



INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
«Dr. Antonio Núñez Jiménez»
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECAÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA-QUÍMICA

*Evaluación a escala industrial del ensemillamiento
para la precipitación del cobalto en los licores de
segunda etapa.*

TESIS PRESENTADA EN OPCIÓN AL TÍTULO DE INGENIERO METALURGICO

Fernando Antonio Proenza Durán.

MOA -2013



INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
«Dr. Antonio Núñez Jiménez»
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECAÁNICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA-QUÍMICA

*Evaluación a escala industrial del ensemillamiento
para la precipitación del cobalto en los licores de
segunda etapa.*

TESIS PRESENTADA EN OPCIÓN AL TÍTULO DE INGENIERO METALURGICO

Autor: Fernando Antonio Proenza Durán.

Tutores: Prof.Aux.Lic. Carlos Izaguirre Bonilla Dr.C.

Ing: Crispín Sánchez Guillén

MOA -2013

DEDICATORIA

- A: Fidel Castro Ruz, por dedicar toda su vida a la educación de este pueblo y del mundo.
- A: Nuestra hermosa Revolución, por darme la oportunidad de hacer un sueño realidad.
- A: Mis padres que durante toda mi vida me han dado la mejor educación.
- A: El claustro de profesores que durante la carrera dieron lo mejor de sí para mi aprendizaje.
- A: Mi esposa e hijos, que me dieron tanto apoyo incondicional y son mi fuente de inspiración.
- A: Los compañeros de aula y de trabajo que también me dieron su ayuda.
- A: En fin a todas aquellas personas, que de una forma u otra han contribuido al desarrollo de este trabajo.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco de todo corazón a:

- Todos los que en el transcurso de esta investigación brindaron sus conocimientos y experiencia, relacionada con la precipitación de cobalto en los licores de la segunda etapa de lixiviación y cobalto de la empresa René Ramos Latour.
- Mi tutor, Dr. Carlos Izaguirre Bonilla, quien me brindo todo su apoyo, su colaboración, su experiencia en este trabajo.
- Todos los ingenieros que colaboraron de una forma u otra con el buen desarrollo de este trabajo ellos son los siguientes.
- Ing. Crispín Sánchez Guillen
- Ing. Joaquín Márquez Tamayo
- Ing. Ana Roque Rodríguez
- Ing: Lisset Magaña Iron
- Lic: Jaquelin Aguilera Mekin

RESUMEN

El trabajo investiga la precipitación del sulfuro de níquel y cobalto a partir del licor de segunda etapa de la Planta de Lixiviación y Cobalto, de la Empresa de Níquel, "Comandante René Ramos Latour". Se realizaron experimentos a escala de laboratorio y a escala industrial, que permitieron conocer las características físicas químicas del sulfuro obtenido mediante el empleo del diseño factorial completo para la planificación de los experimentos, se expone además un análisis de los resultados obtenidos a escala industrial con el esquema evaluado.

Los contenidos de níquel y cobalto en el sulfuro obtenido en la evaluación a escala industrial reflejan la obtención de un producto con elevado contenido de cobalto y baja relación níquel-cobalto. Estos resultados confirman los obtenidos a escala de laboratorio con la inyección de semilla.

ABSTRACT

This paper approaches the precipitation of the I sulfurate of nickel and cobalt from Commander René Ramos Latour Nickel Processing company's leaching and washing plant II stage liquor. Laboratory and industrial scale experiments were carried out in order to know the physical chemical characteristics of the sulfides obtained by the use of the complete factorial design for planning the experiments. Besides, it shows an analysis of the results obtained at industrial scale with the system evaluated.

Nickel and cobalt contents on the sulfide obtained by industrial scale assessment, shows a product with high level of cobalt and nickel-cobalt ratio. These results confirm the results obtained at laboratory scale with seeding injection.

ÍNDICE

PÁG.

INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL	6
1.1 INTRODUCCIÓN	7
1.2 DESARROLLO DE LA TECNOLOGÍA CARBONATO AMONICAL	7
1.3 ANTECEDENTES DE LA INVENTRIGACION	8
1.4 ESQUEMAS TECNOLÓGICOS QUE EMPLEAN LA SEPARACIÓN DE COBALTO	12
1.4.1 <i>Esquema Sherritt de descobaltización</i>	13
1.4.2 <i>Esquema Queensland de separación de los metales</i>	14
1.4.3 <i>Esquema Tocantins, Brazil</i>	14
1.4.4 <i>Esquema Sered de separación de los metales</i>	15
1.4.5 <i>Proceso Nonoc</i>	15
1.5 ESQUEMA ACTUAL DE LA PLANTAS CUBANAS EN OPERACIÓN	16
1.5.1 <i>Flujo tecnológico de la planta de separación de cobalto de la Empresa del Níquel "Comandante René Ramos Latour"</i>	16
1.5.2 Limitaciones en el proceso de precipitación de cobalto de segunda etapa	19
1.6 principales reacciones del procesos de precipitación	20
2. MATERIALES Y MÉTODOS	22
2.1 MATERIALES y Método	23
2.2 Parámetros	25
2.3 ANÁLISIS DE MUESTRAS A ESCALA DE LABORATORIO	25
2.4 Procedimiento para experimento a escala de laboratorio	26
2.5 TOMA DE MUESTRAS A ESCALA INDUSTRIAL	27
2.5.1 <i>Equipos de medición de magnitudes físicas</i>	28
2.5.2 <i>Análisis químico por el método de espectrofotómetro de absorción atómica</i>	29
2.5.3 <i>Fundamento del método de absorción atómica</i>	30
2.6 ELEMENTOS PARA LA CONSTRUCCIÓN DE LA INSTALACIÓN EXPERIMENTAL A ESCALA DE LABORATORIO	30
2.6.1 <i>Descripción de la instalación experimental a escala de laboratorio</i>	31
2.6.2 <i>Datos técnicos del agitador</i>	31
2.7 DISEÑO Estadístico.	33

3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS	38
3.1 EVALUACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DURANTE EL AÑO 2011	39
3.2 RESULTADOS OBTENIDOS A ESCALA DE LABORATORIO PARA LA PRECIPITACION SIN INYECCIÓN DE SEMILLA Y ANÁLISIS DE LOS MISMOS	43
3.3 RESULTADOS OBTENIDOS A ESCALA DE LABORATORIO CON LA DESCOBALTIZACIÓN CON INYECCIÓN DE SEMILLA, ANÁLISIS DE LOS MISMOS	46
3.4 RESULTADOS OBTENIDOS CON LA EVALUACIÓN A ESCALA INDUSTRIAL APLICANDO PRECIPITACIÓN DE COBALTO AL 20 Y 30 PORCIENTO	50
3.5 ANALISIS DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LA PLANTA ANTES, DURANTE Y DESPUÉS DE LA REALIZACIÓN DE LOS EXPERIMENTO	54
CONCLUSIONES	56
RECOMENDACIONES	57
BIBLIOGRAFIA	58
ANEXOS	

INTRODUCCIÓN

La industria minera metalúrgica de los minerales lateríticos, como principales procesos de extracción de níquel y cobalto desarrolló los procesos:

1. Lixiviación ácida a presión.
2. Lixiviación carbonato amoniacal.

Cuba, poseedora de grandes reservas de menas lateríticas emplea ambos procesos, la extracción de níquel y cobalto mediante la tecnología ácida a presión en la Empresa, "Comandante Pedro Soto Alba", donde se extraen el 95 y 90 por ciento de estos elementos respectivamente y mediante la tecnología de lixiviación carbonato amoniacal en la empresas de níquel, "Comandante René Ramos Latour" y "Comandante, Ernesto Che Guevara", donde solo se alcanzan el 80 y 40 por ciento de extracción de Ni y Co respectivamente. (Bernardo, C. 2012).

En la Empresa de Níquel, "Comandante René Ramos Latour", en sus inicios se obtuvo como producto final el óxido de níquel sinterizado, donde la presencia del cobalto es considerada una impureza. Para disminuir su contenido se implementa la separación del cobalto mediante la precipitación con hidrógeno sulfuro de amonio, sulfhidrato de sodio o sulfuro de amonio con los objetivos siguientes:

- Controlar la concentración del cobalto en el licor de la lixiviación carbonato amoniacal, evitando alto contenido de cobalto en el producto final.
- Diversificar la producción de la industria, obteniendo un concentrado de sulfuros de níquel y cobalto.
- Incrementar la eficiencia metalúrgica de cobalto en la empresa.

En la precipitación de cobalto se han realizado transformaciones desde el comienzo de su aplicación en la década de los 80, en la “Empresa, Comandante René Ramos Latour”, uno de ellos ha sido la introducción del ensemillamiento del licor a precipitar a través de la recirculación del sulfuro precipitado, proceso sobre el cual se ha comprobado el efecto positivo en el incremento de la selectividad del cobalto.

La precipitación de cobalto resulta insuficiente porque no se ha logrado optimizar y conocer la influencia de factores que influyen sobre la misma a escala industrial.

En la práctica las modificaciones introducidas al proceso tecnológico no satisfacen totalmente los objetivos planteados, por los siguientes aspectos.

- Baja eficiencia de precipitación de cobalto.
- Alta relación de níquel-cobalto en el sulfuro.
- Sulfuro de níquel y cobalto con propiedades pirofóricas.

Se han establecidos varias tecnologías que emplean la separación de cobalto de soluciones amoniacaes, tales son: Proceso Queensland, Australia, Tocantins, Brasil, proceso de la “Comandante René Ramos Latour”, Sered Checoslovaquia y Nonoc Filipina (Sherrit). Sólo el proceso de Nonoc filipina y el proceso de la “Comandante René Ramos Latour” y la “Comandante Ernesto Che Guevara” han empleado la separación de cobalto en los licores de la segunda etapa de lixiviación. (León, M. 2008).

En la empresa de níquel “Comandante René Ramos Latour”, a partir de Julio de 2002 se instaló un nuevo esquema de precipitación de cobalto similar al propuesto por Sherritt, donde el cobalto contiene parte del de licor de segunda etapa de lixiviación, el cual tiene como objetivos:

- Obtener sulfuro seco con relación níquel-cobalto menor de 2.
- Alcanzar valores de precipitación de cobalto en primera etapa por encima del 90 por ciento.
- Incrementar la eficiencia metalúrgica del cobalto en la empresa de níquel “Comandante René Ramos Latour”.

Este nuevo esquema tiene su fundamento en que es posible lograr un producto con mayor contenido de cobalto y menos níquel, con la mezcla de los sulfuros obtenidos a partir de los licores de la primera y segunda etapas de lixiviación, de forma independientes, lo que se atribuye a dos efectos fundamentales: (León, M. 2008).

- Proceso de ensemillamiento, donde tiene lugar el intercambio de iones de ambos metales contenidos en las dos fases en contacto, sólido y licor, favorecido por la interrelación que se establece entre el sulfuro de níquel y cobalto obtenidos en la primera etapa con menor relación níquel-cobalto en el medio al que se incorpora, el licor de la segunda etapa de lixiviación.
- Obtención de un sulfuro en segunda etapa de menor relación níquel-cobalto, originado porque la relación níquel-cobalto de los licores de segunda etapa es inferior a la que tienen los licores de la primera, la selectividad del cobalto se favorece en la medida que disminuye la relación níquel-cobalto en el licor de entrada, y por otra parte en segunda etapa se realiza una precipitación no intensiva de cobalto.

Hasta la fecha se ha demostrado el resultado positivo que arroja el nuevo esquema, instalado en la René Ramos Latour, pero no se ha podido establecer la influencia individual de factores que influyen en el proceso de precipitación de los licores de segunda etapa por lo que establecemos como **problema:**

- Insuficiente conocimiento sobre los factores, porcentaje de precipitación de sulfuro y porcentaje de recirculación de sulfuro en forma de semilla que influyen en procesos de precipitación del sulfuro de níquel y cobalto obtenidos a partir de los licores de segunda etapa, que afecta la calidad del sulfuro en la Planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel, “Comandante René Ramos Latour.”

El presente trabajo tiene como **objetivo general**:

- *Analizar la influencia de factores, porcentaje de precipitación de sulfuro y porcentaje de recirculación de sulfuro en forma de semilla en la precipitación de cobalto en los licores de la segunda etapa de la planta Lixiviación y Cobalto a escala de laboratorio e industrial, para el mejoramiento del proceso.*

Objeto de estudio:

- Proceso de precipitación de sulfuro a partir de los licores de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel, “Comandante Rene Ramos Latour”.

Estos elementos permiten establecer como **hipótesis de la investigación** la siguiente:

- Si se analizan los factores mencionados con anterioridad, que influyen el proceso de precipitación del sulfuro se puede determinar su influencia en este. y mejoran la calidad del producto final de la planta.

Objetivos específicos:

- Caracterizar la materia prima, licor de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto para un 20 y 30 porcentaje de precipitación de cobalto.
- Caracterizar el sulfuro de níquel y cobalto precipitado a escala industrial a partir del licor de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”.

- Analizar la influencia de concentraciones de Ni y Co así como la relación Ni/Co para el proceso de precipitación.

Para lograr los objetivos propuestos nos trazamos las siguientes tareas de investigación:

- Búsqueda bibliográfica relacionada con la temática tratada en la investigación.
- Realización experimentos a escala de laboratorio y a escala industrial.
- Análisis de los resultados de la investigación.

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO CONCENPUAL.



1.1 Introducción.

Se realiza un resumen de tecnologías de las empresas a nivel mundial que extraen cobalto mediante la tecnología carbonato amoniacal a partir de minerales lateríticos, describiendo además su estado actual. Se describen los principales estudios realizados hasta la fecha, que han abordado el proceso de separación de cobalto a partir de licores amoniacales mediante el uso de agentes precipitantes relacionados con la influencia del ensemillamiento en el proceso de precipitación y se hace análisis de ellos.

1.2 Desarrollo de la tecnología carbonato amoniacal.

El estudio del procesamiento del mineral limonita se remonta a los años 20, cuando el profesor Martinus Hendricus Caron, de Delf University, Holanda, emprendió el estudio del mineral de Dutch East Indies (Indonesia). De este trabajo dedujo, que la vía de procesamiento más económica consistía en un horno de reducción seguido de una lixiviación a presión atmosférica en una solución de amoníaco-carbonato de amonio. No fue hasta 1943, que se aplicó este proceso comercialmente, cuando la Freeport Sulphur Company de Louisiana, inició el diseño y la construcción de una planta en Nicaro, Cuba. La planta fue presupuestada y administrada por el gobierno de Estados Unidos de América. En 1947, la planta fue preservada y la Freeport fue sustituida por la Nacional Lead, quien reinició las operaciones en la planta en 1952, proporcionando níquel para la guerra de Estados Unidos contra Corea. Inmediatamente comenzó la construcción de diez nuevos hornos de reducción para incrementar la producción alcanzada en los doce construidos en 1944, (incremento capacidad en un 80 por ciento a 22000 t/año de níquel). La expansión de la planta se completó en 1957, la producción aumento hasta 22679,6185 t/año de níquel en 1957. En 1960 la planta fue nacionalizada pasando a ser una de las principales fuentes de divisa para el país, (Garrido, M. 2000).

1.3 Antecedentes de la investigación.

La separación del cobalto a partir de soluciones carbonato amoniacales, ha sido objeto de varias investigaciones científicas con el objetivo de determinar la influencia de los parámetros en la precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto a partir de estas soluciones.

En investigaciones realizadas (Herrera V. y Kasavin, J, 1971; Suárez, A, 1998), se analizó la influencia del grado de oxidación del cobalto en la solución amoniacal en el proceso de precipitación, porque el incremento de la relación cobalto (II) / cobalto (III), favorece la cinética del proceso y la disminución del consumo de agente precipitante usado en la reducción del cobalto (III) a cobalto (II). Este resultado indica la importancia del control en el proceso tecnológico de la relación cobalto (II)-cobalto (III) en el licor producto de lixiviación, ya que el cobalto (III), constituye aproximadamente el 90 por ciento del cobalto total y sólo se precipita una vez reducido a cobalto (II), lo cual se logra al reaccionar con el hidrógeno-sulfuro de amonio.

El estudio de los procesos de precipitación utilizando el sulfuro de amonio como agente precipitante (Samalea, 1968), demostró la influencia de la concentración inicial de cobalto, el consumo de agente precipitante y la recirculación de semilla en la eficiencia del proceso de precipitación. En esta investigación se analizó la cinética del proceso para diferentes concentraciones iniciales del cobalto (0,6; 0,306 y 0,22 g/L), alcanzando extracciones del 99 por ciento y relación másica níquel-cobalto de 5:6 en el sólido, pero no determina las ecuaciones cinéticas. También se analizó el uso del ensemillamiento, el cual permite incrementar la recuperación de cobalto y disminuir el consumo de sulfuro de hidrogeno.

La evaluación experimental del proceso de separación de níquel y cobalto (Muñoz, A; Columbié, A y Guzmán, D, 1995), permite analizar la influencia de los factores: gasto de reactivo y semilla en la cinética del proceso de precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto, concluyendo que el incremento de reactivo precipitante provoca una disminución de la concentración de cobalto en el licor residual, siendo mínima con el incremento del gasto de semilla, lo cual se explica mediante la reacción de intercambio iónico entre el sulfuro de níquel y el cobalto en solución.

Investigaciones en la Empresa “Comandante René Ramos Latour”, realizadas por Hernández, R. (1996), comprobó que el ensemillamiento favorece el intercambio de níquel precipitado y la liberación de los iones sulfuros para reducir el cobalto (III) a cobalto (II), precipitar cobre y alguna cantidad de cobalto, mejorando la calidad del sulfuro al variar la relación níquel-cobalto de 2,22 a 1,09 y además disminuir el consumo de agente precipitante hasta un 30 por ciento. Los datos experimentales muestran la disminución del contenido de níquel desde 16,89 hasta 8,79 por ciento, sin embargo no logra un incremento significativo del cobalto al variar solo de 7,6 a 8,09 por ciento.

En trabajo realizado por (Menes, G, 1998), en el ISMM, se analizan la influencia del uso del hidrógeno sulfuro de amonio y sulfuros de sodio en la precipitación de sulfuros, evaluándose la eficiencia del proceso en función de la relación níquel-cobalto en el licor de entrada y salida del proceso, (licor carbonato amoniaco), relación agente precipitante-metal, consumo específico de agente precipitante, porcentaje de ensemillamiento, porcentaje de precipitación de níquel y cobalto pero no logra evaluar la interrelación de otros parámetros que rigen este proceso los cuales son analizadas en este trabajo.

En investigación realizada en la Universidad de Oriente sobre la precipitación de sulfuros por Suárez. A. (1998), se analiza la influencia de los factores siguientes:

1. Modelo cinético de mezclado.
2. Concentración inicial de níquel en el licor.
3. Concentración inicial de cobalto en el licor.
4. Grado de oxidación del cobalto.
5. Consumo de agente precipitante.
6. Temperatura del licor.

En las conclusiones del trabajo se indica que la precipitación del níquel y cobalto se favorecen para las condiciones siguientes:

A. Precipitación del níquel.

- Alta concentración inicial de níquel.
- Baja concentración de cobalto.

- Alta concentración de cobalto (III).
- Alta dosificación del agente precipitante.
- Alta temperatura.

B. Precipitación de cobalto.

- Alta concentración inicial de cobalto total en el licor.
- Alta dosificación del agente precipitante.
- Alta concentración de cobalto (III).
- La temperatura no afecta la eficiencia de la precipitación.

En esta investigación no se analiza la etapa de ensemillamiento en el proceso tecnológico, en la cual tiene lugar el proceso de reducción del cobalto (III) a cobalto (II), así como la reacción de intercambio entre el sulfuro de níquel precipitado y el cobalto (II) en solución.

Chaviano, L. (2000), analiza la influencia del ensemillamiento en la eficiencia de la precipitación de cobalto en la tecnología carbonato amoniacal, a partir de resultados experimentales obtenidos en Marinduque y en el Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica. En el mismo se comparan las eficiencias de la precipitación de cobalto al utilizar una etapa previa de ensemillamiento y sin ella, indicándose que el uso de la semilla favorece el proceso al lograr la reducción del cobalto (III) a cobalto (II). El mejor resultado se obtuvo con 148,7 por ciento de recirculación de semilla al reducirse el 49,9 por ciento del cobalto (III) y un ahorro del agente precipitante de un 31,68 por ciento. En este informe no se especifican las características del sulfuro utilizado como semilla tales como densidad, porcentaje de sólido, relación níquel-cobalto y temperatura.

Al analizar los resultados obtenidos en las investigaciones anteriores no es posible definir las causas que influyen en la efectividad del proceso, pues no se conocen las condiciones experimentales (agitación, temperatura, concentraciones de cobalto (III) y cobalto (II) en licor producto, relación níquel-cobalto en la semilla).

Otras de las investigaciones realizadas en el Instituto Superior Minero Metalúrgico (Slix, M. y Garrido M, 2000), analizaron la influencia de otros factores tecnológicos: Porcentaje de semilla, temperatura, agitación y tiempo de residencia en la eficiencia del proceso de precipitación, obteniendo los modelos matemáticos que caracterizan el

proceso. Además se corroboró que en la etapa de ensemillamiento no tiene lugar la reacción de intercambio entre el níquel precipitado y el cobalto en solución. En este estudio no se analizó el proceso de reducción de cobalto (III) a cobalto (II), ni se realizó una caracterización de los sulfuros de níquel y cobalto obtenidos.

López, Y. y Santana, Y. (2002), realizaron un estudio del circuito de ensemillamiento en la planta de precipitación de sulfuros mixto de níquel y cobalto en la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, evaluando la influencia de los factores que inciden en el proceso de ensemillamiento y su interrelación con la recuperación selectiva del cobalto. La investigación se realizó a escala industrial y de laboratorio. En la industria se hizo un muestreo en los reactores del circuito, para caracterizar las transformaciones químicas, controlándose la concentración de níquel, cobalto y otros elementos en la fase líquida, bajo diferentes condiciones de recirculación de semilla. Se comprobó que el porcentaje de recirculación de semilla influye positivamente en el proceso de disminución del contenido de cobalto (III) en el licor.

Garrido, M. (2003), obtiene ecuaciones que muestran la influencia de variables independientes en el proceso de recirculación de sulfuros de cobalto y níquel a escala de laboratorio, siendo la más significativa la densidad de la pulpa. En el propio trabajo se recomienda continuar las investigaciones a una mayor escala para favorecer la precipitación selectiva del cobalto en la solución amoniacal.

León, M. (2008), realizó estudios a escala de laboratorio para la evaluación del efecto de la dosis de semilla y la concentración de hidrógeno sulfuro de amonio sobre la calidad del precipitado de sulfuro de níquel y cobalto a partir de licores carbonatos amoniacales de la Empresa “Comandante René Ramos Latour”, simulando concentración del licor de segunda etapa de lixiviación, mostrando que la calidad del sulfuro está dada principalmente por la relación másica níquel- cobalto menor de 3. Los resultados mostraron que se obtiene experimentalmente sulfuro de mejor calidad que el obtenido en la primera etapa de precipitación.

Herrera F B. (2010), en su trabajo de diploma en opción al título de ingeniero evaluó la efectividad del esquema de precipitación de cobalto fase II, en la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, aplicando métodos Comparativos y la interrelación de variables y respuestas del proceso tecnológico a partir de los datos obtenidos de los reportes de contabilidad metalúrgicos, comprobó

que el nuevo circuito de precipitación de cobalto instalado mejora la relación másica níquel-cobalto en el sulfuro seco, arrojando valores promedios inferiores a 2:1. En el período analizado las operaciones con porcentajes de precipitación del cobalto en el licor de segunda etapa varían entre un 20 y 30 por ciento y en primera etapa por encima del 90 por ciento, constituye la mejor variante de operación, logrando una concentración promedio de 0,025 g/L de cobalto en el licor descobaltizado sin afectar la relación másica níquel-cobalto en el sulfuro seco, ofreciendo una eficiencia metalúrgica de cobalto por encima de 34 por ciento. Pero no caracterizó la composición química del sulfuro precipitado a partir del licor de la segunda etapa en la planta de lixiviación y cobalto de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”.

GARRIDO, M. (2000), En el trabajo se analizó las transformaciones química-física que tienen lugar en la etapa de recirculación de semilla y de precipitación de sulfuros, así como la influencia de los factores tecnológicos en la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto, Empresa de níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

En el trabajo de BERNANDO, C. (2012), se realiza un estudio para la precipitación de cobalto de la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” por la importancia de este trabajo se decidió aplicar la metodología de esta para la realización del presente trabajo.

1.4 Esquemas tecnológicos que emplean la separación de cobalto.

La extracción de cobalto no fue contemplada en el proceso Caron original, pero con el fin de incrementar su eficiencia, fue incorporado en las plantas de procesamiento de minerales lateríticos a partir de la década del 70 (Nonoc, Filipina; Sered, Checoslovaquia, Queensland, Australia). Para lograr la descobaltización de los licores, se han puesto en explotación diferentes esquemas tecnológicos, que responden a particularidades del proceso, a continuación se resumen los más importantes.

1.4.1 Esquema Sherritt de descobaltización.

Su objetivo principal es la separación máxima de cobalto de los licores productos de la lixiviación con dos fines: evitar la contaminación por cobalto del producto final y lograr aprovechar las ventajas económicas que ofrece la comercialización de este metal, (Sherritt G, CANADA 1992).

La tecnología se basa en dos etapas en serie de separación de cobalto en reactores tubulares utilizando sulfuro de hidrógeno como agente precipitante. En la primera etapa es descobaltizado parte del licor producto de la planta de lixiviación. En la segunda, es enriquecido el sulfuro obtenido en la etapa anterior y es mezclado y descobaltizado el licor restante de primera etapa junto al de segunda etapa de lixiviación. (Sherritt G, 1992).

Aproximadamente dos tercios del licor de primera etapa de lixiviación es enviada a la segunda etapa de separación de cobalto, mientras que su licor producto es reciclado a tanques de contacto. En ambas etapas el licor a descobaltizar es mezclado, previo a su entrada en el reactor tubular, con una recirculación del sulfuro mixto obtenido en la propia etapa.

El esquema Sherritt es utilizado en dos complejos que utilizan la tecnología carbonato amoniacal a nivel mundial: Nonoc, Filipina e Indonesia. Se caracteriza por su sencillez, permite obtener sulfuros mixtos con una relación Másica de níquel más cobalto aproximadamente de 1,5 a 2,0 y logra una eficiencia de recuperación del cobalto superior al 97 por ciento con precipitaciones de níquel inferiores a 5.0 por ciento, (Garrido, M. y Lovaina O. 2001).

1.4.2 Esquema Queensland de separación de los metales.

Yabolú, Australia desarrolló dentro del esquema Caron, un proceso nuevo para la separación de cobalto y níquel del licor amoniacal, en el que combinan la extracción por solventes y la precipitación de sulfuro.

El licor producto de la planta de lixiviación, inicialmente es tratado para la separación del manganeso y la sílice, luego se somete a calentamiento con el objetivo de eliminar el amoníaco por su influencia negativa en la separación del níquel con el solvente orgánico. Posteriormente la solución es clarificada, enfriada, aireada, filtrada y tratada con peróxido de hidrógeno, para lograr el paso de los iones cobaltosos remanentes a cobálticos. Este paso minimiza las pérdidas del solvente orgánico, que tiende a formar complejos muy estables de cobalto (II), (García, G.1998).

El níquel es separado a través de la extracción por solvente y el cobalto es precipitado con hidrógeno sulfuro de amonio obteniéndose un sulfuro de cobalto con relación másica de níquel-cobalto igual a 1:40. Posteriormente el níquel es eliminado de la fase orgánica usando un licor fuerte carbonato amoniacal, lográndose concentración aproximadas de 75 g/L de níquel que son alimentadas a posteriores etapas de concentración del metal, (Sherritt G, 1992). Estas características, unidas a varias modificaciones tecnológicas en otras partes del proceso, hacen del complejo metalúrgico Queensland Níquel Inc., el más eficiente entre las tecnologías Caron. (Reid, 1979).

1.4.3 Esquema Tocantins, Brasil.

El proceso de Tocantins, Brasil, ha puesto en marcha otra variante de separación de los metales dentro del proceso Caron, la secuencia tecnológica aplicada a esta planta, hasta obtener el carbonato básico de níquel (BNC), es similar a las llevadas a cabo en los procesos Caron tradicionales, luego el carbonato básico de níquel es redissuelto y pasa al proceso de separación de cobalto, donde este metal es separado a través de la extracción por solventes y continua a posteriores etapas de electrólisis, mientras que la solución descobaltizada pasa a la planta de

electrólisis de níquel, (Sherritt G, 1992).

1.4.4 Esquema Sered de separación de los metales.

En la antigua República Checoslovaca, Sered se empleó durante muchos años un proceso de descobaltización basado en la precipitación selectiva de níquel y cobalto utilizando el sulfuro de sodio (Na_2S), como agente precipitante, de relativa abundancia en Europa. El precipitado obtenido constituía un sulfuro con una relación níquel-cobalto aproximadamente de 8 a 10, que era purificado para mejorar la reducción del hierro y azufre, antes de pasar a la sección de electrólisis (Hernández y col., 1974).

Como resultado de esta operación el níquel y el cobalto pasaban a formar complejos solubles en el licor y eran sometidos nuevamente a un proceso de precipitación con Na_2S , el recobrado de este proceso estaba en el orden del 70 a 80 por ciento del cobalto y el metal restante era reciclado al proceso. El sulfuro obtenido proseguirá una serie de etapa hasta la electrolisis, para obtener como producto final cátodos de cobalto de alta pureza, (Herrera, V y Kasavin, J. 1978).

1.4.5 Proceso Nonoc

El proceso de tecnología Caron, localizado en Filipinas llamado Nonoc, fue diseñado en 1920, con una capacidad de diseño de 34000 t/año de níquel y 15000 t/año, como metal sólido de cobalto, teniendo una capacidad real aproximadamente de 25000 t/año de níquel y 13500 t/año de cobalto, con un porcentaje de recuperación de 72 a 75 por ciento de níquel y de un 45 a 47 por ciento de cobalto. El mineral alimentado al proceso contiene 1,22 por ciento de níquel; 0,10 por ciento de cobalto; 3 por ciento de magnesio 38 a 39 por ciento de hierro, con una humedad de un 3 por ciento.

La tecnología previó la separación del cobalto, en reactores tubulares utilizando el sulfuro de hidrógeno como agente precipitante. Se utilizó como método de separación de cobalto, la precipitación de níquel y cobalto (a presión normal),

como sulfuros mixtos, con una proporción de níquel-cobalto de (1,5 a 2), empleando como agente sulfurante, sulfuro de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, con una eficiencia de recuperación de cobalto superior al 97 por ciento y con una baja precipitación de níquel. Obteniendo como productos finales, níquel en forma de briqueta y polvo, y sulfuro mixto de níquel y cobalto (Sherrit G, 1992).

1.5 Esquema actual de las plantas cubanas en operación.

El esquema actual para la separación de cobalto fue introducido, en forma de “Esquema Corto”, en la Empresa “Comandante René Ramos Latour”, en 1983 y luego en la Empresa de Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, año 1988, su objetivo principal es mantener el producto final dentro de los niveles tolerados de cobalto. Tecnológicamente su estructura es similar a la primera etapa del esquema Sherritt, (Sherrit G, 1992).

1.5.1 Flujo tecnológico de la planta de Separación de Cobalto de la Empresa de níquel “Comandante René Ramos Latour”.

Para elevar la calidad de los productos finales de óxido y sinter de níquel, se realizó una modificación al proceso tecnológico carbonato amoniacal, que consiste en disminuir la concentración de cobalto en el licor, (año 1983), para ello se trató la solución con hidrogeno sulfuro de amonio (NH_4HS), en reactores tubulares a elevadas velocidades lineales del flujo, de 3 a 4 m/s, y bajo tiempo de residencia, no menos de 74 segundos, logra una precipitación selectiva del cobalto (II) en forma de sulfuros, proceso mejorado en el (año 1998), con la incorporación del proceso de recirculación de pulpas ya precipitada, ensemillamiento, que se pone en intercambio inicialmente con la solución a tratar en reactores agitados a baja velocidad y tiempo de residencia no menor a 22 minutos. En el año 2009 se incorporó el tratamiento de parte de los licores de la segunda etapa de lixiviación funcionando un esquema doble de precipitación.

En el flujo tecnológico de precipitación de cobalto, inicialmente el licor producto procedente de la planta Lixiviación y cobalto se bombea hacia la planta de Cobalto para su filtración, eliminando las partículas en suspensión en filtros prensa.

El proceso comienza cuando el licor de segunda etapa se bombea a los tanques TK-250 proveniente de los sedimentadores 116-D y 201-C, mediante dos bombas PU-108 A/B (una de reserva) a través de la línea (línea # 2) y la Línea # 1 destinada al envío de licor al tanque, TK CT-22 y a los enfriadores, y de estos, a las canales de los tanques de contacto.

El tanque TK-251 es el de reserva y está destinado para almacenar Reactivo precipitante. El tanque TK-252 para el almacenaje del licor reboso del sedimentador TK-111.

El licor de segunda etapa llega a la instalación de la precipitación mediante el bombeo de dos bombas centrífugas PU-253 A y B (una de repuesto). Se alimenta al reactor con agitación mecánica TK-140 A, donde ocurre una homogeneización y de éste licor se descarga en forma de cascada a través de un bajante exterior de salida al reactor con agitación mecánica TK-140 B. Ambos reactores tienen un volumen efectivo de 63 m³ de capacidad.

Al reactor TK-140 A, llega además la pulpa de sulfuro, proveniente del sedimentador TK-201 B de primera etapa, así como una parte de la pulpa de sulfuro sedimentada en el cono del sedimentador TK-111, en calidad de reciclo de ensemillamiento que llega mediante dos bombas Warman PU-112 A/B, (una de repuesto) que se inyecta en la succión de las bombas 253- A ó B.

El reactor TK-140 B, descarga por reboso hacia una caja receptora ubicada en la succión dos bombas PU -141 A/B (una de reserva), dosificándose en la caja de las mismas el reactivo precipitante ya sea Hidrosulfuro de Amonio diluido o sulfuro de amonio diluido, proveniente de la instalación de recepción, preparación y bombeo del reactivo TK-176 B, TK -140 A cascada vieja o TK- 251.

La instalación de recepción – preparación y bombeo del reactivo está formada por el tanque TK- 32, destinado para la descarga de pailas de hidrosulfuro de amonio por gravedad. Existen dos tanques TK-176 A/B, el TK-176 B está destinado para la recepción del Hidrosulfuro de Amonio, el cual es descargado mediante la bombas PU-174 A; la bomba PU-174 A, se utilizará para el bombeo del reactivo para la precipitación de primera etapa y para la operación de descarga de paila de hidrosulfuro de amonio ó preparación de solución.

El reactivo precipitante llega a la succión de las bombas PU- 141 A/B, mediante las bombas PU- 33 A, cuando la bomba PU -174 A presente algún desperfecto.

Del reactor TK-140 B, se bombea el licor a dos reactores tubulares de segunda etapa RX-115 A y B (uno de repuesto), donde tiene lugar la reacción entre el reactivo químico y el licor, precipitando el Cobalto y parte del Níquel en forma de sulfuro. De los reactores tubulares llega la pulpa al sedimentador de segunda etapa TK-111, una mezcla de sulfuro precipitado mediante el proceso de sedimentación de los sólidos precipitados. El licor de reboso del sedimentador TK-111, descarga hacia dos bombas PU-113 A y 113 B, (una de repuesto) para ser bombeado al tanque TK - 252. Luego este licor es bombeado mediante la bombas PU-254 A, B, (una de repuesto), cada una hacia la sección de los enfriadores de licor de la planta de lixiviación y lavado ó al tanque CT-22.

Una parte de la pulpa de sulfuro del sedimentador TK-111, se recicla en calidad de semilla hacia la succión de la bomba 253 A ó B, con agitación mecánica TK-140 A, mediante la bomba Warman PU-112 A, el resto de la pulpa se bombea mediante la bomba Warman PU-112 B, hacia los tanques de agitación mecánica TK-04-05, pertenecientes a la sección de filtración y envase. Existe una tercera bomba Warman PU-112 C, que es de reserva para ambos efectos de bombeo de pulpa de sulfuro.

Al sedimentador TK-111, se le adiciona en la línea de entrada de pulpa proveniente del reactor tubular, mediante una línea de 2 pulgada de diámetro el flujo de floculante que es bombeado a través de 1 bomba de desplazamiento positivo existente en la instalación centralizada de preparación de floculante de la planta de lixiviación.

(Manual de Operación Planta Lixiviación Cobalto, Nicaro 2002).

1.5.2 Limitaciones en el proceso de precipitación de cobalto de segunda etapa.

1. Instrumentación.

- EL flujómetro de licor del tanque TK-250 al tanque TK-111, (muchas veces no da la señal en el panel de control).
- EL flujómetro de semilla, (muchas veces no da la señal en el panel de control).
- EL flujómetro del tanque TK-111 al tanque CT- 22, (muchas veces no da la señal en el panel de control).
- EL flujómetro del reactivo precipitante, (muchas veces no da la señal en el panel de control).

2. Problemas mecánicos.

- En el tanque TK-111, de dos bombas de pulpa hay una parada por falta de bombas.
- En el tanque TK-250 al tanque TK-111, de dos bombas de licor una parada por falta de motor eléctrico.
- En el área de filtración dos bombas para el reciclo de semilla una bombas parada por falta de bombas.
- En el tanque TK-52 de dos bombas para la descarga de hidrosulfuro una bombas parada por falta de motor eléctrico.
- El tanque TK-176 A, vacío por falta de mantenimiento.
- Todas las instalaciones de cobalto requieren de mantenimiento, tanques, líneas, bombas, filtros y área de secado.

3. Limitaciones tecnológicas.

- No precipitar más del 35 por ciento del cobalto.
- Limitaciones con la adición del floculante, (muchas tupiciones en las líneas)
- Limitaciones con el suministro de hidrosulfuro a la industria.

- Capacitación de los operadores no suficiente en el manejo o comprensión de las cartas tecnológicas (ensemblamiento).
- Manejo de los flujos de licor a precipitar en la segunda etapa invariable.

1.6 principales reacciones del procesos de precipitación

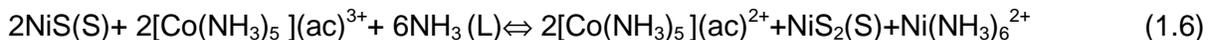
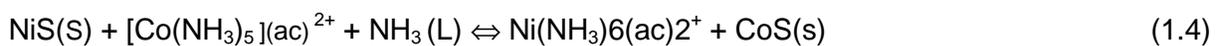
Las principales reacciones del proceso son:



En general, para todos los Me (II):



Paralelamente, en el reactor tubular y en el esperador, ocurren otras reacciones de intercambio entre el NiS y los iones de Co que no se precipitaron o redujeron, las cuales necesitan de un mayor tiempo de interacción para efectuarse con elevada eficiencia:



Las reacciones 1.4 y 1.5 mejoran la relación Ni:Co en el sulfuro producto.

Conclusiones del capítulo 1

- Nonoc en Filipinas y la Empresa “Comandante René Ramos Latour” y la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”, han sido las únicas plantas de tecnología carbonato amoniacal que han operado con el esquema propuesto por Sherritt, para la precipitación selectiva del cobalto a partir de solución carbonato amoniacal con el esquema de precipitación de los licores de segunda etapa de lixiviación.
- Los estudios realizados sobre el proceso de separación de cobalto a partir de soluciones amoniacales fundamentan la aplicación del nuevo esquema instalado en la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”.
- De acuerdo con las limitaciones en el proceso de precipitación de cobalto en la segunda etapa se deben buscar alternativas para lograr, que la instalación opere con estabilidad para lograr que alcance buenos resultados en el producto final.

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS



2.1 Materiales y método.

La investigación experimental se desarrolló en el Laboratorio Central y la evaluación a escala industrial en la planta de Lixiviación-Cobalto, ambas de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, a partir de los licores de segunda etapa de lixiviación y cobalto, el esquema del proceso de precipitación de sulfuro se representa en el anexo 1.

Licor clarificado a descobaltizar: Durante el proceso de lixiviación carbonato amoniacal, el licor de reboso de la segunda etapa de lixiviación, en el flujo de operación se envía hacia la sección de tanques de contactos, para ponerlo en contacto con el mineral reducido en la planta hornos de reducción alimentado a esta, en este esquema se intercala una etapa de clarificación para su procesamiento posterior, a la sección de tanques de contactos.

Licor reboso del sedimentador de la segunda etapa de descobaltización: Licor de la segunda etapa descobaltizado que rebosa del sedimentador empleado en la sedimentación de las pulpas de sulfuros mixtos obtenidas en el esquema de segunda etapa de la planta Lixiviación-Cobalto.

En la tabla 2.1, se indican las características de los licores del proceso de precipitación de cobalto en su operación, el licor de la segunda etapa de la planta lixiviación y cobalto y los sulfuros obtenidos a partir del tratamiento de este licor.

Tabla 2.1. Característica de los licores del proceso de precipitación de Cobalto segunda etapa.

Materiales		Características							
Licor clarificado a descobaltizar									
Sólido	Concentración (g/L)						Densidad (g/cm ³)		
ppm	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(NH ₃)	C(CO ₂)				
120	3.8-4.6	0,90-180	0,03	>70	>39		1,02		
Licor reboso del sedimentador de la segunda etapa de descobaltización.									
Sólido	Contenido (%)					Precipitación de Ni	Precipitación de Co		
ppm	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(NH ₃)	C(CO ₂)	%	%		
120	3.6-4.4	0,10-0,40	0,03	>68	>35	4	20-30		
Sulfuros mixtos de níquel y cobalto de la segunda etapa de descobaltización.									
Sólido	Contenido (%)							Tamaño	Densidad
%	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(Mg)	C(Mn)	C(Zn)	C(Cu)	Mm	g/cm ³
15	<25.0	>6.0	<4.0	<3.5	0,01	<3.5	2,5	0,002	2,0

En la tabla 2.2, se indican las características principales de las operaciones metalúrgicas en la separación del cobalto mediante las etapas siguientes:

1. Recirculación de sulfuros como semilla.
2. Precipitación de sulfuros.
3. Separación líquido-sólido.

Tabla 2.2 Características de las operaciones tecnológica en la separación del cobalto.

Operaciones tecnológicas			
Ensemillamiento	Tanque deensemillamiento		
	Tiempo de retención (min)	Ensemillamiento (%)	Agitación (rpm)
	45	150	45
Precipitación	Reactor tubular		
	Tiempo de retención (min)	Temperatura (°C)	Relación t NH ₄ HS/t de Ni+Co precipitado
	5	30	0,45
Separación líquido sólidos	Sedimentador		
	Densidad de la pulpa espesada (g/cm ³)	Sólidos en suspensión (ppm)	Floculantes (L de floculante de sólidos a sedimentar)
	1,08	80	150
	Filtro prensa		
	Tiempo de filtrado (min)	Tiempo de lavado (min)	Presión (Pa)
	45	30	5,5

2.2 Parámetros.

Se recopilaron parámetros de los registros de control de la planta durante el año 2011, en la Planta Lixiviación y Cobalto, de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, para evaluar los resultados obtenidos en este trabajo por método de comparación. Se tomaron los valores medios por mes de operaciones de las concentraciones de níquel, y cobalto en los licores de entrada y salida para la primera y segunda etapas respectivamente, así como los contenidos de níquel, cobalto, hierro, y cobre, obtenidos en los sulfuros durante el mes de operación. Debemos considerar, que el esquema instalado en la planta de cobalto para precipitar el sulfuro contenido en el licor de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour,” no permite conocer en realidad las características del sulfuro precipitado por la interferencia de la semilla de primera etapa.

2.3 Análisis de la muestras a escala de laboratorio.

Para realizar los experimentos planificados con vistas a caracterizar el sulfuro del licor de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, se toma muestras de licor de la segunda etapa de la planta de cobalto utilizada normalmente en el proceso industrial.

La muestra de licor clarificada fue tomada en la línea TK-250, por la que se bombea el reboso del sedimentador clarificador 116-D, y 201-C, se tomó un volumen de 20 Litros de licor en un tanque plástico de 25 Litros de capacidad herméticamente cerrado, al mismo tiempo, se toma una muestra del reactivo de precipitación empleado en la operación de la planta, hidrógeno sulfuro de amonio, en un pomo de 250 mL de capacidad.

Inicialmente la muestra de licor tomada y la del reactivo de precipitación se envían al laboratorio y se hacen análisis químicos, a partir de los resultados obtenidos se realizan los cálculos para el ajuste del régimen de operación para cada una de las etapas de evaluación, para un 20 y 30 por ciento de precipitación de cobalto, valor prefijado en el diseño de experimentos, utilizando licor de similar composición físico-química.

2.4 Procedimiento para experimento a escala de laboratorio.

Se realizaron dos pruebas para el 20 por ciento de precipitación y dos para el 30 por ciento de precipitación de Cobalto. Primeramente sin semilla y después se realizó con semilla con un 150 por ciento de recirculación. Se tomaron para los experimentos dos litros de licor de segunda etapa de lixiviación, se utilizó como reactor un recipiente metálico de tres litros de capacidad, el agitador se ajusta a 1000 rpm y seguidamente se le añade el reactivo de precipitación, manteniendo durante un tiempo de tres minutos la agitación, seguidamente se detiene agitación y se deja en reposo la muestra tratada, a los 20 minutos se procede a la toma de las muestras de licor clarificado para su análisis químico. La concentración del reactivo de precipitación, hidrógeno sulfuro de amonio, utilizado en el experimento fue de 128,30 g/l, para las corridas correspondientes al 20 por ciento de precipitación de cobalto se le adicionaron 2,2 mL y para el 30 por ciento de precipitación 3,5 mL de hidrogeno sulfuro de amonio. Para la toma de las muestras de licor tratados en los experimentos se usan pomos plásticos de 250 mL de capacidad con tapa plástica a presión para todos los casos.

Para la evaluación se utilizó semilla al 150 por ciento se tomaron muestras de licor y reactivo, se le realizan análisis químicos y se aplica el procedimiento descrita anteriormente.

2.5 Toma de muestras a escala industrial.

Para realizar el trabajo se presentó a la Dirección Técnica de la empresa el diseño de experimentos, conocidos los objetivos del trabajo trazado en esta evaluación y en coordinación con los directivos de la planta, se acordó independizar los flujos de semilla alimentada a las dos etapas de precipitación a partir de las pulpas obtenidas respectivamente en cada una de estas etapas, la semilla de fase I, para fase I de cobalto y semilla de fase II, para fase II de cobalto por espacio de 48 horas. Para la correcta evaluación de este trabajo se procede a evacuar del sistema fase II de la pulpa de la fase I, dentro del sedimentador para evitar interferencias en los resultados la presencia de la semilla de fase I en la fase II, objeto de estudio en este trabajo. Para la segunda etapa de precipitación se ajustó la precipitación de cobalto para un 20 por ciento, por espacio de 24 horas, al mismo tiempo desde el sedimentador TK-111, fase II, se continuó con las operaciones de filtraciones para poder extraer todo el sulfuro presente en el mismo por espacio de 20 horas. Trascurrido el tiempo previsto, 24 horas, se tomó la primera muestra de pulpa por el fondo del sedimentador para su análisis químico correspondiente a la precipitación al 20 por ciento.

La segunda fase de la evaluación se inicia seguidamente con el ajuste de la dosificación correspondiente a un 30 por ciento de precipitación por un tiempo de 24 horas, transcurrido ese tiempo se toma la muestra de pulpa por el fondo del sedimentador correspondiente a esta etapa.

La muestra tomada se filtra en un embudo conectado a un frasco trampa y succionado por una bomba de vacío hasta lograr una torta como la que se somete al proceso de secado requerido por espacio de 56 horas, como se establece en el procedimiento vigente para la preparación de muestras de sulfuros, para su análisis químico. NC 608:2008 MINERALES-SULFUROS DE NÍQUEL Y SULFURO DE NÍQUEL Y COBALTO-MUESTREO.

Para garantizar el éxito de la investigación se utilizaron los equipos de medición de análisis químicos y de magnitudes físicas del laboratorio de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”. Los mismos se encuentran calibrados y debidamente certificados, por lo que sus resultados se consideran confiables.

2.5.1 Equipos de medición de magnitudes físicas.

Se utilizó una balanza Sartorius, para ajustar con precisión la densidad de la pulpa en cada uno de los experimentos realizados con ayuda de una probeta de 1000 mL, las principales características de la balanza son:

Sartorius Basic. Modelo BP 3100 P.

Capacidad de pesada 600 a 3100 g.

Desviación 0,02 g.

Corriente 12 a 30 V.

2.5.2 Análisis químico por el método espectrofotómetro de absorción atómica.

El método para determinar el contenido de los elementos en el sulfuro se fundamenta en la absorción selectiva de radiaciones electromagnéticas de diversas regiones del espectro por el sistema homogéneo usando la fuente de radiación específica de los elementos.

La concentración de cada elemento níquel, cobalto, hierro, cobre, zinc, se determina mediante la observación del espectro emitido por las lámparas de cátodos huecos respectivas, utilizando llama, aire, acetileno. Está integrado por:

- Espectrofotómetro de absorción atómica. Avanta GBC, febrero 2005, fabricado en Australia.
- Lámpara de cátodo hueco de cada elemento.
Los resultados aproximados 0.3 milésima



Figura 2.1. Equipo de Absorción Atómica – Avanta GBC

2.5.3 Fundamento del método de Absorción atómica.

Fundamento del método: La porción de ensayo es tratada con cloruro de amonio 200 g/L (20 por ciento), para disminuir la evaporación.

Después de realizado el procedimiento la concentración de Cobalto se determina midiendo su absorbancia, al absorber los átomos libres de la llama, la radiación electromagnética incide, proveniente de la lámpara de cátodo hueco y a través de la calibración realizada con los estándar con concentraciones dadas, se determinas las de la muestra de licores amoniacaes.

Descripción detallada del método de ensayo:

- Se tomaron cinco mL con pipeta de la muestra en un volumétrico de 100 mL.
- Añade cinco mL de Cloruro de Amonio 200 g/L al (20 porciento).
- Enrasar y homogenizar para proceder a leer en el equipo.

2.6 Elementos para la construcción de la instalación experimental a escala de laboratorio.

En las instalaciones de trabajo para evaluaciones periódicas se usaron reactores con volúmenes útiles menores a: 25 dm^3 de líquido o pulpa y cinco kg de sólido a procesar.

2.6.1 Descripción de la instalación experimental a escala de laboratorio.

Para el desarrollo de la investigación se utilizó una instalación a escala de laboratorio formada por un reactor discontinuo con agitación mecánica variable como muestran las figuras 2.2.y 2.3, el recipiente es de tres Litros de capacidad.



Figura 2.2. Agitador de velocidad variable experimental a escala de laboratorio.

2.6.2 Datos técnicos del agitador.

Diámetro del impelente	D=0,086 m
Ancho de las paletas del impelente	0,013 m
Longitud de la paleta del impelente	0,035 m
Ángulo de inclinación de las paletas del impelente	45 °
Potencia del motor	130 W
Corriente	220 V
Revoluciones:	De 0 a 1900 rpm

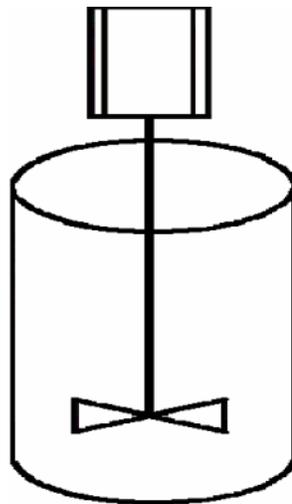


Figura 2.3 esquema de la Instalación experimental a escala laboratorio.

Para evaluar el comportamiento de las concentraciones de níquel y cobalto durante el periodo evaluativo se realizó tratamiento estadísticos a los resultados analíticos de las muestras de entrada y salida en la etapa objeto de estudio, 48 horas antes de iniciar la operación, 24 horas en la que se aplica el 20 por ciento de precipitación, 24 horas con 30 por ciento de precipitación y 10 horas posteriores a la normalización de las operaciones. En el último caso solo son 10 horas porque la planta realizó una parada en las operaciones. Por problema mecánico de la planta lixiviación a cobalto.

Las muestras analizadas se toman cada dos horas y son analizadas en el Laboratorio central por absorción atómica, a partir de las mismas se calcula la relación níquel-cobalto y el por ciento de precipitación de níquel y cobalto.

2.7 Diseño estadístico.

El diseño estadístico de experimentos contempla una amplia variedad de estrategias experimentales, que son óptimas para obtener información a partir de resultados experimentales, una de ellas es el diseño factorial completo 2^n . Este método describe los experimentos más adecuados para conocer simultáneamente qué efecto tienen (n) factores, sobre una respuesta y descubrir si interaccionan entre ellos (Ferré, 2003).

Los experimentos están planeados de forma que se varían simultáneamente varios factores. Al no haber factores correlacionados se evitan experimentos redundantes. Además, los experimentos se complementan de tal modo que la información buscada se obtiene combinando las respuestas de todos ellos. Esto permite obtener la información con el número mínimo de experimentos, con el menor coste y con la menor incertidumbre posible.

El diseño consiste en recoger en una lista todas las variables que podrían influir en la respuesta. A continuación, se realizan una serie de experimentos en los cuales se fijan las variables que no interesa modificar, se anota el valor de las que no se pueden controlar, y se varían las restantes. Finalmente, se obtiene la información comparando la variación de la respuesta entre experimentos.

El elevado coste de la experimentación y las limitaciones de tiempo obligan a ejecutar sólo los experimentos imprescindibles. Las interacciones suelen ser muy corriente y a veces son los efectos más importantes, por lo que conocerlas es imprescindible para comprender el comportamiento de muchos sistemas.

Atendiendo a la necesidad de conocer qué variables o sus interacciones influyen significativamente en el sistema a estudiar y cómo afectan en los resultados o etapas posteriores, se escoge el método antes descrito como estrategia experimental para el diseño de experimento.

Es necesario aclarar que se considera respuesta a la variables de interés que mediremos como consecuencia de la experimentación en este caso concentraciones de níquel y cobalto en el licor procesado y factores son las variables que modificaremos para estudiar su efecto en la respuesta.

En la investigación experimental a escala industrial se analizó la influencia de los siguientes factores en el proceso de recirculación de sulfuros durante un tiempo determinado de retención de la pulpa dentro del reactor.

- porcentajes de precipitación de Co X_1
- porcentajes de semilla X_2

En variables de salida

- Concentración de Ni Y_1
- Concentración de Co Y_2

El número de ensayos se determinó de acuerdo con la función exponencial.

$$N = 2^n$$

Donde;

N – número de experimentos.

n – número de factores.

Aplicando la ecuación anterior se determinó en cuatro el número de experimentos a realizar con tres réplicas cada uno para un total de 12 experimentos, la matriz modificada se muestra en las tablas 2.3. Y 2.4.

Tabla 2.3 Planificación matemática del experimento.

Experimento	X1	X2
I	-	-
II	+	-
III	-	+
IV	+	+

Tabla 2.4. Planificación de experimento real.

Experimento	% de precipitación de Co	% de semilla
I	20	0
II	30	0
III	20	150
IV	30	150

Los niveles de las variables de entradas se indican en la tabla 2.5 y se establecieron basados en investigaciones realizadas a escala industrial con anterioridad. El tiempo de retención de la pulpa dentro del equipo fue de cinco minutos y a una temperatura promedio de 30 °C.

Tabla 2.5. Niveles de experimentación.

Variables	Nivel Mínimo	Nivel Máximo
% de precipitación de Co	20	30
% de semilla	0	150

Determinando las concentraciones finales del cobalto total y níquel en la solución carbonato amoniacal para cada uno de los experimentos planificados se obtuvieron resultados que muestran la correlación de los parámetros tecnológicos considerados en la planificación de los experimento.

Para realizar la caracterización del sulfuro de fase II se utilizó el licor producto procedente de la planta de lixiviación y cobalto y la semilla del sedimentador TK-111, que es donde se precipita el sulfuro de fase II de cobalto.

Conclusiones del Capítulo 2.

Se estableció el método, parámetros de operación, diseño experimental, la toma de muestras para la evaluación a escala de laboratorio e industrial, así como el diseño del experimento a escala industrial, se definen los equipos y técnicas de análisis químico utilizados en el trabajo.

CAPITULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS



Introducción.

Para evaluar el proceso de precipitación de sulfuro de níquel y cobalto a partir del licor de segunda etapa de la Planta de Lixiviación y Cobalto de la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour”, se realizaron los experimentos de acuerdo con el diseño planificado, con las variables independientes escogidas (porcentaje de precipitación, porcentaje de semilla), obteniéndose una base de datos para la interpretación de los resultados.

3.1 Evaluación de los resultados obtenidos durante el año 2011.

En la Tabla. 3.1, se muestran los resultados de las concentraciones de níquel, y cobalto, así como el porcentaje de precipitación de níquel y cobalto para el licor producto, durante el año 2011, para la primera etapa obtenidos de los registros de control diarios de análisis químicos realizados y registrados por el Laboratorio Central y los registros metalúrgicos de la empresa con las que opera la industria.

Estos resultados correspondientes a la precipitación alcanzada durante el tratamiento de los licores de primera y segunda etapa de lixiviación, así como los análisis medios de los elementos principales de sulfuros obtenidos como producto final en la Planta Lixiviación-Cobalto, se muestran para evaluarlos por comparación con los resultados que se obtienen durante este trabajo, por lo que los mismos serán de necesaria referencia durante el análisis de resultados en epígrafes siguientes.

Tabla 3.1: Resultados de las concentraciones de níquel y cobalto en la precipitación de cobalto del licor producto, en la primera etapa a escala de laboratorio.

Meses evaluados		Licor de entrada			Licor de salida			Precipitación de Ni y Co	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
Enero	1	7,781	0,240	32,428	7,462	0,040	186,550	4,099	83,333
Febrero	2	7,660	0,246	31,138	7,401	0,038	194,736	3,381	99,154
Marzo	3	7,706	0,226	34,211	7,365	0,030	245,501	4,425	86,725
Abril	4	7,602	0,236	32,211	7,416	0,048	154,506	3,446	79,661
Mayo	5	8,006	0,226	35,424	7,624	0,032	238,250	4,777	85,840
Junio	6	7,801	0,239	32,640	7,516	0,040	187,906	3,653	83,262
Julio	7	7,616	0,240	31,733	7,426	0,060	123,766	2,495	75,000
Agosto	8	7,419	0,241	30,784	7,312	0,031	235,870	1,442	87,136
Septiembre	9	7,566	0,232	32,612	7,301	0,036	202,805	3,502	84,482
Octubre	10	7,469	0,240	31,120	7,209	0,033	218,454	3,481	86,250
Noviembre	11	7,366	0,216	34,404	7,321	0,050	173,047	1,330	80,555
Diciembre	12	7,569	0,220	34,404	7,3,21	0,050	146,421	3,276	77,272
Promedio		7,629	0,233	32,724	7,385	0,040	192,317	3, 275	84,055

La precipitación en la planta de Lixiviación-Cobalto para el licor producto durante el año 2011, se realizó de forma intensiva, valores de 3,275 y 84,055 por ciento para el níquel y cobalto respectivamente, así se refleja en la tabla 3.1, así como la alta relación níquel-cobalto, 192,317.

La tabla 3.2, contiene resultados concentraciones de níquel y cobalto en la precipitación de los licores de la segunda etapa durante el año 2011, tomados igualmente de los registros mensuales de la empresa .René Ramos Latour.

Tabla 3.2: Resultados concentraciones de níquel y cobalto en la precipitación del cobalto en el licor de segunda etapa a escala laboratorio.

Meses evaluados		Licor de entrada			Licor de salida			Precipitación de Ni y Co	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
Enero	1	3,201	0,155	20,651	3,532	0,103	34,291	-10,340	33,548
Febrero	2	3,228	0,134	24,089	3,386	0,072	47,027	-4,894	46,268
Marzo	3	3,372	0,126	26,762	3,406	0,062	54,935	-1,008	50,792
Abril	4	3,506	0,131	26,763	3,805	0,067	56,792	-8,528	48,852
Mayo	5	3,770	0,136	27,720	4,208	0,068	61,882	-11,618	50,000
Junio	6	3,632	0,137	26,510	3,991	0,050	70,680	-9,884	63,502
Julio	7	3,570	0,183	19,508	3,706	0,100	37,061	-3,809	45,355
Agosto	8	3,526	0,178	19,808	3,661	0,078	45,661	-3,828	56,179
Septiembre e	9	4,240	0,136	31,176	4,306	0,066	66,075	-1,556	51,470
Octubre	10	4,316	0,126	34,254	4,407	0,082	53,746	-2,108	34,920
Noviembre	11	3,627	0,160	22,668	3,716	0,066	45,316	-2,454	58,750
Diciembre	12	3,561	0,146	24,390	3,614	0,082	44,073	-1,488	43,835
Promedio		3,332	0,156	25,358	3,811	0,074	51,461	-5,126	48,622

En la segunda etapa de precipitación de cobalto se alcanzan valores negativos en la precipitación del níquel, que tiene su argumentación técnica y una de las razones del desarrollo de este trabajo investigativo, con valores medios de -5,126 por ciento para el cobalto se logra un valor medio de 48,622 por ciento. Este efecto está dado por la interferencia que provoca la operación de ensemillamiento en el circuito de la segunda etapa, la inyección de pulpa de recirculación, como semilla procedente de la primera etapa, la masa de níquel contenida en la semilla recirculada desde primera etapa hacia la segunda etapa, que en reacciones de intercambio, se transfiere desde el sólido hacia el licor de la segunda etapa se desconoce, en segunda etapa se precipita una parte del níquel contenido en el licor, pero esta precipitación no se refleja en la práctica porque se compensa con la transferencia

de níquel contenido en el sólido de la semilla de la primera etapa hacia el licor, pero se desconoce en que proporción está dada esa transferencia y los resultados prácticos demuestran, el níquel que se transfiere es mayor que el precipitado.

En La tabla 3.3, se muestran los resultados del contenido de los sulfuros mixtos durante el año 2011, obtenidos de los Registros Metalúrgicos mensuales de la Empresa. René Ramos Latour.

Tabla 3.3: Resultados analíticos obtenidos en los lotes de sulfuros mixtos durante el año 2011, a escala industrial.

Composición del sulfuro mixto (%)						
Meses evaluados		Ni	Co	Fe	Cu	Ni/Co
Enero	1	15,706	8,881	0,654	2,010	1,768
Febrero	2	15,660	8,560	0,616	2,025	1,829
Marzo	3	17,506	8,060	0,610	2,219	2,171
Abril	4	16,170	8,610	0,468	2,111	1,878
Mayo	5	14,566	9,346	0,384	2,215	1,558
Junio	6	12,651	9,126	0,520	2,268	1,386
Julio	7	16,782	8,891	0,618	2,580	1,887
Agosto	8	16,582	8,672	0,720	2,655	1,912
Septiembre	9	17,526	8,106	0,750	3,215	2,162
Octubre	10	16,686	8,271	0,792	2,254	2,017
Noviembre	11	15,792	9,672	0,598	2,450	1,633
Diciembre	12	15,336	8,862	0,645	2,521	1,730
Promedio		15,909	8,755	0,614	2,376	1,827

En la tabla 3.3, se muestra que independientemente de que en primera etapa se aumenta la precipitación de cobalto y con ello la de níquel, se logra en segunda etapa un producto, con relación níquel-cobalto por debajo de 2,0 valor de 1,827 confirma la eficacia de este proceso.

3.2 Resultados obtenidos a escala de laboratorio para la precipitación sin inyección de semilla y análisis de los mismos.

Para los experimentos realizados, se efectuaron los análisis químicos de los elementos níquel, cobalto, hierro, amoníaco, cobre, zinc y magnesio se analizan por absorción atómica.

En la tabla 3.4, se muestran los resultados de la composición del licor de segunda etapa de lixiviación que se usa para el proceso de precipitación.

Tabla 3.4: composición del licor de segunda etapa sometido a precipitación sin inyección de semilla.

Ni	Co	Fe	NH ₃	Mg	Zn	Cu
3,74	0,180	0,03	70	0.05	0,0071	0.0015

El licor de la segunda etapa se caracteriza por tener menores concentraciones de níquel y cobalto, relación níquel-cobalto, menores que el licor de primera etapa que garantiza mayor selectividad para la precipitación del cobalto.

La concentración del hidrógeno sulfuro de amonio, reactivo utilizado como agente de precipitación en la descobaltización de licores de segunda etapa fue de 128,30 g/L.

En la tabla 3.5, se muestran los resultados de precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación para la descobaltización al 20 por ciento de precipitación de cobalto sin ensemillamiento experimento I, a escala laboratorio.

Tabla 3.5: Resultados del proceso de precipitación del cobalto en el licor de segunda etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 20 por ciento sin ensemillamiento a escala de laboratorio.

Experimento	Elementos							Precipitación de Ni y Co		
	Ni	Co	Fe	NH ₃	Mg	Zn	Cu	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	3,580	0,144	0,030	68,000	0,050	0,008	0,0009	24.861	4,278	20.000
2	3,650	0,145	0,030	68,100	0,050	0,007	0,0008	25.172	2,406	19.444
3	3,670	0,143	0,031	68,300	0,050	0,008	0,0008	25.664	1,872	20.555
Promedio	3,633	0,144	0,030	68,133	0,050	0,007	0,00083	25.232	2,852	19,999

A partir de los resultados analíticos mostrados en las tablas 3.5, se determina que durante la precipitación de cobalto al 20 por ciento, la precipitación media que se alcanza es de 2,852 y 19,999 por ciento para el níquel y el cobalto respectivamente y la relación níquel-cobalto alcanzada en el licor de esta evaluación es de 25,232. A partir de los resultados mostrados en la tabla. 3.2, correspondiente al año 2011 se logra valores medios de -5,126 y 48,622 por ciento de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y relación níquel-cobalto media de 51,461, que es reflejo de una mayor profundidad en la precipitación de cobalto. Estas diferencias, favorables durante el año 2011, está fundamentada por la ausencia de semilla de primera etapa en esta evaluación, que evidentemente favorece el proceso. El hierro se mantiene en el mismo valor y el cobre solo precipita un 57 por ciento. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, alcanza 1,872 y 20,555 por ciento de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y mayor relación níquel-cobalto, 25,664.

En la tabla 3.6, se muestran los resultados del proceso de precipitación del Licor de segunda Etapa de Lixiviación descobaltizando al 30 por ciento de precipitación de cobalto sin inyección de semilla, experimento II, a escala de laboratorio.

Tabla 3.6: Resultados del proceso de precipitación de cobalto del licor de segunda etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 30 por ciento sin ensemillamiento.

Experimento	Precipitación de Ni y co									
	Elementos							Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
	Ni	Co	Fe	NH ₃	Mg	Zn	Cu			
1	3,620	0,126	0,030	68,200	0,050	0,008	0,0012	28,730	3,209	30,000
2	3,570	0,128	0,029	67,100	0,050	0,008	0,0011	27,890	4,545	28,888
3	3,600	0,126	0,030	68,300	0,050	0,009	0,0011	28,571	3,743	30,000
Promedio	3,597	0,126	0,030	67,866	0,050	0,009	0,00113	28,397	3,832	29,629

Aplicando la precipitación del cobalto al 30 por ciento, precipita 3,832 y 29,629 por ciento, para el níquel y el cobalto respectivamente, valores superiores a los alcanzados para el 20 por ciento de precipitación de cobalto, la relación Níquel-Cobalto en el licor de esta evaluación es de 28,397, la cual se acerca más a los valores que se alcanzaron durante el año 2011, (Tabla. 3.2), aunque son inferiores tal y como se explicó para el caso de la precipitación para el 20 por ciento. El experimento No.1 logra mejores resultados, 3,209 y 30,000 por ciento de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y mayor relación níquel-cobalto, 28,730.

El hierro se mantiene en el mismo valor y el cobre solo precipita un 37,037 por ciento.

3.3 Resultados obtenidos a escala de laboratorio en la precipitación de cobalto con inyección de semilla y análisis de los mismos.

En la tabla 3.7, se muestran los resultados de análisis de la composición licor para realizar el proceso de precipitación, Experimento III.

Tabla 3.7: Composición del licor sometido a precipitación con inyección de semilla al 20 porciento a escala de laboratorio.

Composición química del licor de segunda Etapa sometido a precipitación con inyección de semilla (g/L)

Ni	Co	Mg	Zn
4,20 0	0,170	0.025	0,007

La concentración del hidrógeno sulfuro de amonio, reactivo utilizado como agente de precipitación en la descobaltización licores de segunda etapa fue de 130,77 g/L. En la tabla 3.8, se muestran los resultados de la precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación descobaltizado al 20 porciento de precipitación de Cobalto con inyección de semilla al 150 porciento de níquel más cobalto precipitado, experimento III, a escala laboratorio.

Tabla 3.8: Resultados de las precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación obtenido después de descobaltización al 20 porciento de precipitación de cobalto y se aplica semilla al 150 porciento a escala laboratorio.

Precipitación de Ni y Co

Experimento	ELEMENTOS						
	Ni	Co	Mg	Zn	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	4,400	0,136	0,042	0,0080	32,352	-4,762	20,000
2	4,300	0,135	0,043	0,0070	31,852	-2,381	20,010
3	4,320	0,134	0,042	0,0060	32,462	-2,857	21,176
Promedio	4,340	0,135	0,042	0,0070	32,222	-3,333	20,395

La precipitación media que se alcanza en esta etapa es de -3,333 y 20,395 por ciento, para el níquel y el cobalto respectivamente, la relación níquel-cobalto en el licor de este experimento es de 32,222. Estos resultados se obtuvieron por el método de absorción atómica. Al comparar estos resultados aplicando semilla con los obtenidos sin aplicar semilla para el 20 por ciento de precipitación de cobalto, tabla. 3.6, se destaca la disminución en el por ciento de precipitación de níquel al aplicarle semilla, la concentración de entrada en este caso es inferior a la salida para el caso de níquel, una diferencia de 6 por ciento, al compararlo con la evaluación sin semilla, para el caso del cobalto la precipitación de cobalto es ligeramente superior, 0,393 por ciento, y la relación níquel-cobalto es ligeramente inferior en 6,99, que se logra sin la semilla. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, es el que muestra mejor balance entre la precipitación de níquel y cobalto, así como la relación níquel-cobalto en el licor de salida.

En la tabla 3.9, se muestran los resultados de la precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación descobaltizado al 30 por ciento, de precipitación de cobalto aplicando un 150 por ciento de semilla. experimento IV, a escala de laboratorio.

Tabla 3.9: Resultados de la precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación obtenido después de descobaltizado al 30 por ciento de precipitación de Cobalto aplicando un 150 por ciento de semilla de níquel mas cobalto.

Experimento	Elementos				Precipitación de Ni y Co		
	Ni	Co	Mg	Zn	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	4,200	0,118	0,046	0,007	35,593	0,000	30,588
2	4,200	0,119	0,041	0,007	35,294	0,000	30,000
3	4,245	0,117	0,044	0,008	36,324	-1,071	31,176
Promedio	4,215	0,118	0,044	0,007	35,737	-0,357	30,588

La precipitación media que se alcanza aplicando 30 por ciento de precipitación para el níquel y el cobalto es de -0,357 y 30,588 por ciento respectivamente, estos resultados se obtuvieron por el método de absorción atómica. Al compararlo con los resultados obtenidos al 30 por ciento, sin semilla, tabla 3.6, disminuye la precipitación de níquel en 4,1 por ciento y la del cobalto 0.959, la relación níquel-cobalto es ligeramente superior de 4,275 por ciento. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, alcanza una precipitación de cobalto superior, 31,176 por ciento, como efecto de la semilla, el níquel es negativo, -1,071 por ciento, y la relación níquel-cobalto es la mayor con la valor de 36,324.

3.4 Resultados obtenidos con la evaluación a escala industrial aplicando precipitación de cobalto al 20 y 30 por ciento.

La evaluación se inició el día 5 de julio de 2012, 8:00 AM, se procede tal y como se describe en el epígrafe 2.4 del capítulo 2, se estableció la dosificación correspondiente al 20 por ciento de precipitación, se independizaron los flujos de semilla y se continuó la operación de extracción desde el fondo del sedimentador para evacuar la pulpa remanente de la primera etapa, al cabo de las 20 horas se procede a detener esta operación. A las 24 horas de iniciada la operación, se toma la muestra de pulpa, se prepara y entrega para su secado y análisis.

La tabla 3.10, muestra los resultados obtenidos en el análisis de la muestra de sólido durante la operación aplicando un 20 por ciento de precipitación experimento III, a escala industrial.

Tabla 3.10: Resultados del sulfuro obtenido la pulpa espesada después de descobaltizar al 20 por ciento de precipitación de Cobalto.

Contenido del sulfuro obtenido a partir del licor segunda etapa para el 20 por ciento de precipitación a escala industrial.

Ni	Co	Fe	Mn	Mg	Zn	Cu
7,801	14,110	1,420	0,040	0,328	0,011	4,160

Los contenidos de níquel y cobalto de 7,801 y 14,110 por ciento, reflejan la obtención de un producto con elevado contenido de cobalto, una relación níquel-cobalto de 0,552, de la cual no se tiene referencia anterior en esta industria, se descarta error analítico, ya que esta muestra se le aplicó las normas certificadas para la preparación de la muestra, NC 608:2008 MINERALES-

SULFUROS DE NÍQUEL Y SULFURO DE NÍQUEL Y COBALTO-MUESTREO y para los análisis químicos la NC. 638:2011 MINERALES-SULFUROS DE NIQUEL Y COBALTO –ANALISES QUÍMICO; para el caso del níquel y el cobalto por absorción atómica.

La Tabla 3.11, contiene los resultados obtenidos en el análisis de la muestra de sólidos durante la operación aplicando un 30 por ciento de precipitación.

TABLA 3.11: Resultados del sulfuro obtenido en la pulpa espesada después de descobaltizar al 30 por ciento de precipitación de cobalto.

Contenido del sulfuro obtenido a partir del licor segunda etapa para el 30 por ciento de precipitación a escala industrial.

Ni	Co	Fe	Mn	Mg	Zn	Cu
7,725	14,217	1,420	0,040	0,328	0,011	4,160

Para la precipitación al 30 por ciento, los contenidos de níquel y cobalto de 7,725 y 14,217 por ciento respectivamente, relación níquel-cobalto de 0,543, muestran similar comportamiento al que se logra al 20 por ciento de precipitación a escala industrial. El contenido de níquel mas cobalto es de 28,391 por ciento, para el 30 por ciento, mientras que para el 20 por ciento es de 25,232 por ciento. Para los últimos 10 lotes, julio 2012, se alcanza un contenido de 15,909 y 8,755 por ciento de níquel y cobalto respectivamente, con una relación níquel-cobalto de 1,827.

Los resultados a escala industrial de este trabajo se realizan sin la interferencia de la semilla de primera etapa, por lo que la relación níquel-cobalto en el sulfuro arroja valores inferiores a 0,6, aspecto novedoso que se obtuvo como resultado de este trabajo.

En la Tabla 3.12. se presentan parámetros para la precipitación en la planta entre los que se encuentran concentraciones del flujo de entrada, concentraciones del flujo de salida, y porcentaje de precipitación y relación níquel-cobalto. antes, durante y después de la evaluación a escala industrial. Los resultados de las evaluaciones 48 horas antes y 10 horas después del proceso se obtuvieron del laboratorio central de la empresa. y los restantes a partir de los experimento III y IV realizados para este trabajo.

Tabla 3.12: Parámetros para la precipitación en la planta antes, durante y después de la evaluación a escala industrial.

Etapa de Evaluación		Flujo de entrada (g/L)			Flujo de salida (g/l)			Precipitación (%)	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co
Antes de la evaluación	Media	3,354	0,170	20,962	3,521	0,130	27,084	-0,471	29,122
	Mediana	3,300	0,161	20,496	3,500	0,136	25,735	-4,598	28,522
	Desviación	0,081	0,014	1,243	0,066	0,004	1,433	2,042	3,313
	Rango	0,300	0,040	5,873	0,300	0,070	3,786	7,143	17,287
	Cuenta	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000
Evolución al 20%	Media	4,400	0,170	25,812	4,350	0,135	32,222	0,011	20,588
	Mediana	3,810	0,162	23,518	4,320	0,132	32,727	-0,133	20,121
	Desviación	0,204	0,003	0,580	0,243	0,028	4,103	1,474	10,565
	Rango	0,600	0,020	2,008	0,700	0,076	11,854	2,348	20,510
	Cuenta	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000
Evolución al 30%	Media	4,200	0,170	24,705	4,217	0,118	35,737	-4,047	30,588
	Mediana	4,100	0,160	25,625	4,150	0,115	35,470	-1,216	30,482
	Desviación	0,071	0,002	0,210	0,060	0,009	0,060	1,654	4,173
	Rango	0,200	0,017	1,957	0,200	0,030	4,543	4,545	11,037
	Cuenta	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000
Después de la evaluación, 10 horas	Media	3,527	0,170	22,210	3,627	0,040	32,225	-2,201	36,677
	Mediana	3,500	0,180	21,264	3,700	0,060	33,757	-4,255	37,288
	Desviación	0,065	0,007	0,593	0,179	0,020	1,277	3,431	9,974
	Rango	0,200	0,027	2,463	0,600	0,050	12,206	11,111	27,437
	Cuenta	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000

Al evaluar los resultados mostrados en la tabla 3.12, se corroboran los obtenidos a escala de laboratorio para las operaciones al 20 y 30 por ciento de precipitación,

con la inyección de semilla, antes del inicio de las operaciones de ensemillamiento de la primera etapa, mantiene la precipitación de níquel negativa, -0,471 por ciento, como efecto de la interferencia de la semilla de la primera etapa, al iniciarse la operación independizando las semillas de ambas etapas aumenta la precipitación de níquel, a la segunda etapa se recircula una semilla con una relación níquel-cobalto más baja por tanto el intercambio de níquel sólido-líquido disminuye, porque el equilibrio entre ambas fases se hace menor y es evidente que al disminuir el intercambio la precipitación de níquel se ve interferida en menor medida y se refleja en los resultados analíticos de las concentraciones de salida de la planta.

Al comparar la operación establecida para lograr el 30 por ciento de precipitación de cobalto antes de iniciar la operaciones de evaluación la precipitación de cobalto se mantiene en valores similares, 29,122 y 28,522 por ciento respectivamente, aunque al igual que durante la precipitación al 20 por ciento precipita mayor cantidad de níquel. La diferencia en la relación níquel-cobalto se mantiene de acuerdo con el comportamiento de las concentraciones en los flujos de alimentación en las diferentes etapas evaluativas.

3.5 Análisis de los parámetros de operación de las planta antes, durante y después de la realización de los experimentos.

Antes de la evaluación, en 48 horas, la relación níquel-cobalto de entrada, fue de 20,962, la relación níquel-cobalto de salida fue de 27,084, la precipitación de níquel fue de -4,471 por ciento, por la interferencia de la semilla de la primera etapa, la precipitación de cobalto fue de 29,122 por ciento.

En la evaluación al 20 por ciento, en 24 horas, la relación níquel-cobalto de entrada fue de 25,812, la relación de níquel-cobalto de salida fue de 32,222, la precipitación de níquel fue de 0,011 por ciento, la precipitación fue de 20,588 por ciento.

En la evaluación al 30 por ciento, en 24 horas, la relación níquel-cobalto de entrada, fue de 24,705, la relación níquel-cobalto de salida fue de 35,737, la precipitación de níquel fue de -4,047 por ciento por la interferencia de la semilla de la primera etapa, la precipitación de cobalto fue de 30,588 por ciento.

Después de la evaluación, en 10 horas, la relación níquel-cobalto de entrada fue de 22,210, la relación níquel-cobalto de salida fue de 32,225, la precipitación del níquel fue -2,201 por ciento por la interferencia de la semilla de la primera etapa, la precipitación de cobalto fue de 36,677 por ciento.

Estos resultados son del 20 por ciento y 30 por ciento, aplicando semilla.

Conclusiones del capítulo 3.

La precipitación en la Planta Lixiviación-Cobalto para el licor producto durante el año 2011 se realizó de forma intensiva, valores de 3,275 y 84,055 por ciento para el níquel y el cobalto respectivamente así lo reflejan. El sulfuro obtenido con relación níquel-cobalto de 1,827, confirma la eficacia del proceso de precipitación en dos etapas.

Los contenidos de níquel y cobalto en el sulfuro obtenido en la evaluación a escala industrial para el 20 por ciento, son de 7,801 y 14,110 por ciento, reflejan la obtención de un producto con elevado contenido de cobalto, una relación Níquel-cobalto de 0,552, no se tiene referencia anterior en esta industria, para la precipitación al 30 por ciento se logra 7,725 y 14,21 por ciento de níquel y cobalto respectivamente y una relación níquel-cobalto de 0,543, confirman los resultados obtenidos durante la etapa al 30 por ciento , a escala industrial.

Durante la evaluación a escala industrial se confirman los resultados obtenidos a escala de laboratorio para un 20 y 30 por ciento de precipitación con la inyección de semilla, como efecto de la no interferencia de la semilla de la primera etapa, aumenta la precipitación de níquel, a la segunda etapa se recircula una semilla con una relación níquel-cobalto más baja por tanto el intercambio de níquel sólido-líquido.

CONCLUSIONES

1. Se determinó la influencia de los factores, porcentaje de precipitación de níquel y cobalto y porcentaje de recirculación de sulfuro en forma de semilla en el proceso de precipitación de sulfuros a partir de licores de segunda etapa de lixiviación en la Empresa de Níquel “Comandante René Ramos Latour” a escala de laboratorio. Los mejores resultados se obtuvieron para el 30 por ciento de precipitación de cobalto con 150 por ciento de recirculación de semilla y a escala industrial.
2. Se caracterizó el licor de segunda etapa de la planta de Lixiviación y Cobalto después de haber realizados la precipitación a un 20 y 30 por ciento, aplicado el proceso de ensemillamiento. Los resultados a escala de laboratorio muestran aumentos de las magnitudes de precipitación de cobalto.
3. Se caracterizó la composición química del sulfuro de níquel y cobalto obtenido a partir de los licores de segunda etapa de lixiviación a escala industrial. Se obtuvo un sulfuro con una relación níquel-cobalto por debajo de 0,6, como principal diferencia, las propiedades químicas son similares a los sulfuros obtenidos.
4. Se pudo corroborar tanto a escala de laboratorio como industrial el alto grado de selectividad del cobalto en la precipitación del sulfuro a partir de los licores de segunda etapa de lixiviación, bajo las condiciones de operación analizadas.

RECOMENDACIONES

En futuros trabajos a realizar sobre este nuevo esquema tecnológico se debe tener en cuenta la relación níquel-cobalto obtenidas como resultados de la investigación realizada a escala industrial en los licores de la segunda etapa de la empresa René Ramos Latour.

BIBLIOGRAFÍA

- 1- AKHTAR, K Y I. ul Haq. 2003: Preparation and characterization of uniformly coated particles by homogeneous precipitation (cobalt compounds on nickel compounds). *Advanced Powder Technology*. Vol. 12. N° 3. P 291-456.
- 2- ALPIZAR. J. 1990: Introducción a la elaboración matemática de los resultados experimentales. Universidad de la Habana.
- 3- CASTELLANOS, J. 1974. Metalurgia extractiva de los minerales oxidados de níquel. La Habana.
- 4- CHANG, A. R. y M. Sosa. 1987: Consideraciones sobre la termodinámica del proceso de lixiviación carbonato amoniacal, 2da parte. *Revista Minería y Geología*. Vol. 5 No 1.
- 5- CHAVIANO, J. 2000: Informe técnico. Empresa del Níquel "Comandante Ernesto Che Guevara
- 6- FIFFE, J. Cinética de la disolución del níquel y el cobalto metálicos en soluciones carbonato-amoniacaes. Tesis de Doctorado, Universidad de Oriente. Santiago de Cuba. 1985.
- 7- GARCIA, G. 1998: Diferencia en los contenidos de sulfuro enriquecido. Informe técnico. Empresa "Comandante René Ramos Latour.
- 8- GARRIDO, M y M. Slix. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones amoniacaes. Trabajo de Diploma. I.S. M.M. Moa.
- 9- GARRIDO, M. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. Tesis en opción al título de Master en Metalurgia Extractiva. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa. 80 p.
- 10- GARRIDO, M. O. 2000: Lovaina y E. Fernández. Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. *Revista Minería y Geología* No 3-4. Volumen XVII

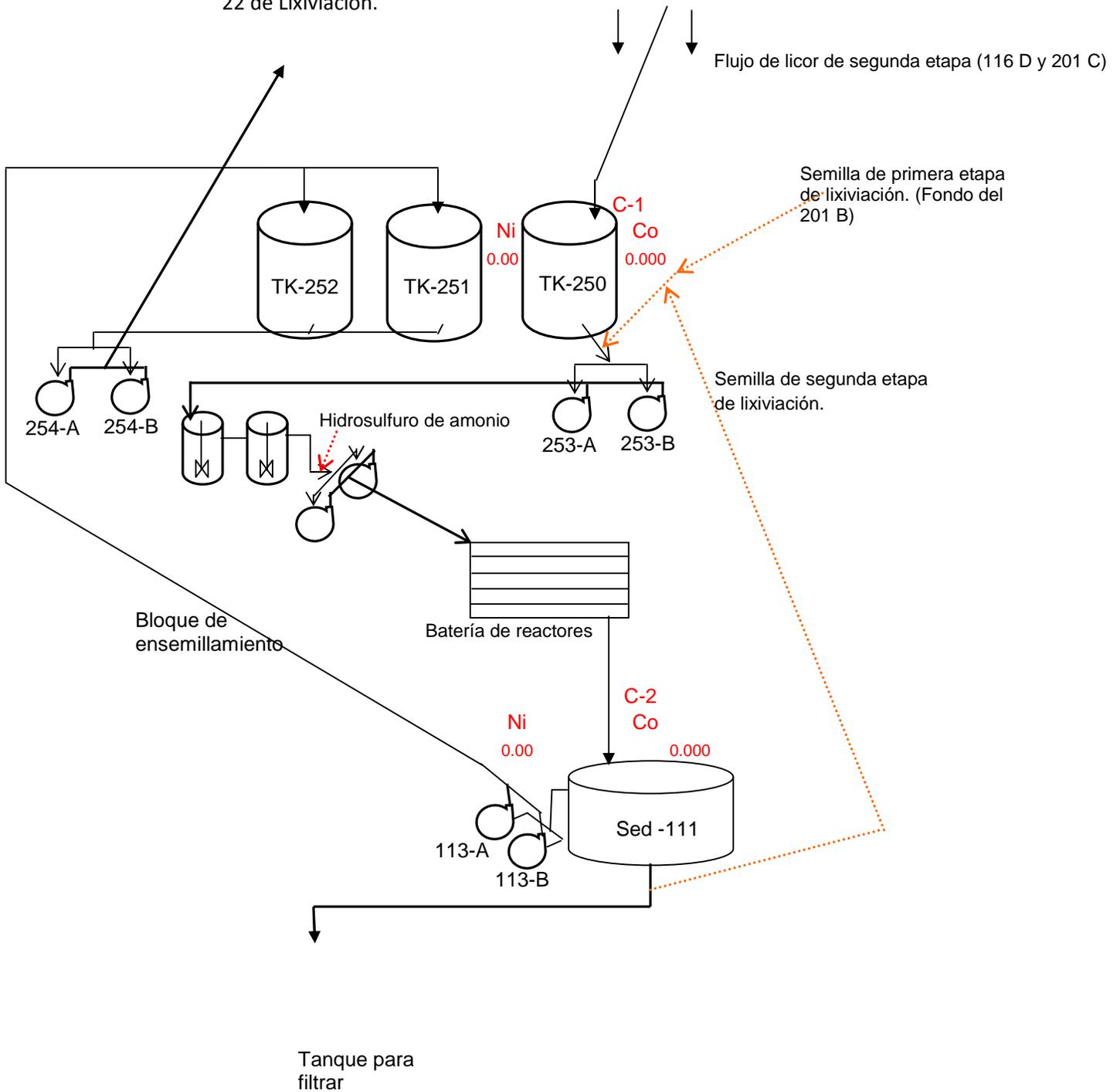
- 11- GARRIDO, M., Lovaina, O. y Fernández E, 2001: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonatos amoniacaes. Revista minera y Geología No 3-4
- 12- GONZÁLEZ, L. 1991: Cinética de la precipitación de sulfuros de cobalto de los licores amoniacaes que contienen níquel. Informe técnico. Centro de Investigación del níquel. Moa.
- 13- HERNÁNDEZ, R. 1983: Comportamiento del sulfuro precipitado en la planta de lixiviación para el control del cobalto. Informe técnico. Empresa “Comandante René Ramos Latour”.
- 14- HERNÁNDEZ R. 1996: Optimización del circuito de precipitación de cobalto en el licor producto utilizando la tecnología de ensemillamiento en reactores con agitación. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- 15- HERRERA, V Y KASAVIN, J. 1971: Separación de níquel y cobalto por el método de formación de sulfuros en las soluciones carbonatos amoniacaes. Informe Técnico. C.I.P.I.M.M.
- 16- HERRERA, V. 1964: Reporte técnico del proceso carbonato amoniacal. Informe Técnico planta, Nicaro.
- 17- KASAVIN, J. 1970: Reporte de investigación. Nicaro, N0 518.
- 18- LEÓN, M. 2008: Evaluación a escala de laboratorio del ensemillamiento para la precipitación de cobalto en los licores de 2da etapa de lixiviación de la Empresa “Comandante René Ramos Latour”. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- 19- LOBAINA, O. y col. 1998: Pruebas a escala de banco para analizar el uso del sulfuro de sodio en la precipitación de sulfuros. Informe de investigación. C.I.L
- 20- LOBAINA, O. y col. 1994: Reporte técnico. C.I.L

- 21- LÓPEZ, Y E y, SANTANA. 2002: Estudio del circuito de ensemillamiento de Cobalto en la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”. Informe partir de soluciones carbonato amoniacaes. Revista Minería
- 22- MAGAÑA, M. 2001: Revisión del circuito de precipitación de cobalto de RRL. Informe técnico . planta piloto, nicaro
- 23- MENÉS, G. 1998. Separación de Níquel y Cobalto por el método de formación de Sulfuros en las soluciones amoniacaes. Informe técnico. Instituto Superior minero Metalugico. Moa
- 24- MITROFANOV, S. 1982: Investigación de la capacidad de enriquecimiento de los minerales. Mir. Moscú.
- 25- MUÑOZ, A; A. Columbié y D. Guzmán. 1995. Evaluación del proceso de separación de níquel y cobalto. Revista Minería y Geología. Vol, XII N° I. p49
- 26- OSSEO, A y W. Ashine. Heterogeneous equilibria in amonia/laterite leaching system. Internacional laterite Simposium. 1979.
- 27- REYES, E y ÁLVAREZ, M. 1989: Comportamiento estadístico de la oxidación de cobalto (II) en licores industriales empleando oxido de níquel. Trabajo de Diploma. Universidad de Oriente.
- 28- RODRÍGUEZ C, GARCÍA A. 1994: Determinación del consumo de varios agentes precipitantes para la separación del cobalto. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- 29- RODRÍGUEZ C, GARCÍA A. 1996: Propuesta para esquema provisional de separación de cobalto. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- 30- RODRÍGUEZ C. 1984: Separación de níquel y cobalto en los licores de la fábrica Cmdte, René Ramos Latour”. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.

- 31- ROMERO, U. 2008: Influencia del aire en la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto en la Empresa Ernesto Che Guevara. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.y Geología No 3-4.
- 32- SAMALEA, G y otros. Separación de cobalto de soluciones amoniacaes con ácido sulfhídrico en reactores tubulares. La minería en Cuba.1974
- 33- SAMALEA, G. 1978: Separación de cobalto en soluciones amoniacaes con H₂S. La Minería en Cuba. Vol 4, N°. IV.
- 34- SHERRIT G. 1992: Caron process study. Technical evaluation.
- 35- SLIX, M. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- 36- SMIRNOV, I. y otros. Extracción de cobalto de los minerales y concentrados de cobre y níquel. Editorial Metalurgia.1970
- 37- SUÁREZ, A. 1998: Análisis del proceso de precipitación de sulfuros a partir de los licores carbonato amoniacaes. Tesis en opción a Master en ingeniería de procesos. Universidad de Oriente.
- 38- TORRES, A Y L. CORRALES. 2000: Aumento de la productividad de la planta de separación de cobalto. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- 39- ZELIKMAN, A; G.; VOLDMAN Y L. VELIAEVSKAYA. 1982: Teoría de los procesos Hidrometalúrgicos. Editorial Metalurgia. 492p.
- 40- BERNALDO, C, PILETA. 2012: precipitación del sulfuro a partir del licor de segunda etapa de lixiviación en la Empresa Ernesto Che Guevara. Trabajo de Diploma Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- 41- Manual de operaciones de la UEB Lixiviación-Cobalto, Nicaro, 2002.

Flujo de licor descobaltizado al CT-22 de Lixiviación.

Esquema de precipitación de cobalto en la segunda etapa Empresa Comandante René Ramos Latour.



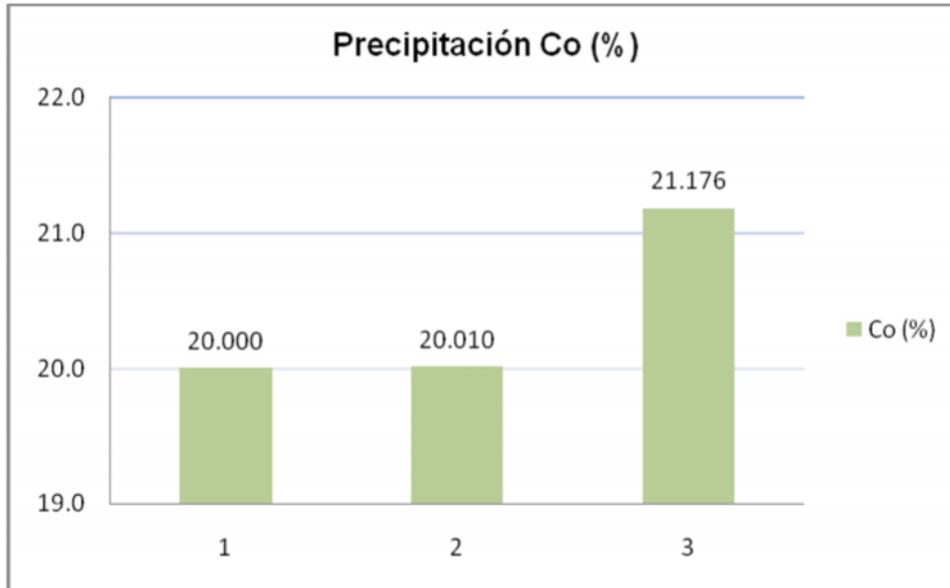


Gráfico 1. Se muestra la precipitación de Cobalto al 20 % con semilla.

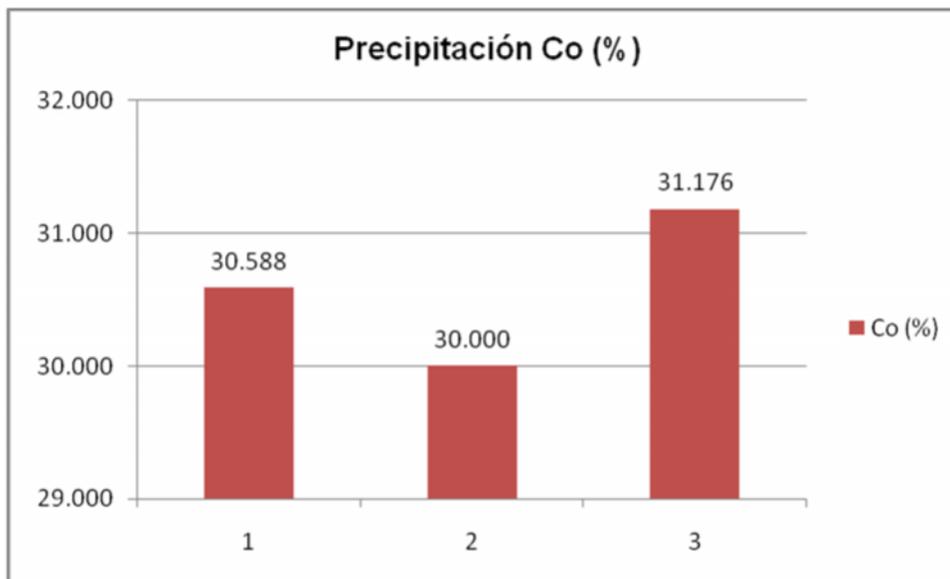


Gráfico 2. Se muestra la precipitación de Cobalto al 30 % con semilla.