio suministrado se

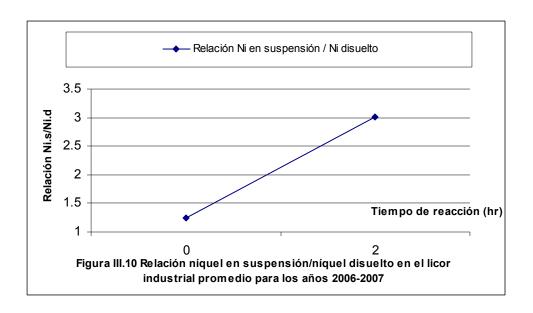
disminuyó hasta valores de 25 L/min, que equivale a una relación de 325 y la eficiencia experimentó un ligero aumento.

3.3.4 Relación níquel en suspensión / níquel disuelto

Para realizar el análisis en función de la relación níquel en suspensión/ níquel disuelto es necesario remitirse a la figura III.9



La relación níquel en suspensión/níquel disuelto obtenida durante la realización de las pruebas nos indica que la mayor cantidad de níquel se encuentra en forma de carbonato de níquel, inicialmente. En la figura III.9 se puede apreciar como esta relación aumenta a los 40 segundos de iniciado el proceso, esto indica que primeramente reacciona el níquel disuelto, que es el sulfato de níquel, motivo por el cual aumenta la relación níquel en suspensión/níquel disuelto, a los 80 segundos se observa como esta relación disminuye, se puede interpretar que para este tiempo todo el níquel en forma de sulfato ha reaccionado y al mismo tiempo pasa a disolverse el carbonato de níquel, por lo que disminuye el contenido de este y aumenta la cantidad de níquel disuelto, manteniéndose este comportamiento hasta los 120 segundos. La figura anterior es el resultado de promediar todos los valores de concentraciones, en los tiempos estudiados.



En la figura III.10 se muestra la relación níquel en suspensión/níquel disuelto inicial y final, para un tiempo de aproximadamente dos horas que dura el proceso. Los valores de concentración empleados son el resultado de promediar la relación níquel en suspensión/níquel disuelto diaria para los años 2006 y 2007. La figura anterior indica que históricamente el contenido de carbonato de níquel en el licor residual ha sido tres veces mayor que el de sulfato de níquel.

3.4 Caracterización del sulfuro precipitado

La caracterización química brinda información acerca de la composición del sulfuro de níquel precipitado, mostrando el contenido de cada elemento en unidades de porciento. Estas determinaciones se realizaron por los métodos establecidos según la norma: NEIB 300-01: 2001, para análisis químicos. Los resultados referentes a la composición química no son semejantes a otras investigaciones, debido a que este sulfuro de níquel es producto del licor de reboso del sedimentador de carbonato, parte del proceso donde no se han realizado investigaciones concluyentes con anterioridad. Los resultados se muestran en la tabla III.3.

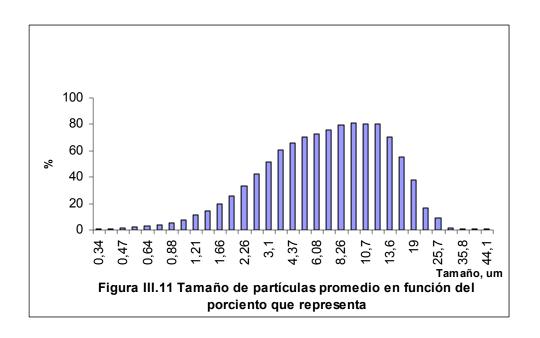
Tabla III.3 Composición química del sulfuro de níquel											
Elementos metálicos	Contenido(%)	Elementos metálicos	Contenido(%)								
Ni	33.41	Mn	0.29								
Co	0.53	H ₂ O	4.85								
Fe	0.26	NH ₃	0.53								
Cu	0.09	Mg	0.09								
Zn	0.03										

La caracterización química del sulfuro de níquel permite arribar a las conclusiones siguientes:

El principal metal componente del sulfuro obtenido es el níquel, mientras el resto tienen valores inferiores al 1 %.

El alto contenido de níquel se debe a que el licor clarificado ya ha sido sometido a un proceso selectivo de precipitación de cobalto, donde conjuntamente con este precipitan gran parte de los componentes que aún quedan presente con valores inferiores al 1 %.

La caracterización granulométrica se referencia en la figura III.11, donde se muestra el tamaño de partículas:



En la figura III.11, se puede apreciar que el tamaño de partículas alcanza valores promedio de 10 a 12 micrones, aunque los valores pueden llegar hasta 44 micrones. También se puede caracterizar en función de otros parámetros que fueron determinados y no están disponibles en otras bibliografías, tales como: el área de la superficie específica: 13778.51 cm²/cm³, diámetro armónico promedio 4.355 micrones, diámetro cuadrático 9.601 micrones y el diámetro aritmético 7.927 micrones.

Aunque no se realizaron análisis para determinar las fases minerales en el sulfuro tales como el Heazlewoodite (Ni_3S_2), Polydimita (Ni_3S_4) o Millerita (NiS), los datos brindados pueden resultar muy útiles para otras investigaciones ya que resultan novedosos sus valores.

3.5 Análisis de los resultados estadísticos-matemáticos

Se realiza un estudio estadístico - matemático, utilizando como herramienta el software Microsoft Excel, donde se analizan las principales variables a tener en cuenta durante el estudio realizado. En las tablas (13,15 y 17) de los anexos se muestran los valores de eficiencia de precipitación alcanzados según las concentraciones de níquel total final, mostrados en las tablas (12, 14 y 16) de los anexos. En las tablas enumeradas desde (19 -22) en los anexos, aparecen los principales resultados del

estudio estadístico – matemático realizado. Dicho modelo caracteriza el sistema en estudio, éste es el encargado de mostrar la correlación entre los parámetros tecnológicos de entrada con relación a la eficiencia del proceso de precipitación. Las variables valoradas son: temperatura (Temp), agitación (Agt) y relación volumétrica licor/ hidrogenosulfuro de sodio (L:R).

Mediante el empleo del procedimiento matemático - estadístico se determinaron las ecuaciones de los modelos matemáticos para los tiempos estudiados. La matriz planificada para la determinación de los coeficientes de las ecuaciones de regresión se muestra en la tabla 13 de los anexos.

La ecuación que conforma el modelo matemático obtenido para las pruebas realizadas al cabo de los 40 segundos es:

P(Ni)=73.532+1.080(T)+5.725(A)+3.677(L:R)-0.300(T)(A)+0.346(T)(L:R)-0.281(A)(L:R)-1.332(T)(A)(L:R)

El índice de correlación múltiple es igual a 0.93, esto corrobora una correlación aceptable entre las variables de entrada y salida, que es la eficiencia de precipitación.

La ecuación que conforma el modelo matemático obtenido para las pruebas realizadas al cabo de los 80 segundos es:

P(Ni)=98.134+0.074(T)+1.304(A)+0.204(L:R)+0.043(T)(A)+0.032(T)(L:R)-0.035(A)(L:R) -0.211(T)(A)(L:R)

El índice de correlación múltiple es igual a 0.96, esto corrobora una alta correlación entre las variables de entrada y salida, que es la eficiencia de precipitación.

La ecuación que conforma el modelo matemático obtenido para las pruebas realizadas al cabo de los 120 segundos es:

%P(Ni) = 98.149+0.094(T)+0.825(A)+0.182(L:R)0.028(T)(A)+0.030(T)(L:R)-0.188(A)(L:R)-0.158(T)(A)(L:R)

El índice de correlación múltiple es igual a 0.93, esto corrobora una correlación aceptable entre las variables de entrada y salida, que es la eficiencia de

precipitación. La variable de mayor significación es la agitación para todos los tiempos, 40, 80 y 120 segundos, posteriormente la relación licor/agente precipitante con una ligera influencia, y por último la temperatura, que no ejerce influencia sobre el sistema.

Se puede apreciar como la interacción entre la temperatura y la agitación para el primer tiempo causa una influencia negativa, pero en el segundo y tercer tiempo dicha influencia es positiva. Exceptuando la interacción antes mencionada el patrón para los tres modelos no cambia, pues en todos se verifica que la interacción entre la agitación y la relación volumétrica tiene signo negativo, así como la interacción entre las tres variables estudiadas.

3.6 Valoración socio- ambiental y económica

3.6.1 Impacto Ambiental

El reactivo utilizado, hidrogenosulfuro de sodio, según la página web de la ECECG, tiene una coloración amarillo negruzco y olor peculiar que denota su presencia. Posee características que están altamente influenciadas por las propiedades de las sustancias que la componen, pues ofrece muchos riesgos debido al sulfuro de hidrógeno que produce durante su reacción de hidrólisis. El sulfuro de hidrógeno (H₂S), es un gas que puede ocasionar muchos daños, estos se manifiestan en la interacción de las personas con este gas. Los daños que puede ocasionar el contacto con el sulfuro de hidrógeno pueden ser muy perjudiciales y variados ya que es un gas irritante y asfixiante, capaz de absorberse a través de la piel humana. En bajas concentraciones (20-150 ppm) provoca irritación en los ojos, concentraciones ligeramente superiores, irritación en las vías respiratorias seguidas de edemas pulmonares y cuando las concentraciones sobrepasan los 500 ppm, ocasiona daños severos e incluso la muerte.

Todas estas características reflejan la necesidad de una forma de operación que asegure la calidad total del proceso con el consumo mínimo de este agente precipitante, puesto que además causa daño al ecosistema.

Con la realización de este trabajo se logra, en función de los resultados alcanzados, disminuir el consumo de agente precipitante en una magnitud apreciable, equivalente a 1.2 toneladas por día.

3.6.2 Impacto económico

Para el análisis económico es imprescindible destacar que según los resultados experimentales es posible disminuir el consumo de reactivo hidrogenosulfuro de sodio en 1.2 toneladas diarias, el cual, tiene un costo de 1232 USD la tonelada. En la tabla III.4 se muestran los aportes económicos por concepto de ahorro de reactivo.

Tabla III.4 Aportes económicos por concepto de ahorro de reactivo										
1 día 30 días 365 días										
Toneladas	1.2096	36.2880	435.4560							
Importe	1490.2272	44706.8160	536481.7920							

Con el consumo de reactivo determinado por la investigación, el ahorro que representa sobrepasa el medio millón de dólares anuales.

Por concepto de aumento de la eficiencia, se incrementa considerablemente el ingreso monetario, pues una tonelada de sulfuro de níquel representa un valor de 19202 dólares. Los resultados experimentales muestran una eficiencia por encima del 98 %, esto se puede apreciar en las tablas (15 y 17) de los anexos. La producción de la planta es aproximadamente 2.2 toneladas por día. Tomando como referencia solamente un 98 % de eficiencia, se incrementa la producción en 0.055 toneladas diarias. Estos resultados se pueden apreciar de forma más precisa en la tabla III.5:

Tabla III.5 Aportes económicos por concepto de aumento de eficiencia										
	1 día	30 días	365 días							
Toneladas	0.0554	1.6614	20.2135							
Importe	1063.4136	31902.4094	388145.9808							

Como se puede apreciar en la tabla III.5, solamente tomando referencia un incremento de la eficiencia hasta el 98 %, el incremento monetario alcanza valores cercanos a los 400 000 dólares.

3.7 Conclusiones del capítulo III

- I. Se determinaron las transformaciones físico químicas que dan lugar a la precipitación del sulfuro de níquel.
- II. Los modelos estadísticos matemáticos para los tiempos de (40, 80, y 120 segundos) en el proceso de precipitación muestran que las variables independientes de mayor influencia en el proceso de precipitación del sulfuro de níquel son la agitación y la relación volumétrica licor/agente precipitante.
- III. Se establecieron los modelos termodinámicos que describen el proceso de precipitación de sulfuro de níquel en función de la temperatura, donde la Ke depende de la naturaleza de la especie precipitada.
- IV. Los cálculos económicos preliminares de las pruebas, aplicados a la precipitación del sulfuro de níquel, demuestra que es factible la aplicación de los modelos obtenidos.
- V. Desde el punto de vista socio ambiental la disminución de la dosificación de reactivo disminuye los daños al ecosistema, así como una mejora en las estructuras metálicas de las instalaciones y equipos autómatas de control de procesos.

Conclusiones Generales.

- I. Se determinaron las transformaciones físico químicas que dan lugar a la precipitación del sulfuro de níquel, donde se alcanzan valores de precipitación por encima de 98%, empleando la mínima dosificación de reactivo.
- II. Los modelos estadísticos matemáticos para los tiempos de (40, 80, y 120 segundos) en el proceso de precipitación muestran que las variables independientes de mayor influencia en el proceso de precipitación del sulfuro de níquel son la agitación y la relación volumétrica licor/agente precipitante.
- a) %P(Ni)=73.532+1.080(T)+5.725(A)+3.677(L:R)-0.300(T)(A)+0.346(T)(L:R)-0.281(A)(L:R)-1.332(T)(A)(L:R)
 b)%P(Ni)=98.134+0.074(T)+1.304(A)+0.204(L:R)+0.043(T)(A)+0.032(T)(L:R)-0.035
 (A)(L:R)-0.211(T)(A)(L:R)

c)%P(Ni) =
$$98.149+0.094(T)+0.825(A)+0.182(L:R)0.028(T)(A)+0.030(T)(L:R)$$

-0.188(A)(L:R)-0.158(T)(A)(L:R)

- III. Se disminuye desde el punto de vista socio ambiental los daños al ecosistema y se demuestra que es factible la aplicación de los modelos obtenidos a escala industrial, pues los cálculos económicos preliminares en función de las pruebas realizadas así lo destacan.
- IV. Se establecieron los modelos termodinámicos que describen el proceso de precipitación de sulfuro de níquel en función de la temperatura, donde la Ke depende de la naturaleza de la especie precipitada para los mecanismo de reacción (II.2 y II.3).

Recomendaciones

- I. Realizar un estudio cinético que permita optimizar con mayor veracidad el proceso de precipitación de sulfuro de níquel.
- II. Utilizar los métodos empleados en la investigación y el comportamiento de los parámetros y variables estudiada a escala industrial.
- III. Emplear los nuevos conocimientos desarrollados en la investigación en actividades académicas.

Bibliografía

- 1. Aguilera Dall, M, "Precipitación de sulfuros a partir de soluciones Carbonato amoniacal", Trabajo de diploma, ISMM, 2000.
- 2. Alexeiv, V. N. Qualitative Análisis. Moscow. Mir.1971. 563p.
- 3. Avila Navarro, L,"Estudio preliminar de la oxidación y disolución de sulfatos de Ni y Co", Trabajo de diploma, ISMM, 1997.
- 4. Babor, J. y J. Ibar: Química General Moderna. La Habana. Ciencia y Técnica. 1970, 1144p. Tomo II. 7^{ma} Edición.
- 5. Blanco J, :Química inorgánica II, Ediciones ENPES, La Habana, 1982.
- 6. Burns, D: Inorganic reaction chemistry, Tomo II. Publisher Chechester, 1981.
- 7. Burriel, M; L. Conde y S. Arribas. Química analítica cualitativa. La Habana Instituto Cubano del Libro. 1972. 612p.
- 8. Capote Flores. N, "Caracterización del proceso de precipitación-oxidación de sulfuros mixtos obtenidos a partir de licores carbonato amoniacales", Tesis de Maestría, Universidad de Oriente, 1996.
- 9. Castañeda D, "Obtención de carbonatos e hidróxido de alta pureza" Centro de investigaciones de la laterita", Informe de progreso, 2001.
- 10. Chang. L, "intensificación del proceso de precipitación de sulfuros en el proceso ácido de Moa", Centro de investigaciones para la industria minero metalúrgica, Informe Técnico, 1986.
- 11. Cuba, Centro de investigaciones de la laterita, "Recuperación del cobalto y tratamiento y tratamiento de efluentes", Proyecto de progreso, [sin año].
- 12. Cuba, Grupo de mercado-CIS, "Perspectivas del níquel", 1998.
- Cuba, CEINNIQ, "Estudio de la precipitación de Níquel disuelto", 2004.
- 14. Coello Mariño, N, "Influencia de la aireación en la precipitación selectiva del cobalto", Trabajo de Diploma, ISMM, 2001.
- 15. Fernández P, "Estudio de factibilidad sobre refinación de los sulfuros de Ni + Co utilizando la tecnología Slovaca de Sered", ECRRL, Informe Técnico, 1992.

- 16. Garrido Rodríguez, M; Fernández M, E y Otros, "Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato-amoniacales", Minería y Geología. Vol.XVII. Nº 3 y 4. 2000.61-77.
- 17. Garrido Rodriguez, M, "Precipitación de sulfuros de cobalto y niquel a partir de soluciones carbonato amoniacales" Tesis de Doctorado, ISMM, 2003.
- 18. Glasstone, S. Termodinámica para químicos. 3 ^{era} Edición. Edición Aguilar. Madrid. 1987.
- 19. González Conte, E, "Precipitación de sulfuros(Níquel y cobalto) a partir de soluciones sintéticas", Trabajo de Diploma, ISMM, 2000.
- 20. Guerasimov, J et. al. Curso de química física. Tomo I. Editorial Mir. Moscú. 1971.
- 21. Hernández Pérez. R y Roque Rodríguez. A, "Recuperación de níquel de los efluentes de la destilación con sulfuro de sodio", ECRRL, Informe Técnico, 1986.
- 22. Hernández Pérez. R, "Valoración económica del proyecto de recuperación de níquel disuelto en los efluentes de la destilación", ECRRL, Informe Técnico, 1992.
- 23. Hernández Pérez. R, "Proyecto para la modernizacion de la instalación de recuperación del niquel disuelto en los efluentes de la destilación del licor producto", ECRRL, Informe Técnico, 1996.
- 24. Hernández Sampier, R: Metodología de la Investigación. Ed. Félix Varela, La Habana, 2004. 475 y 475p.
- 25. Jacobson, C, :Enciclopedia of chemical reaction. Vol III. Reinhold Publishig Co, USA, 1945.
- 26. Lissabet. G, "Recuperación del níquel disuelto" ECRRL, Informe Técnico, 1995.
- 27. Magaña Haynes, M y otros, "Optimización de la precipitación de cobalto en los licores de la primera y segunda etapas de lixiviación", CEINNIQ", Pryecto Nº 11068, 2007.
- 28. Matos Tamayo, R y Hing Cortón R: Aspectos fundamentales de la química física, Tomo II. Ed. Pueblo y Educación. La Habana, 1988. 343p.
- 29. Mellor, J : A comprehensive treatise on inorganic and theorical chemistry, Tomo XV. Longmans Green, Londres, 1937.
- 30. Ménes Vuelta. G, "Separación de níquel y cobalto por el método de formación de sulfuros en las soluciones amoniacales", Trabajo de Diploma, ISMM, 1998.

- 31. Milián Marín, A," Estudio cinético del proceso de precipitación de sulfuros de níquel y cobalto presentes en el licor de desecho WL, con hidrogenosulfuro de sodio", Trabajo de diploma, ISMM, 2002.
- 32. Mitrofanov, S. I; Barski, L. A y Samygin, V. D: Investigacion de la capacidad de enriquecimiento de los minerales, Ed. Mir, Moscú, 1982.
- 33. Mosqueda M, A, "Estudio de la precipitación del níquel disuelto con recirculación del sulfuro de níquel como semilla", "Centro del níquel", Reporte técnico, 2005.
- 34. Perry, H. S. and C.H. Chilton. Chemical Engineer's Handbook. Pueblo y Educación. Tomo I. 1999.
- 35. Prilostky G y Bobes L, "Parametros que influyen sobre la cinetica de precipitación de los sulfuros de níquel + cobalto 2da parte, "CIPIMM", Informe técnico, [1998].
- 36. Remy H, :Threatise on Inorganic Chemistry, Tomo II, Editorial Revolucionaria, La Habana, 1973.
- 37. Reyes Matos, R, "Experimentos industriales en el proceso de precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto", Revista Tecnológica. Vol. I. Nº1. 1997.40-46.
- 38. Rodríguez, Y. "Estudio del proceso de precipitación de metales en forma de sustancias poco solubles durante el tratamiento del licor amoniacal CI de la Empresa Ernesto Che Guevara, con el residual agua del cooler de la Empresa Moa Nickel S.A. Pedro Soto Alba", Trabajo de diploma. ISMM. 1995.
- 39. Rondón Contrera. I, "Evaluación de las condiciones hidrodinámicas en la precipitación del óxido de cobalto(III) hidratado", Trabjo de Diploma, ISMM, 2001.
- 40. Santana Milanés, Y y López Molina, Y, "Estudio de circuito de ensemillamiento de Cobalto en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara", Trabajo de diploma, ISMM, 2002.
- 41. Sushokov, V: Termodinámica Técnica. Ed. Mir, Moscú, 1971. 415p.
- 42. Sosa Martínez, M, "Regularidades físico químicas en la recuperación de las principales especies metálicas del licor residual de la empresa Comandante Pedro Sotto Alba, Moa Nickel. S.A", Tesis de Doctorado, ISMM, 2006.
- 43. Viera V, R; R Suárez, A y Fiffe M, L, "Análisis del proceso de precipitación selectivo de cobalto en medio amoniacal", Centro de investigaciones de la laterita", Informe técnico, 1998.
- 44. Zelikman, A; G. Voldman y L. Veliaevskaya. Teoría de los procesos hidrometalúrgicos. Editorial Metalurgia. Moscú. 1975.

Anexos

Tabla 1. Con	centració	ón de níq	uel total	en el lico	r clarific	ado para	el año 2	006, g/L				
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.139	0.130	0.180	0.129	0.168	0.151	0.208	0.171	0.172	0.116	0.203	0.229
2	0.135	0.127	0.213	0.208	0.229	0.223	0.173	0.227	0.149	0.123	0.242	0.165
3	0.124	0.123	0.199	0.207	0.169	0.193	0.156	0.175	0.154	0.143	0.263	0.163
4	0.120	0.092	0.190	0.134	0.183	0.112	0.208	0.178	0.153	0.144	0.205	0.174
5	0.131	0.147	0.149	0.148	0.217	0.107	0.190	0.139	0.140	0.149	0.243	0.151
6	0.131	0.169	0.170	0.158	0.245	0.121	0.139	0.220	0.104	0.161	0.213	0.159
7	0.129	0.146	0.162	0.176	0.264	0.131	0.259	0.158	0.120	0.156	0.239	0.149
8	0.125	0.181	0.128	0.145	0.207	0.155	0.211	0.187	0.073	0.134	0.228	0.227
9	0.145	0.153	0.145	0.145	0.190	0.235	0.255	0.236	0.088	0.132	0.180	0.198
10	0.130	0.110	0.173	0.151	0.185	0.327	0.235	0.168	0.122	0.146	0.202	0.212
11	0.159	0.135	0.145	0.158	0.211	0.337	0.222	0.201	0.213	0.146	0.206	0.239
12	0.181	0.124	0.154	0.185	0.240	0.277	0.241	0.173	0.165	0.102	0.157	0.107
13	0.138	0.131	0.158	0.165	0.232	0.309	0.297	0.157	0.159	0.106	0.144	0.140
14	0.140	0.167	0.136	0.183	0.231	0.289	0.305	0.215	0.143	0.114	0.147	0.138
15	0.148	0.189	0.158	0.320	0.195	0.157	0.221	0.246	0.148	0.123	0.176	0.150
16	0.103	0.192	0.136	0.399	0.225	0.151	0.196	0.230	0.106	0.133	0.182	0.148
17	0.113	0.162	0.148	0.237	0.256	0.178	0.188	0.199	0.109	0.117	0.183	0.152
18	0.132	0.136	0.195	0.231	0.225	0.150	0.147	0.256	0.121	0.167	0.143	0.153
19	0.126	0.125	0.150	0.220	0.349	0.200	0.188	0.126	0.141	0.132	0.201	0.171
20	0.137	0.135	0.166	0.322	0.349	0.162	0.185	0.145	0.147	0.109	0.181	0.271
21	0.168	0.143	0.150	0.220	0.349	0.200	0.188	0.126	0.141	0.145	0.201	0.171
22	0.130	0.151	0.131	0.182	0.227	0.191	0.175	0.158	0.146	0.153	0.216	0.181
23	0.120	0.150	0.108	0.199	0.221	0.175	0.175	0.177	0.120	0.186	0.221	0.202
24	0.094	0.177	0.126	0.235	0.168	0.276	0.193	0.163	0.092	0.173	0.217	0.203
25	0.100	0.145	0.141	0.185	0.132	0.223	0.187	0.160	0.137	0.163	0.198	0.162
26	0.095	0.144	0.188	0.241	0.200	0.244	0.200	0.174	0.114	0.170	0.187	0.191
27	0.100	0.144	0.201	0.233	0.201	0.259	0.185	0.144	0.156	0.182	0.147	0.211
28	0.157	0.142	0.145	0.288	0.160	0.291	0.208	0.161	0.152	0.175	0.132	0.222
29	0.168		0.143	0.194	0.140	0.294	0.187	0.160	0.149	0.193	0.096	0.281
30	0.165		0.137	0.214	0.135	0.211	0.204	0.203	0.142	0.155	0.185	0.242
31	0.132		0.134		0.128		0.155	0.183		0.171		0.213
Promedio	0.133	0.145	0.157	0.207	0.214	0.211	0.203	0.181	0.136	0.146	0.191	0.186
Mediana	0.131	0.144	0.150	0.197	0.211	0.200	0.193	0.174	0.142	0.146	0.199	0.174
Desv Estd	0.022	0.023	0.025	0.061	0.058	0.067	0.039	0.034	0.028	0.025	0.037	0.041
Máximo	0.181	0.192	0.213	0.399	0.349	0.337	0.305	0.256	0.213	0.193	0.263	0.281
Mínimo	0.094	0.092	0.108	0.129	0.128	0.107	0.139	0.126	0.073	0.102	0.096	0.107

Tabla 2. Co	ncentrac	ión de r	níquel di	suelto e	n el lico	r clarific	ado para	a el año :	2006, g/l	L		
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.073	0.065	0.085	0.077	0.086	0.076	0.085	0.085	0.070	0.048	0.107	0.131
2	0.069	0.056	0.099	0.080	0.095	0.107	0.084	0.101	0.076	0.052	0.091	0.071
3	0.068	0.060	0.105	0.079	0.081	0.094	0.068	0.088	0.077	0.075	0.102	0.080
4	0.069	0.049	0.102	0.087	0.077	0.062	0.108	0.085	0.072	0.058	0.087	0.065
5	0.069	0.073	0.084	0.085	0.094	0.052	0.087	0.069	0.063	0.076	0.114	0.071
6	0.069	0.075	0.094	0.080	0.120	0.053	0.082	0.100	0.043	0.063	0.101	0.062
7	0.050	0.071	0.067	0.090	0.129	0.067	0.125	0.069	0.050	0.067	0.110	0.067
8	0.060	0.089	0.066	0.080	0.090	0.079	0.108	0.083	0.033	0.063	0.118	0.102
9	0.070	0.072	0.062	0.062	0.099	0.138	0.104	0.101	0.050	0.046	0.076	0.090
10	0.066	0.054	0.068	0.066	0.080	0.148	0.107	0.079	0.062	0.061	0.098	0.082
11	0.091	0.072	0.082	0.065	0.095	0.157	0.095	0.079	0.081	0.066	0.089	0.112
12	0.110	0.063	0.080	0.102	0.102	0.128	0.103	0.076	0.082	0.046	0.067	0.051
13	0.069	0.059	0.082	0.075	0.114	0.112	0.109	0.064	0.066	0.060	0.055	0.058
14	0.063	0.065	0.073	0.099	0.112	0.097	0.144	0.077	0.065	0.054	0.072	0.076
15	0.063	0.078	0.062	0.163	0.099	0.071	0.091	0.114	0.064	0.063	0.069	0.077
16	0.045	0.093	0.070	0.154	0.101	0.076	0.079	0.098	0.052	0.056	0.083	0.070
17	0.054	0.084	0.067	0.112	0.131	0.076	0.076	0.073	0.052	0.039	0.078	0.065
18	0.067	0.079	0.089	0.109	0.103	0.075	0.054	0.115	0.054	0.071	0.061	0.066
19	0.058	0.070	0.094	0.139	0.174	0.056	0.058	0.060	0.065	0.059	0.051	0.070
20	0.071	0.066	0.094	0.154	0.217	0.079	0.083	0.048	0.062	0.049	0.060	0.130
21	0.074	0.071	0.083	0.121	0.179	0.094	0.078	0.053	0.061	0.062	0.081	0.071
22	0.042	0.076	0.069	0.103	0.096	0.086	0.088	0.072	0.066	0.074	0.073	0.068
23	0.055	0.080	0.053	0.099	0.105	0.092	0.088	0.088	0.045	0.077	0.079	0.079
24	0.040	0.088	0.071	0.116	0.070	0.121	0.085	0.071	0.044	0.074	0.090	0.083
25	0.044	0.082	0.055	0.096	0.059	0.109	0.071	0.081	0.056	0.052	0.080	0.059
26	0.045	0.077	0.087	0.095	0.091	0.103	0.084	0.075	0.052	0.076	0.082	0.087
27	0.051	0.076	0.096	0.105	0.090	0.101	0.081	0.073	0.064	0.075	0.057	0.107
28	0.086	0.069	0.067	0.156	0.081	0.149	0.103	0.081	0.065	0.072	0.052	0.095
29	0.083		0.069	0.107	0.077	0.163	0.095	0.080	0.077	0.081	0.041	0.121
30	0.078		0.066	0.107	0.058	0.095	0.089	0.064	0.061	0.078	0.060	0.110
31	0.067		0.063		0.069		0.080	0.059		0.089		0.094
Promedio	0.065	0.072	0.078	0.102	0.102	0.097	0.090	0.079	0.061	0.064	0.079	0.083
Mediana	0.067	0.072	0.073	0.099	0.095	0.094	0.087	0.079	0.063	0.063	0.079	0.077
Desv Estd	0.015	0.011	0.014	0.028	0.035	0.031	0.018	0.016	0.012	0.012	0.020	0.021
Máximo	0.110	0.093	0.105	0.163	0.217	0.163	0.144	0.115	0.082	0.089	0.118	0.131
Mínimo	0.040	0.049	0.053	0.062	0.058	0.052	0.054	0.048	0.033	0.039	0.041	0.051

Tabla 3. Co	ncentrac	ión de r	níquel to	tal en el	licor al	dique de	cola pa	ra el año	o 2006, g	g/L		
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.007	0.007	0.004	0.006	0.004	0.006	0.008	0.007	0.005	0.005	0.017	0.008
2	0.006	0.006	0.005	0.004	0.006	0.008	0.007	0.008	0.005	0.007	0.007	0.008
3	0.008	0.007	0.008	0.006	0.008	0.005	0.006	0.007	0.006	0.008	0.007	0.006
4	0.005	0.005	0.007	0.009	0.006	0.005	0.006	0.012	0.007	0.006	0.006	0.007
5	0.005	0.005	0.007	0.010	0.006	0.006	0.008	0.011	0.007	0.006	0.009	0.009
6	0.005	0.005	0.007	0.007	0.007	0.006	0.005	0.005	0.006	0.006	0.008	0.009
7	0.007	0.004	0.006	0.006	0.007	0.007	0.006	0.007	0.004	0.008	0.007	0.012
8	0.007	0.007	0.006	0.006	0.008	0.007	0.006	0.005	0.004	0.004	0.012	0.008
9	0.005	0.008	0.006	0.007	0.007	0.012	0.007	0.007	0.005	0.005	0.010	0.006
10	0.006	0.005	0.005	0.006	0.006	0.012	0.007	0.007	0.005	0.009	0.005	0.005
11	0.007	0.007	0.007	0.006	0.005	0.008	0.008	0.038	0.006	0.006	0.010	0.009
12	0.007	0.006	0.005	0.007	0.005	0.008	0.008	0.008	0.008	0.005	0.005	0.007
13	0.006	0.008	0.005	0.009	0.005	0.008	0.007	0.012	0.009	0.005	0.005	0.005
14	0.005	0.009	0.005	0.007	0.006	0.008	0.013	0.009	0.008	0.004	0.006	0.005
15	0.005	0.007	0.005	0.007	0.007	0.007	0.006	0.010	0.008	0.007	0.007	0.006
16	0.008	0.013	0.007	0.008	0.005	0.008	0.007	0.007	0.006	0.006	0.005	0.007
17	0.007	0.009	0.004	800.0	0.006	0.008	0.007	0.006	0.008	0.004	0.004	0.004
18	0.006	0.007	0.006	0.006	0.007	0.007	0.008	0.006	0.006	0.010	0.006	0.005
19	0.008	0.005	0.006	0.009	0.006	0.007	0.008	0.007	0.007	0.009	0.004	0.007
20	0.006	0.006	0.006	0.009	0.014	0.005	0.008	0.007	0.007	0.007	0.005	0.006
21	0.006	0.004	0.006	0.007	0.006	0.007	0.008	0.007	0.007	0.008	0.004	0.007
22	0.006	0.004	0.006	0.007	0.005	0.007	0.005	0.004	0.005	0.006	0.008	0.005
23	0.006	0.006	0.005	0.007	0.005	0.007	0.005	0.008	0.004	0.011	0.009	0.005
24	0.004	0.005	0.007	0.008	0.008	0.007	0.006	0.005	0.005	0.009	0.012	0.009
25	0.008	0.009	0.006	0.008	0.007	0.006	0.007	0.004	0.007	0.005	0.009	0.005
26	0.007	0.007	0.006	0.006	0.009	0.009	0.008	0.006	0.005	0.008	0.008	0.006
27	0.007	0.005	0.008	0.007	0.006	0.013	0.009	0.008	0.007	0.005	0.006	0.006
28	0.006	0.007	0.009	0.008	0.005	0.011	0.011	0.009	0.007	0.006	0.006	0.005
29	0.005		0.009	0.007	0.005	0.006	0.013	0.006	0.008	0.009	0.006	0.007
30	0.006		0.009	0.008	0.005	0.004	0.007	0.008	0.005	0.007	0.007	0.007
31	0.005	0.05=	0.007	2 2 2 =	0.006		0.006	0.006		0.007		0.006
Promedio	0.006	0.007	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	800.0	0.006	0.007	0.007	0.007
Mediana	0.006	0.007	0.006	0.007	0.006	0.007	0.007	0.007	0.006	0.006	0.007	0.006
Desv Estd	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.006	0.001	0.002	0.003	0.002
Máximo	0.008	0.013	0.009	0.010	0.014	0.013	0.013	0.038	0.009	0.011	0.017	0.012
Mínimo	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.005	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004

Tabla 4. Co	ncentra	ción de r	níquel di	suelto e	n el lico	r al diqu	e de col	a para el	año 200	06, g/L		
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002
2	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001
3	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.003	0.002	0.003	0.003	0.001
4	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.003	0.002	0.001	0.002	0.002
5	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002
6	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.003	0.003
7	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001
8	0.003	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.004	0.002
9	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.001	0.003	0.002
10	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
11	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.015	0.002	0.002	0.003	0.002
12	0.002	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.003	0.002	0.001	0.001
13	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.003	0.002	0.001	0.001	0.001
14	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001
15	0.001	0.002	0.001	0.003	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
16	0.002	0.003	0.001	0.001	0.001	0.003	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002
17	0.002	0.003	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
18	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.001
19	0.002	0.001	0.001	0.002	0.007	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
20	0.002	0.002	0.001	0.002	0.004	0.001	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
21	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002
22	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
23	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.003	0.002	0.001
24	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.003	0.003	0.002
25	0.001	0.003	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001
26	0.003	0.002	0.001	0.002	0.001	0.003	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001
27	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
28	0.002	0.001	0.002	0.003	0.001	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002
29	0.001		0.002	0.002	0.001	0.002	0.004	0.002	0.002	0.003	0.001	0.002
30	0.002		0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.003
31	0.001		0.001		0.002		0.002	0.001		0.002		0.001
Promedio	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002
Mediana	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
Desv Estd	0.000	0.000	0.000	0.000	0.001	0.000	0.001	0.002	0.000	0.000	0.001	0.000
Máximo	0.003	0.003	0.002	0.003	0.007	0.003	0.004	0.015	0.003	0.003	0.004	0.003
Mínimo	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001

Tabla 5. Flujo de licor clarificado para el año 2006, m³/dia												
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	8239	9022	8790	8583	9173	9183	8481	8789	8670	7902	8252	8730
2	8088	8738	8249	8548	8887	8830	8552	8370	7502	8248	8043	8575
3	8979	8388	8494	8707	8948	8817	8695	8628	9222	7830	8819	8378
4	8265	8359	8364	8924	8916	8927	8702	8313	9244	8181	8364	8165
5	8553	8458	8206	8073	8858	8838	8672	8254	8726	8565	8536	8776
6	8553	8730	8263	7405	8804	9219	8874	8250	8461	8166	8194	9056
7	8248	8567	8358	7116	8830	8558	8603	8166	8510	8408	8300	8900
8	8682	8411	8183	6835	8807	9284	8729	8494	6116	8182	8111	8516
9	8559	8477	8952	5525	8517	9135	8816	6426	8425	8347	8223	9069
10	8124	8934	8919	4999	8689	8942	8968	7185	8298	8216	8682	8787
11	8380	8541	8906	5011	8594	8847	9080	9688	8340	8368	8683	8085
12	8572	8507	8932	6473	8771	7011	8656	9671	8524	7903	8852	8050
13	8561	8624	8716	6245	9002	8235	8624	9577	8639	7940	8735	7964
14	8258	8645	8518	9590	9151	9191	8609	8934	7945	8060	8468	8660
15	8939	8681	8647	9572	9037	8257	8641	8422	8157	8507	8364	8637
16	8805	8514	8485	8927	9096	8944	8563	8575	8214	8696	8334	8520
17	8639	8154	8658	9362	9100	8786	8322	8578	8602	8641	8477	8621
18	8470	8382	8230	9411	8898	8273	9058	8715	8608	8924	8669	8025
19	8900	8634	8927	9140	8704	8707	8268	8606	8754	8755	8702	8217
20	8767	8589	8685	8934	8778	9352	8480	8799	8343	8820	8670	8271
21	8717	8860	8927	9140	8704	8707	8268	8606	8754	8399	8702	8217
22	8848	8809	8769	8973	8621	8565	8537	8674	8820	8580	8977	8236
23	8764	9007	8670	9168	8715	8406	8537	8613	8657	8475	9173	8242
24	8958	8897	8965	9093	8858	7396	8660	8705	8763	8351	8249	8622
25	8914	8535	9016	9035	8945	6489	8823	7667	8844	8298	8401	8695
26	8785	8886	8640	9023	8924	9752	8773	8000	8878	8200	7919	8697
27	8691	9042	9026	9336	8024	9533	8432	9225	8768	8275	6511	8735
28	8753	8750	8717	9135	8746	9548	8760	8342	8455	8478	7040	8631
29	8995		8621	9067	8911	8375	8686	8380	8025	8899	9573	8392
30	9289		8529	9177	8532	8582	8750	8346	8016	8532	9751	8474
31	9132		8633		8633		8332	8340		8349		8959
Promedio	8682	8648	8645	8284	8812	8690	8644	8495	8443	8371	8459	8513
Mediana	8717	8629	8658	8954	8830	8824	8656	8575	8563	8351	8473	8575
Desv Estd	280	226	260	1389	227	713	205	642	572	287	617	306
Máximo	9289	9042	9026	9590	9173	9752	9080	9688	9244	8924	9751	9069
Mínimo	8124	8154	8183	4999	8024	6489	8268	6426	6116	7830	6511	7964

Tabla 6. Co	ncentrac	ción de i	níquel to	tal en el	licor cla	rificado	para el	año 200	7, g/L			
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.216	0.246	0.228	0.158	0.116	0.128	0.185	0.127	0.155	0.223	0.228	0.149
2	0.155	0.232	0.194	0.179	0.098	0.107	0.179	0.136	0.149	0.283	0.196	0.125
3	0.203	0.183	0.251	0.139	0.135	0.155	0.130	0.138	0.136	0.276	0.306	0.157
4	0.173	0.206	0.199	0.211	0.177	0.144	0.271	0.109	0.148	0.202	0.248	0.178
5	0.175	0.175	0.218	0.172	0.229	0.164	0.193	0.172	0.113	0.220	0.146	0.211
6	0.194	0.141	0.195	0.229	0.147	0.146	0.226	0.168	0.209	0.170	0.124	0.165
7	0.177	0.155	0.144	0.169	0.197	0.216	0.253	0.145	0.201	0.212	0.162	0.151
8	0.159	0.176	0.205	0.243	0.228	0.184	0.242	0.233	0.186	0.199	0.091	0.125
9	0.172	0.195	0.210	0.158	0.265	0.176	0.221	0.179	0.239	0.144	0.189	0.129
10	0.151	0.216	0.147	0.247	0.144	0.186	0.164	0.285	0.133	0.233	0.252	0.136
11	0.208	0.219	0.136	0.228	0.168	0.220	0.139	0.208	0.209	0.246	0.225	0.225
12	0.200	0.195	0.150	0.244	0.167	0.169	0.296	0.120	0.140	0.274	0.199	0.194
13	0.228	0.141	0.133	0.189	0.148	0.160	0.245	0.245	0.118	0.210	0.105	0.289
14	0.263	0.182	0.115	0.233	0.146	0.245	0.203	0.332	0.233	0.201	0.104	0.320
15	0.191	0.303	0.067	0.393	0.139	0.217	0.193	0.234	0.207	0.122	0.140	0.238
16	0.192	0.200	0.159	0.335	0.133	0.236	0.161	0.162	0.278	0.223	0.178	0.190
17	0.198	0.208	0.297	0.168	0.161	0.216	0.178	0.147	0.306	0.240	0.251	0.179
18	0.215	0.108	0.301	0.153	0.210	0.151	0.180	0.112	0.258	0.243	0.165	0.152
19	0.253	0.100	0.171	0.095	0.201	0.185	0.166	0.140	0.155	0.170	0.121	0.211
20	0.155	0.213	0.178	0.089	0.200	0.213	0.221	0.119	0.131	0.168	0.221	0.251
21	0.222	0.096	0.171	0.095	0.201	0.185	0.166	0.140	0.155	0.146	0.121	0.211
22	0.214	0.256	0.158	0.090	0.216	0.174	0.250	0.108	0.253	0.151	0.158	0.175
23	0.275	0.369	0.218	0.209	0.243	0.142	0.199	0.172	0.178	0.108	0.141	0.147
24	0.292	0.309	0.205	0.182	0.266	0.126	0.247	0.169	0.260	0.219	0.070	0.154
25	0.215	0.257	0.302	0.148	0.153	0.126	0.182	0.096	0.274	0.214	0.186	0.160
26	0.260	0.227	0.197	0.178	0.180	0.201	0.136	0.096	0.107	0.222	0.160	0.201
27	0.151	0.186	0.140	0.128	0.109	0.218	0.084	0.118	0.212	0.256	0.210	0.166
28	0.182	0.214	0.147	0.162	0.144	0.242	0.181	0.129	0.260	0.176	0.260	0.204
29	0.177		0.242	0.136	0.163	0.252	0.122	0.131	0.215	0.165	0.197	0.179
30	0.226		0.214	0.155	0.133	0.183	0.154	0.147	0.263	0.124	0.209	0.203
31	0.247		0.197		0.117		0.172	0.191		0.097		0.179
Promedio	0.204	0.204	0.190	0.184	0.172	0.182	0.192	0.162	0.196	0.198	0.179	0.186
Mediana	0.200	0.203	0.195	0.170	0.163	0.184	0.182	0.145	0.204	0.210	0.182	0.179
Desv Estd	0.038	0.061	0.054	0.068	0.045	0.039	0.048	0.056	0.057	0.050	0.057	0.045
Máximo	0.292	0.369	0.302	0.393	0.266	0.252	0.296	0.332	0.306	0.283	0.306	0.320
Mínimo	0.151	0.096	0.067	0.089	0.098	0.107	0.084	0.096	0.107	0.097	0.070	0.125

Tabla 7. Con	centració	ón de níq	uel disue	elto en el	licor cla	rificado p	oara el añ	io 2007, <u>(</u>	g/L			
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.092	0.109	0.086	0.077	0.054	0.061	0.069	0.048	0.064	0.098	0.098	0.055
2	0.062	0.092	0.087	0.066	0.046	0.056	0.071	0.066	0.058	0.113	0.079	0.049
3	0.097	0.084	0.113	0.063	0.067	0.057	0.054	0.062	0.056	0.114	0.155	0.076
4	0.081	0.103	0.079	0.101	0.068	0.070	0.096	0.051	0.074	0.078	0.098	0.085
5	0.073	0.081	0.082	0.081	0.104	0.079	0.085	0.076	0.060	0.082	0.070	0.084
6	0.096	0.073	0.076	0.115	0.064	0.061	0.084	0.073	0.105	0.074	0.049	0.070
7	0.068	0.078	0.075	0.076	0.081	0.085	0.095	0.071	0.093	0.093	0.069	0.074
8	0.065	0.078	0.084	0.105	0.081	0.078	0.093	0.103	0.081	0.102	0.029	0.060
9	0.072	0.085	0.076	0.065	0.109	0.062	0.082	0.073	0.094	0.075	0.081	0.056
10	0.074	0.094	0.056	0.116	0.057	0.064	0.076	0.125	0.049	0.105	0.100	0.054
11	0.100	0.097	0.060	0.101	0.074	0.091	0.046	0.084	0.089	0.114	0.101	0.098
12	0.094	0.078	0.071	0.094	0.072	0.078	0.108	0.061	0.058	0.117	0.074	0.087
13	0.092	0.060	0.060	0.089	0.070	0.064	0.094	0.104	0.042	0.091	0.050	0.170
14	0.107	0.093	0.057	0.102	0.068	0.116	0.077	0.149	0.099	0.092	0.042	0.116
15	0.092	0.154	0.030	0.173	0.065	0.093	0.079	0.088	0.090	0.047	0.058	0.113
16	0.081	0.078	0.077	0.146	0.067	0.090	0.065	0.068	0.114	0.105	0.049	0.088
17	0.094	0.081	0.131	0.070	0.070	0.087	0.071	0.057	0.127	0.109	0.107	0.070
18	0.096	0.041	0.113	0.060	0.090	0.068	0.065	0.050	0.115	0.114	0.060	0.065
19	0.133	0.036	0.172	0.066	0.072	0.080	0.069	0.052	0.095	0.071	0.099	0.096
20	0.079	0.086	0.099	0.042	0.089	0.079	0.101	0.059	0.075	0.054	0.101	0.091
21	0.086	0.042	0.070	0.042	0.085	0.063	0.097	0.075	0.071	0.061	0.046	0.093
22	0.099	0.125	0.071	0.039	0.101	0.077	0.132	0.041	0.107	0.069	0.051	0.067
23	0.111	0.162	0.093	0.095	0.106	0.077	0.085	0.069	0.073	0.046	0.047	0.059
24	0.115	0.129	0.079	0.081	0.114	0.061	0.114	0.068	0.116	0.097	0.027	0.057
25	0.125	0.097	0.155	0.071	0.076	0.056	0.076	0.044	0.120	0.095	0.076	0.061
26	0.115	0.102	0.095	0.075	0.073	0.099	0.053	0.046	0.036	0.063	0.069	0.092
27	0.064	0.077	0.077	0.057	0.048	0.096	0.042	0.059	0.103	0.095	0.088	0.088
28	0.083	0.078	0.061	0.052	0.066	0.095	0.078	0.066	0.109	0.078	0.116	0.094
29	0.065		0.132	0.058	0.073	0.092	0.058	0.067	0.095	0.067	0.078	0.076
30	0.093		0.104	0.064	0.055	0.067	0.060	0.071	0.094	0.059	0.081	0.092
31	0.092		0.075		0.065		0.070	0.075		0.047		0.084
Promedio	0.090	0.089	0.087	0.081	0.075	0.077	0.079	0.071	0.085	0.085	0.075	0.081
Mediana	0.092	0.084	0.079	0.075	0.072	0.078	0.077	0.068	0.092	0.091	0.075	0.084
Desv Estd	0.018	0.029	0.030	0.030	0.018	0.015	0.020	0.023	0.025	0.022	0.028	0.024
Máximo	0.133	0.162	0.172	0.173	0.114	0.116	0.132	0.149	0.127	0.117	0.155	0.170
Mínimo	0.062	0.036	0.030	0.039	0.046	0.056	0.042	0.041	0.036	0.046	0.027	0.049

Tabla 8. Co	ncentrac	ción de r	níquel to	tal en el	licor al	dique de	cola pa	ra el año	o 2007, g	g/L		
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.007	0.006	0.005	0.008	0.006	0.007	0.004	0.004	0.005	0.006	0.013	0.007
2	0.006	0.007	0.008	0.006	0.005	0.007	0.006	0.006	0.007	0.010	0.012	0.006
3	0.006	0.006	0.006	0.004	0.004	0.007	0.005	0.006	0.005	0.010	0.011	0.008
4	0.006	0.007	0.006	0.005	0.006	0.005	0.008	0.005	0.007	0.008	0.013	0.007
5	0.004	0.005	0.006	0.006	0.008	0.007	0.008	0.007	0.008	0.007	0.021	0.009
6	0.006	0.006	0.005	0.012	0.005	0.009	0.010	0.008	0.010	0.008	0.009	0.008
7	0.005	0.006	0.004	0.006	0.009	0.006	0.007	0.005	0.010	0.009	0.011	0.008
8	0.005	0.005	0.009	0.006	0.005	0.005	0.007	0.007	0.010	0.007	0.004	0.008
9	0.006	0.007	0.006	0.005	0.006	0.005	0.013	0.004	0.009	0.009	0.004	0.005
10	0.005	0.005	0.006	0.009	0.005	0.008	0.007	0.006	0.009	0.009	0.013	0.004
11	0.010	0.007	0.008	0.007	0.005	0.007	0.004	0.011	0.016	0.008	0.004	0.007
12	0.010	0.005	0.006	0.006	0.007	0.005	0.006	0.012	0.020	0.009	0.005	0.008
13	0.005	0.007	0.006	0.005	0.005	0.007	0.006	0.008	0.008	0.008	0.005	0.008
14	0.006	0.011	0.006	0.006	0.004	0.008	0.006	0.009	0.008	0.007	0.002	0.008
15	0.006	0.008	0.008	0.006	0.005	0.005	0.009	0.005	0.011	0.005	0.004	0.004
16	0.006	0.006	0.011	0.020	0.005	0.006	0.007	0.006	0.014	0.009	0.005	0.004
17	800.0	0.007	0.012	0.007	0.009	0.006	0.010	0.006	0.010	0.008	0.009	0.006
18	0.008	0.009	0.040	0.006	0.011	0.007	0.007	0.003	0.007	0.005	0.007	0.004
19	0.006	0.006	0.007	0.005	0.003	0.008	0.009	0.007	0.007	0.004	0.005	0.006
20	0.008	0.006	0.008	0.003	0.006	0.005	0.010	0.006	0.008	0.007	0.011	0.006
21	0.005	0.006	0.007	0.005	0.003	0.008	0.009	0.007	0.007	0.008	0.005	0.006
22	0.006	0.022	0.006	0.004	0.006	0.007	0.014	0.007	0.009	0.009	0.006	0.006
23	0.007	0.005	0.007	0.005	0.007	0.003	0.018	0.010	0.009	0.008	0.005	0.010
24	0.006	0.007	0.006	0.005	0.008	0.006	0.007	0.009	0.009	0.010	0.004	0.010
25	0.006	0.008	0.004	0.004	0.009	0.006	0.006	0.006	0.010	0.009	0.005	0.009
26	0.005	0.005	0.006	0.005	0.010	0.010	0.004	0.006	0.008	0.006	0.007	0.010
27	0.006	0.007	0.004	0.004	0.005	0.008	0.006	0.008	0.006	0.009	0.005	0.010
28	0.006	0.004	0.005	0.004	0.004	0.104	0.010	0.009	0.009	0.013	0.010	0.010
29	0.004		0.005	0.005	0.004	0.012	0.008	0.008	0.009	0.014	0.011	0.010
30	0.005		0.008	0.006	0.005	0.005	0.005	0.007	0.007	0.010	0.007	0.007
31	0.005		0.009		0.005		0.007	0.008		0.010		0.010
Promedio	0.006	0.007	0.008	0.006	0.006	0.010	0.008	0.007	0.009	0.008	0.008	0.007
Mediana	0.006	0.006	0.006	0.005	0.005	0.007	0.007	0.007	0.009	0.008	0.006	0.008
Desv Estd	0.001	0.003	0.006	0.003	0.002	0.018	0.003	0.002	0.003	0.002	0.004	0.002
Máximo	0.010	0.022	0.040	0.020	0.011	0.104	0.018	0.012	0.020	0.014	0.021	0.010
Mínimo	0.004	0.004	0.004	0.003	0.003	0.003	0.004	0.003	0.005	0.004	0.002	0.004

Tabla 9. Co	ncentra	ción de r	níquel di	suelto e	n el lico	r al diqu	e de col	a para el	año 200	07, g/L		
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	0.002	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002
2	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.002
3	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002
4	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002
5	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.003	0.001
6	0.002	0.002	0.001	0.003	0.002	0.003	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001
7	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.001	0.002
8	0.001	0.003	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002
9	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.003	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001
10	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001
11	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.000	0.002
12	0.003	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.003	0.004	0.002	0.001	0.002
13	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002
14	0.002	0.004	0.005	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
15	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001
16	0.002	0.002	0.006	0.004	0.001	0.002	0.002	0.001	0.005	0.002	0.002	0.001
17	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002
18	0.003	0.002	0.003	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
19	0.001	0.001	0.004	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001
20	0.002	0.001	0.003	0.002	0.001	0.001	0.003	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002
21	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001
22	0.002	0.013	0.002	0.001	0.002	0.002	0.004	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001
23	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.001	0.005	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002
24	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.003	0.002	0.002
25	0.002	0.002	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.001	0.002
26	0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.003
27	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.002	0.004	0.002	0.001	0.001	0.001	0.002
28	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.043	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002
29	0.001		0.001	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.003	0.003	0.002	0.002
30	0.001		0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.002	0.003	0.002	0.001
31	0.001		0.002		0.001		0.002	0.001		0.002		0.008
Promedio	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002
Mediana	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.002	0.001	0.002
Desv Estd	0.001	0.002	0.001	0.001	0.000	0.008	0.001	0.001	0.001	0.000	0.001	0.001
Máximo	0.003	0.013	0.006	0.004	0.002	0.043	0.005	0.003	0.005	0.003	0.003	0.008
Mínimo	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.000	0.001

Tabla 10. Fl	ujo de li	cor clar	ificado p	ara el a	ño 2007,	m³/dia						
	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Agt	Sep	Oct	Nov	Dic
1	8560	8062	7910	8197	8292	6852	8093	8135	8566	8599	6421	8291
2	8413	8197	8934	7754	8309	6151	8340	7238	9085	8520	8161	8258
3	8309	8176	7441	7985	8471	7267	8494	8232	8455	8399	8106	8300
4	8251	8272	8517	7248	8315	8397	8407	8196	7953	8466	8128	8213
5	8328	8345	8292	7650	8373	8196	8477	8353	8354	8610	8120	10022
6	8083	8569	8438	7850	8095	7506	8316	8312	8591	6512	8152	10114
7	8640	8057	8439	8398	8322	8342	8398	8622	8366	8304	8162	9448
8	8403	7588	8615	8157	8118	9070	8407	8359	8433	8743	8002	8858
9	8462	7833	8580	8019	8224	8337	9212	8311	8331	8882	8005	8798
10	8639	8518	8634	8159	8223	8609	8795	8399	8137	8898	8080	8648
11	8578	8336	8110	8158	8152	8217	8236	8364	8145	8833	8211	8186
12	8870	8467	8522	8160	8139	8226	8291	8340	8185	8363	8416	8279
13	8699	8569	8227	7931	8104	8306	8283	8340	8049	8314	8415	8463
14	8587	8410	4093	8213	8340	7999	8609	8331	8191	8444	8760	8695
15	8545	8219	8695	8561	8074	8302	8458	8382	7982	8648	8573	8439
16	8224	8715	9228	8160	8201	8682	8457	7595	8395	8319	8336	8153
17	7132	8711	9308	8276	8298	8421	8462	8704	8219	8304	8301	8221
18	8413	8941	8940	8432	8405	8384	8265	8716	8242	8224	8359	8062
19	8366	8980	8426	8156	8419	8300	8351	9186	8758	8027	8415	8409
20	8071	9330	8343	7869	8618	8241	8362	9037	7624	7905	8420	8556
21	8842	9150	8426	8156	8419	8300	8351	9186	8758	8298	8415	8409
22	8672	8439	8248	8426	8479	8173	8657	9033	7633	7543	8369	8347
23	8256	8803	8557	8139	8535	8668	7396	8431	8784	8262	8262	8060
24	8863	8574	8679	8113	8393	8678	9099	8244	8675	8298	8210	8077
25	8459	8260	8590	8062	8282	8532	7907	8231	5603	7949	8370	7796
26	8657	8478	8371	7998	8235	8425	7906	8333	5945	8177	8570	8108
27	8766	8747	7166	7810	8127	8167	9145	8364	8719	8312	8565	8261
28	8484	7808	7548	8122	8341	7560	8932	8255	9332	8505	8469	8318
29	8474		7730	8370	8161	8225	8473	7332	9790	8124	8480	8015
30	8576		7579	8266	8300	8210	8357	8800	9074	8171	8450	8393
31	8306		7735		8314		8291	8219		8134		8347
Promedio	8449	8448	8204	8093	8293	8158	8427	8374	8279	8293	8257	8469
Mediana	8474	8453	8426	8156	8300	8300	8398	8340	8360	8312	8348	8318
Desv Estd	322	400	912	263	137	579	363	441	826	442	393	525
Máximo	8870	9330	9308	8561	8618	9070	9212	9186	9790	8898	8760	10114
Mínimo	7132	7588	4093	7248	8074	6151	7396	7238	5603	6512	6421	7796

Tabla	Tabla 11. Concentración inicial de níquel total y promedio de concentraciones, g/L							
NI-	Concentración	Concentración	Concentración	Concentración				
No	(g/L) Replica 1	(g/L) Replica 2	(g/L) Replica 3	(g/L) promedio				
1	0.2645	0.2160	0.1956	0.2254				
2	0.2310	0.1960	0.2130	0.2133				
3	0.1873	0.1856	0.1956	0.1895				
4	0.2103	0.2890	0.2186	0.2393				
5	0.1832	0.2896	0.2756	0.2495				
6	0.1756	0.2456	0.1960	0.2057				
7	0.2100	0.2145	0.1878	0.2041				
8	0.2330	0.2135	0.2386	0.2284				

Tabla	Tabla 12. Concentración final de níquel total y promedio de concentraciones a los 40 segundos de iniciado el proceso, g/L								
No	Concentración (g/L) Replica 1	Concentración (g/L) Replica 2	Concentración (g/L) Replica 3	Concentración (g/L) promedio					
1	0.0336	0.0370	0.0353	0.0353					
2	0.0348	0.0251	0.0402	0.0334					
3	0.0445	0.0419	0.0437	0.0434					
4	0.0620	0.0888	0.0549	0.0686					
5	0.0360	0.0543	0.0622	0.0509					
6	0.0352	0.0598	0.0514	0.0488					
7	0.0760	0.0717	0.0559	0.0679					
8	0.0721	0.0811	0.0688	0.0740					

Tabla	Tabla 13. Porciento de precipitación según las concentraciones finales de Ni total y promedio de eficiencia a los 40 segundos de iniciado el proceso, %								
No	Eficiencia (%) Replica 1	Eficiencia (%) Replica 2	Eficiencia (%) Replica 3	Eficiencia (%) promedio					
1	86.03	81.18	80.13	82.45					
2	83.43	85.91	79.24	82.86					
3	73.89	75.17	75.41	74.82					
4	67.55	66.21	72.36	68.71					
5	78.36	79.37	75.16	77.63					
6	77.94	73.21	71.14	74.10					
7	60.18	63.24	67.24	63.55					
8	65.95	58.24	68.26	64.15					

Tabla	Tabla 14. Concentración final de níquel total y promedio de concentraciones a los 80 segundos de iniciado el proceso, g/L					
No	Concentración (g/L) Replica 1	Concentración (g/L) Replica 2	Concentración (g/L) Replica 3	Concentración (g/L) promedio		
1	0.0030	0.0001	0.0002	0.0011		
2	0.0003	0.0015	0.0000	0.0006		
3	0.0049	0.0041	0.0048	0.0046		
4	0.0059	0.0083	0.0068	0.0070		
5	0.0008	0.0005	0.0016	0.0010		
6	0.0013	0.0035	0.0013	0.0020		
7	0.0062	0.0067	0.0071	0.0067		
8	0.0078	0.0045	0.0078	0.0067		

	Tabla 15. Porciento de precipitación según las concentraciones finales de Ni total y promedio de eficiencia a los 80 segundos de iniciado el proceso, %				
No	Eficiencia (%) Replica 1	Eficiencia (%) Replica 2	Eficiencia (%) Replica 3	Eficiencia (%) promedio	
1	98.76	99.96	99.91	99.54	
2	99.88	99.14	99.98	99.67	
3	97.15	97.56	97.32	97.34	
4	96.93	96.86	96.60	96.80	
5	99.53	99.82	99.34	99.56	
6	99.22	98.45	99.26	98.97	
7	96.74	96.57	95.83	96.38	
8	96.33	97.68	96.40	96.80	

Tabla 1	Tabla 16. Concentración final de níquel total y promedio de concentraciones a los 120 segundos de iniciado el proceso, g/L					
No	Concentración (g/L) Replica 1	Concentración (g/L) Replica 2	Concentración (g/L) Replica 3	Concentración (g/L) promedio		
1	0.0024	0.0032	0.0009	0.1132		
2	0.0024	0.0018	0.0017	0.1061		
3	0.0036	0.0034	0.0036	0.0596		
4	0.0040	0.0071	0.0057	0.0752		
5	0.0017	0.0013	0.0019	0.0694		
6	0.0017	0.0042	0.0015	0.0800		
7	0.0062	0.0060	0.0055	0.0846		
8	0.0077	0.0040	0.0067	0.0909		

Tabla	Tabla 17. Porciento de precipitación según las concentraciones finales de Ni total y promedio de eficiencia a los 120 segundos de iniciado el proceso, %					
No	Eficiencia (%) Replica 1	Eficiencia (%) Replica 2	Eficiencia (%) Replica 3	Eficiencia (%) promedio		
1	99.00	98.38	99.50	99.00		
2	98.84	98.96	99.12	98.84		
3	97.89	97.97	97.98	97.89		
4	97.91	97.30	97.11	97.91		
5	98.96	99.51	99.22	98.96		
6	98.94	98.12	99.14	98.94		
7	96.78	96.93	96.79	96.78		
8	96.38	97.94	96.91	96.38		

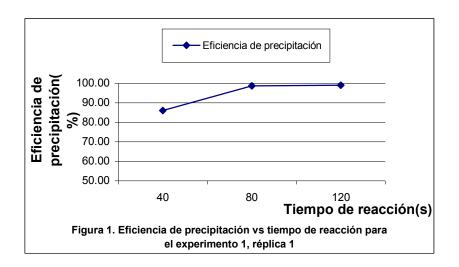
Tabla 1	Tabla 18. Matriz planificada para la determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión							
No	X0	X1	X2	Х3	X12	X13	X23	X123
1	1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1
3	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1
4	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1
5	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1
6	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1
7	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1
8	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1

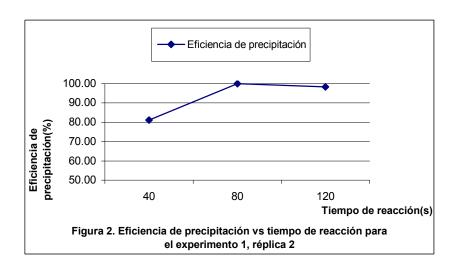
Tabla 19 Valores de dispersión media cuadrática calculadas para las tres réplicas					
Pruebas	40 segundos	120 segundos			
1	9.9178	0.4667	0.3154		
2	11.3930	0.2083	0.0205		
3	0.6746	0.0437	0.0029		
4	10.4338	0.0308	0.1770		
5	4.8344	0.0565	0.0742		
6	12.1416	0.2079	0.2916		
7	12.5045	0.2290	0.0067		
8	27.5299	0.5769	0.6276		

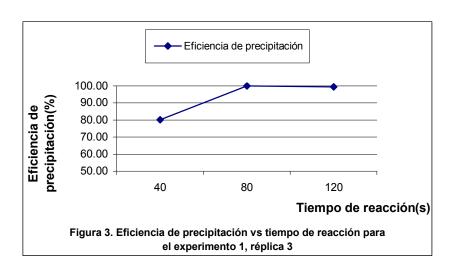
Tabla 20 Valores de dispersión de reproductibilidad para las tres réplicas				
40 segundos	80 segundos	120 segundos		
11.17870041	0.227478899	0.189482186		

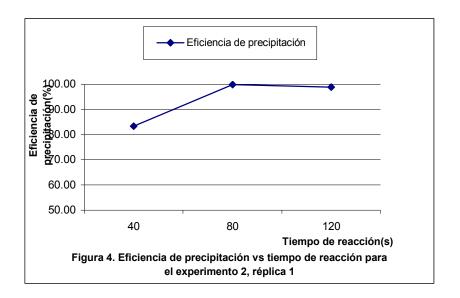
Tabla 21	Tabla 21 Valores de los coeficientes de la ecuación de regresión					
	40 segundos	80 segundos	120 segundos			
b ₀	73.532	98.134	98.149			
b ₁	1.080	0.074	0.094			
b ₂	5.725	1.304	0.825			
b ₃	3.677	0.204	0.182			
b ₁₂	-0.300	0.043	0.028			
b ₁₃	0.346	0.032	0.030			
b ₂₃	-0.281	-0.035	-0.188			
b ₁₂₃	-1.332	-0.211	-0.158			

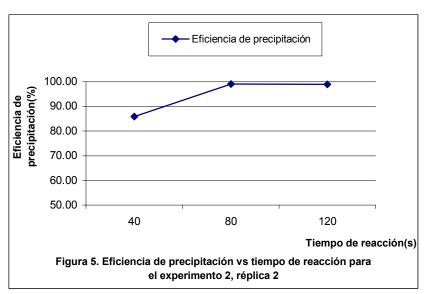
	Tabla 22 Control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión t _{calc}					
	40 segundos	80 segundos	120 segundos			
1	107.7428	1007.9874	1104.6077			
2	1.5828	0.7596	1.0568			
3	8.3884	13.3890	9.2862			
4	5.3873	2.0965	2.0445			
5	-0.4396	0.4441	0.3183			
6	0.5063	0.3308	0.3338			
7	-0.4124	-0.3626	-2.1142			
8	-1.9516	-2.1669	-1.7828			

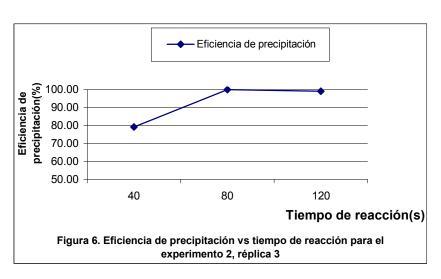


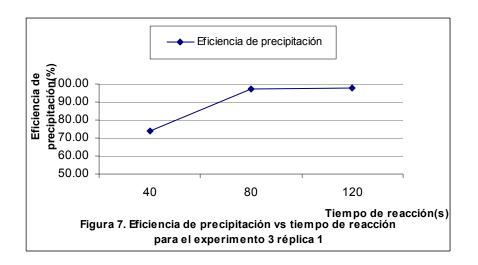


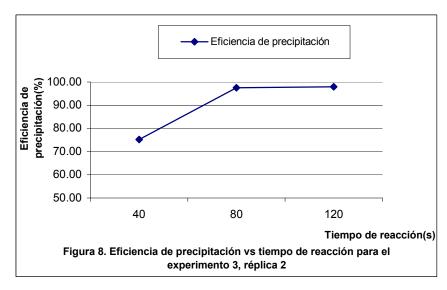


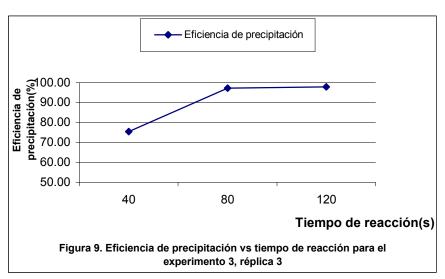


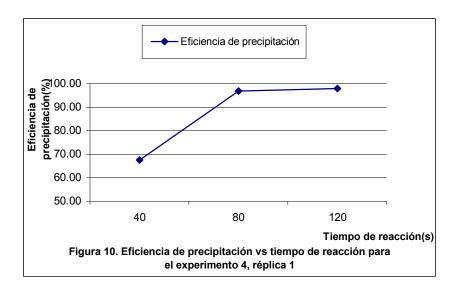


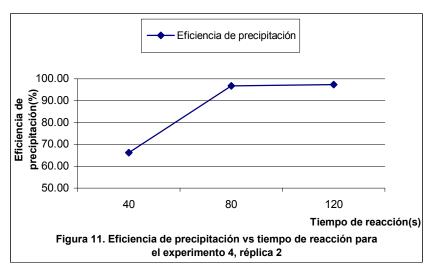


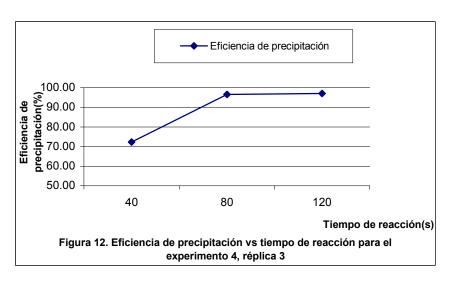


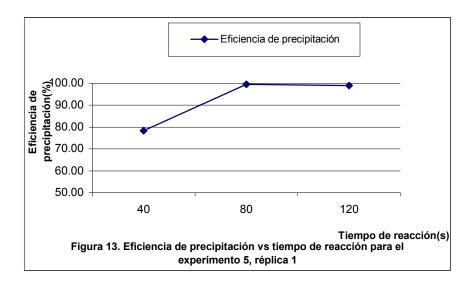


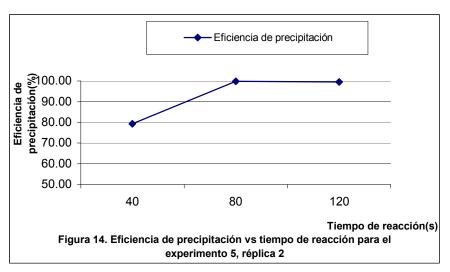


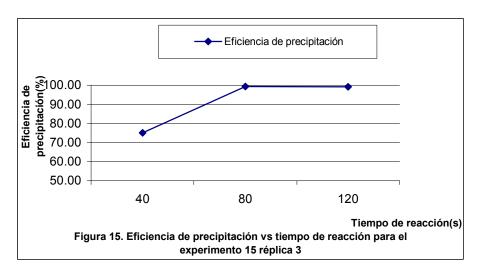


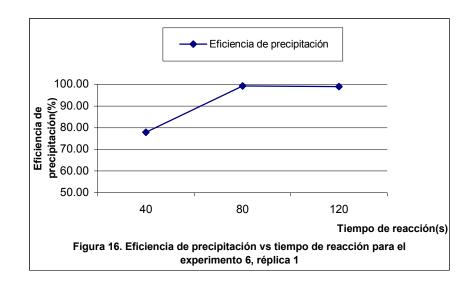


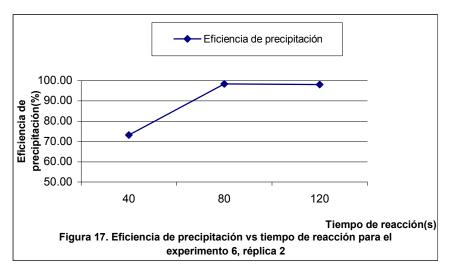


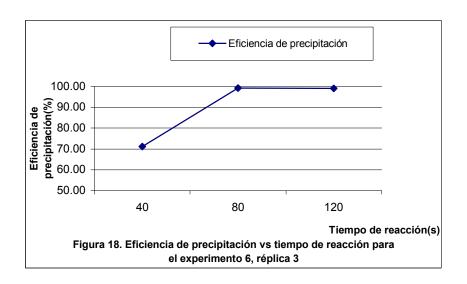


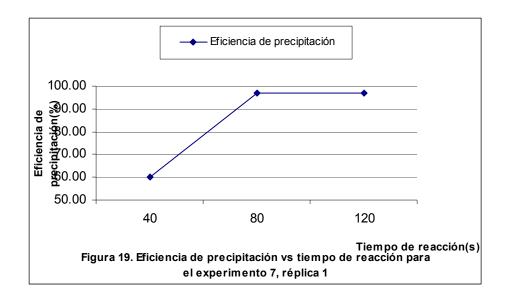


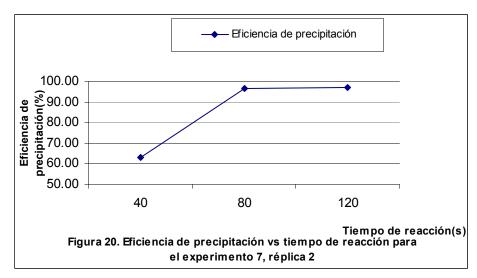


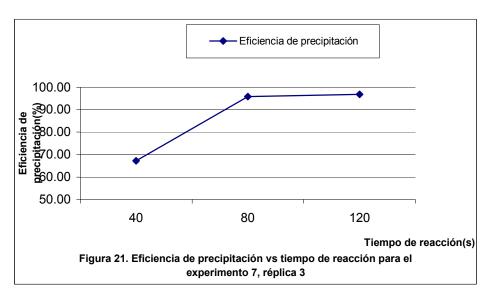


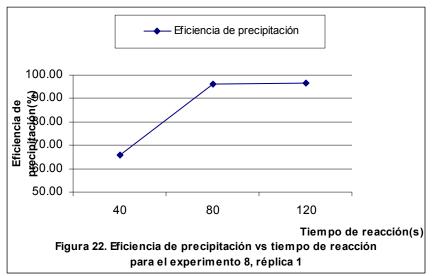


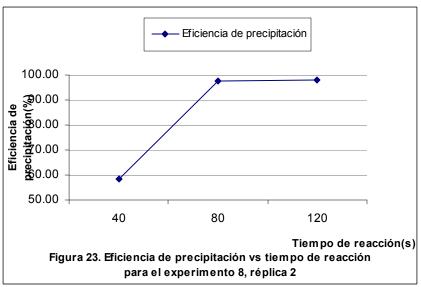


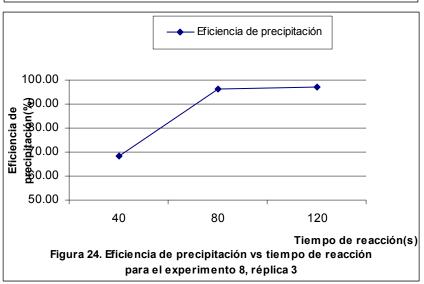












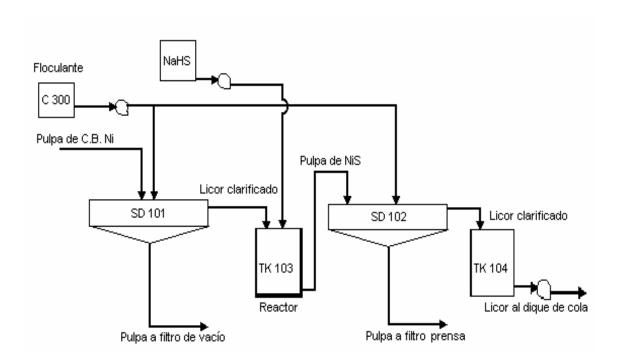


Figura 25 Esquema del flujo tecnológico de la planta