



República de Cuba
Instituto Superior Minero Metalúrgico
Dr. Antonio Núñez Jiménez
Facultad Metalurgia Electromecánica



Trabajo de Diploma.

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.

TESIS EN OPCION AL TITULO DE INGENIERO METALURGICO.

Willexis Rodríguez Lambert.

Moa- 2009

“Año del 50 aniversario del triunfo de La Revolución.”



República de Cuba
Instituto Superior Minero Metalúrgico
Dr. Antonio Núñez Jiménez
Facultad Metalurgia Electromecánica



INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.

Autor: Wilaxis Rodríguez Lambert.

Firma_____

Tutores: Ms C. Jorge Miranda López.

Firma_____

Ms C. Marcos Medinas

Firma_____

Moa- 2009

“Año del 50 aniversario del triunfo de La Revolución.”

Dedicatoria

Este trabajo va dedicado a todos aquellos que han contribuido de una forma u otra a mi formación.

↪ *A mis padres Maira Lambert Labañino y Wilfredo Noa Rodríguez por su apoyo incondicional.*

↪ *A mis hermanas Maiyenis Rodríguez Lambert y Neiris Frometas Rodríguez a quien exhorto a continuar sus estudios.*

↪ *A todas mis familias que de una forma u otro fueron partícipe de mi formación.*

↪ *A mis profesores, compañeros de estudios.*

↪ *A mis amigos entrañables por alentarme a lo largo de mis estudios universitarios así, como aquellos que ya se graduaron y los que se graduarán después de mí.*

A todos ustedes ¡muchas gracias por ayudarme a crecer!

Agradecimientos.

Agradezco la realización de este trabajo a:

A Dios por darme la fuerza y la voluntad de seguir adelante sin importar el sacrificio.

A mis padres Maira Lambert Labañino y Wilfredo Noa Rodríguez por su amor, cariño y por enseñarme a caminar por el sendero del saber, la honestidad y la sinceridad. Aportando todo su empeño para lograr exitosamente mis metas.

A mis tutores Ms C. Jorge Miranda López y al Ms C. Marcos Medinas, por su preocupación, y ayuda en la gestión y análisis de información para la realización de este trabajó.

A Fidel Castro Ruz, y a todos aquellos que hicieron posible esta Revolución tan hermosa, por la cual he podido forjarme y prepararme para la vida.

A todos los profesores que de una forma u otra me enseñaron y prepararon para enfrentar la vida.

A mis amigos por su apoyo y confianza depositada en mí.

A todos ustedes ¡muchas gracias!



“Pensamientos”

“Nunca consideres el estudio como una obligación, sino como una oportunidad para penetrar en el bello y maravilloso mundo del saber”.

“Cada día sabemos más y entendemos menos”.

Albert Einstein.



Resumen.

El objetivo de la investigación esta dada por: Evaluar el procedimiento ultrasónico, en el incremento de la recuperación de Ni y Co en el proceso hidrometalúrgico, de la tecnología carbonato-amoniaca. En esta investigación se recogen los principales factores que influyen en las pérdidas de níquel y cobalto, además se realiza una descripción del proceso ultrasónico. Se realiza un estudio a las pulpas amoniacaes por el proceso ultrasónico y convencional donde se obtuvieron diferentes resultados, los cuales se compararon estadísticamente por diferentes métodos estadísticos (gráficos, prueba de hipótesis de Student, entre otros), donde se muestra que en condiciones ideales de trabajo (75 g/L de NH_3 y 35 g/L de CO_2) existe mayor extracción de cobalto por el proceso ultrasónico que por el convencional. También se realiza una valoración económica, donde se comprobó que la investigación es factible, ya que el tiempo de recuperación es menor a un año y la tasa interna de retorno es de 114 %.

Palabras claves.

Recuperación de níquel y cobalto, tecnología carbonato amoniaca, método ultrasónico.



Abstract.

The objective of this present work is given by: To evaluate the ultrasonic procedure, which improve the recovery of Ni and Co in the hidrometallurgical process using carbonate-amoniacal technology. In this work the main factors are investigated which influence in the nickel and cobalt loss, the detail description of the ultrasonic process was also carried out. A study to the amoniacal pulps for the ultrasonic and conventional process where different results were obtained, which were compared statistically by different statistical methods (graphics, test of hypothesis, among other), where it is shown that under work conditions (75 g/L of NH₃ and 35 g/L of CO₂) major extraction of Ni y Co by the ultrasonic process was obtained in comparison with the conventional one. The economic valuation was made, where demonstrated that the investigation is feasible, since the time of recovery is smaller to one year and the internal rate of return is of 114%.

Key words.

Recovery of Nickel and cobalt, carbonate - amoniacal technology, ultrasonic method.



INDICE	Pág.
INTRODUCCION.....	6
CAPITULO I. FUNDAMENTOS TEORICOS DE LA INVESTIGACION.....	10
1.1. Análisis bibliográfico.....	10
1.1.1. Aspectos del proceso de lixiviación carbonato – amoniacal. Referentes a las pérdidas de níquel y cobalto en el proceso de lixiviación... 10	
1.1.2. Recuperación de cobalto y níquel contenido en las pulpas lixiviadas de la tecnología carbonato amoniacal.....	12
1.1.3. Características químicas y mineralógicas del sólido presente en las pulpas lixiviadas.....	15
Pérdidas de cobalto en el proceso carbonato amoniacal.....	17
1.2. Tratamiento con ultrasonidos.....	18
Antecedentes del uso del ultrasonido.....	18
Aplicaciones físicas.....	19
Fuentes de generación y condiciones.....	20
1.3. Del análisis antes realizado se concluye lo siguiente.....	23
CAPITULO II. PARTE EXPERIMENTAL.....	24
2.1. Materiales y equipamiento.....	24
2.2. Metodología de trabajo.....	25
2.3. Metodología de preparación de la QT.....	26
2.4. Metodología de preparación de la QT por el procedimiento ultrasónico.....	27
2.5. Metodología experimental para los ensayos.....	28
2.6. Métodos Estadísticos para el procesamiento de los datos.....	28
2.6.1. Método Gráfico.....	30
2.6.2. Prueba de hipótesis de Student para la comparación de medias de muestras independientes.....	30
2.6.3. Prueba de hipótesis de Fisher para la comparación de varianzas de muestras independientes.....	32
2.6.4. Determinación de la ecuación de regresión estimada.....	33
CAPITULO III. ANALISIS DE LOS RESULTADOS.....	37
3.1. Resultados experimentales de la QT (condiciones ideales) y QTC (condiciones reales de trabajo), para el proceso normal y proceso ultrasónico, tabla No.1., 2 respectivamente.....	37
3.1. Análisis de los resultados estadísticos.....	39
3.1.1. Comparación de los resultados del níquel en condiciones reales de trabajo.....	39
3.1.2. Comparación de los resultados del cobalto en condiciones reales de trabajo.....	42
3.2. Análisis de los resultados bajo condiciones estándar.....	44
3.2.1. Comparación de los resultados del níquel.....	44
3.2.2. Comparación de los resultados del cobalto en condiciones estándar de trabajo.....	46
INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.	



3.3.	Determinación de la ecuación de regresión para cada procedimiento...	48
3.4.	Conclusiones.....	49
CAPITULO IV. VALORACION ECONOMICA.....		51
4.1.	Equipamientos principales.....	52
4.2.	Cálculo del flujo efectivo.....	54
4.3.	Análisis de los resultados.....	56
CONCLUSIONES.....		57
RECOMENDACIONES.....		58
BIBLIOGRAFIA.....		59
ANEXOS.....		63



INTRODUCCION.

Son conocidos los factores que intervienen en el proceso de recuperación del Níquel y Cobalto, de los minerales que componen las pulpas lixiviadas, de la tecnología carbonato-amoniaco, a través de las mezclas generadas por la unión de los minerales reducidos en un horno tipo Nichols – Herreshoff, con la solución lixivante, carbonato-amoniaco. Pero una de las causas consiste en que ocasiones obstruyen o impiden liberarse de ellas los elementos metálicos que la integran, por mecanismos de quimi-absorción, sustituciones isomórficas, magnetismo etc.; y que dependen grandemente de los grados de delezabilidad o del actual proceso de beneficio (maceración-agitación-aireación) a que son sometidos.

Es conocido que durante el tratamiento con ultrasonidos a otros tipos de materiales o sólidos (no hay evidencias de su aplicación en Lateritas o Serpentinitas), los efectos son principalmente mecánicos (pero en forma de dispersión de partículas aunque en forma de limpieza), que producen ciclos de expansión y compresión de forma alterna. Durante los ciclos de expansión los ultrasonidos provocan el crecimiento de las burbujas existentes en el medio o la formación de otras nuevas, que cuando éstas alcanzan un volumen al que no pueden absorber más energía, explotan violentamente, provocando micro corrientes, el colapso de las moléculas del líquido (solución carbonato-amoniaco) y de algunas de las fases mineralógicas que integran el sólido expuesta a este tratamiento. Este fenómeno es lo que se conoce como cavitación. Los ultrasonidos pueden definirse como ondas acústicas inaudibles de una frecuencia superior a 20 kHz o se trata específicamente de ondas mecánicas, cuya propagación depende de las características del medio por el que viajan.

Los seres humanos pueden oír los sonidos, con una frecuencia de 16 a 20 kHz; significa que los sonidos con una frecuencia mayor a esta, se conocen como ultrasonido, el propósito fundamental de su uso, se basa en la propiedad de

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



convertir los mismos en un método de dispersión de estructuras mineralógicas en algunos casos, por ser, un procedimiento por excelencia en la limpieza de minerales (estructuras mineralógicas porosas de difícil penetrabilidad, y en ocasiones de fácil deleznablez), es decir, específicamente en materias primas intermedia generadas, en la tecnología Caron, con el objetivo de recuperar los elementos metálicos de níquel y cobalto, atrapados dentro de las estructuras formadas, que por los métodos convencionales, trituran y esparcen otros componentes nocivos (Si, Cr, Al y Fe), que integran estas pulpa, en el caso en que se molieran, perjudicando de forma general el proceso hidrometalúrgico de la tecnología Caron.

Situación Problémica:

La baja eficiencia metalúrgica del proceso de recuperación del Co y Ni, presente en las pulpas lixiviadas de la tecnología carbonato-amoniacoal.

Problema:

Desconocimiento del desarrollo de la técnica ultrasónica aplicada a la recuperación del níquel y cobalto en el proceso de lixiviación de la tecnología carbonato-amoniacoal.

Hipótesis científico.

Si se establece el proceso ultrasónico en la primera etapa de lixiviación, se puede lograr una mayor recuperación de níquel y cobalto.

Objetivo general.

Evaluar el procedimiento ultrasónico, en el incremento de la recuperación de Ni y Co en el proceso hidrometalúrgico, de la tecnología carbonato-amoniacoal.

Objetivo específico.

- Desarrollar los procedimientos que existen sobre el análisis de lixiviación estándar QT (condiciones ideales, con los agentes lixiviantes fuertes (NH₃ y CO₂)) y la QTC (condiciones semejantes a la I Etapa de lixiviación).



- Aplicar el procedimiento ultrasónico a las lixiviaciones QT y QTC con las mismas pulpas anteriormente desarrolladas por el procedimiento actual.
- Comparar estadísticamente los resultados obtenidos por ambos procedimientos.
- Hacer la valoración económica del procedimiento propuesto.

Para lograr cumplir con el objetivo trazado en la investigación se establecen como **métodos de investigación** las que a continuación se relacionan:

1. Método histórico – lógico en la investigación bibliográfica para la sistematización del conjunto de conocimientos y teorías relacionadas con el objeto de estudio.
2. Método experimental.
3. Métodos de análisis estadísticos de los resultados experimentales.
4. Procesamiento de la información y evaluación de los resultados.

Campo de acción:

Las pulpas generadas en el proceso hidrometalúrgico de la tecnología carbonato-amoniacal.

Los aportes científicos esperados en esta investigación y los aportes ambientales, sociales y económicos que se prevén obtener con su aplicación son los siguientes:

Científico.

Aplicación de la técnica ultrasónica en el proceso hidrometalúrgico del proceso Caron.

Económico.

Incremento en la recuperación del níquel y el cobalto en la industria metalúrgica, que reportaría un ingreso en la economía del país.



Sociales y medioambientales.

Existe la posibilidad que el implemento de la técnica ultrasónica en esta parte del proceso humanice el puesto de trabajo de los operadores y técnicos que laboran en ellas, y disminuya la contaminación medioambientales debido a la reducción de equipamientos necesarios durante el proceso de lixiviación-sedimentación, abreviando una menos cantidad de equipos en funcionamiento, lo que redunda en menor cantidad por afectaciones operativas.



CAPITULO I. FUNDAMENTOS TEORICOS DE LA INVESTIGACION.

En la realización de cada trabajo investigativo es necesario realizar una amplia revisión bibliográfica de los antecedentes de la temática a investigar. Todo esto posibilita una buena comprensión teórica del tema a estudiar, lo que facilita un juicio real de la situación actual en que se encuentra esa línea de investigación. Además es necesario tener visión clara de los fundamentos teóricos del proceso de lixiviación, en el incremento de la eficiencia metalúrgica del níquel y cobalto, para una mejor comprensión de la investigación. Todo esto ayudará a la elaboración de un algoritmo de trabajo en función del problema de estudio y los objetivos planteados.

1.1. Análisis bibliográfico.

En el proceso de lixiviación de la tecnología Caron se han efectuado varias investigaciones que posibilitan un enfoque y comprensión más amplia de este trabajo. Los principales temas abordados que tienen que ver con el incremento y a la vez con la pérdida del níquel y cobalto en el proceso de lixiviación son:

1.1.1. Aspectos del proceso de lixiviación carbonato – amoniaco.

Referentes a las pérdidas de níquel y cobalto en el proceso de lixiviación.

En el proceso de lixiviación carbonato-amoniaco, reviste en los momentos actuales gran importancia la baja recuperación del cobalto. Es cierto que este asunto ha sido polémico, incluso desde la información emitida por el profesor M.H. Caron en el Journal of Metal, en Enero de 1950, “Algunos aspectos en conexión con la aplicación del proceso de lixiviación amoniaco”, y posteriormente por otros autores, donde se revela cierta cantidad de datos fundamentales relacionados con la recuperación de Ni y Co.

El autor [Caron,1950], estableció experimentalmente que una aleación de Hierro-Níquel-Cobalto, sería el resultado de un beneficio selectivo del mineral, INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



que es necesario para hacer que el mineral sea dócil ante la lixiviación amoniacal, y debe tenerse en cuenta que una sobre-reducción, así como una infra-reducción no son deseables, demostrando de esta forma que el hierro se disuelve más rápidamente que el Co y el Ni., y que los tres elementos en estado metálico entraran en la solución como iones bivalentes, pero el hierro y el cobalto serán convertidos al estado trivalente por medio del mecanismo de aireación, el autor observó que el cobalto es fácilmente co-precipitado de los licores amoniacales por el hidróxido ferroso, probablemente como un hidróxido también.

Mostró que entre otros factores que pueden acrecentar este efecto son las altas temperaturas de la pulpa, y por esa razón es que las temperaturas de la pulpa deben ser muy moderadas para obtener satisfactorias recuperaciones de cobalto, ya que la temperatura actúa negativamente sobre la solubilidad del oxígeno en la solución carbonato-amoniaca y eleva las pérdidas de amoníaco por evaporación. [Misut, 1972].

Algo esencial para comprender la naturaleza de estos minerales y su proceso de lixiviación son los aspectos mostrados por [Caron, 1950], donde describe que las aleaciones de Fe-Ni-Co proveniente de la reducción, pertenecen a un grupo que puede convertirse en pasivo bajo ciertas condiciones que presentan los licores amoniacales, esto quiere decir, que recomendó que durante el proceso de aireación – lixiviación deben usarse como mínimo tres turboaeradores del mismo tipo y tamaño, para que así cumplan los requisitos del proceso y evitar una posible pasividad parcial durante el proceso de lixiviación. Es por ello, que él asumió que la disolución completa de los valores tiene que ser hecha por tres agitadores conectados en serie, y que una mayor cantidad no permita mostrar un mayor efecto durante la lixiviación, ya que comienza un proceso de pasividad o muy bien llamados por otros de saturación del licor producto.



Posteriormente el profesor M. Forward, en la Asamblea anual de la **C.I.M.**, en Edmonton, Canadá (1953), asumió y presentó en su trabajo referente a la mata sulfurosa, que el hierro estaba precipitado como hierro férrico, donde éste precipitará de los licores, más cobalto que níquel, su causa se debe a la alta proporción de Fe/Co de los concentrados de sulfuro.

Experimento semejante realizó y confirmó F.P. Haver [Haver, 1953], a escala de Planta Piloto (Nicaro, 1953, minerales oxidados), donde muestra el fenómeno de co-precipitación del cobalto por el Hidróxido Férrico (III), $\text{Fe}(\text{OH})_3$.

Según [Krashouski, 1971], explica que la baja extracción de cobalto en la lixiviación amoniacal, es debido a una serie de fenómenos primarios y secundarios (Evitar el fenómeno de co-precipitación del cobalto de las soluciones, o sea evitar el desarrollo de los fenómenos secundarios, nadie ha podido).

Un elemento fundamental que presenta y que coinciden de forma general los criterios, es que el aumento de la temperatura de lixiviación aumenta la co-precipitación del cobalto bivalente y disminuye algo la del cobalto trivalente.

Además concluyen de forma general que el cobalto se presenta en la solución amoniacal acuosa como una variedad de complejos de aminas cobáltica $[\text{Co}(\text{NH}_3)_n^{+3}]$ y cobaltosa $[\text{Co}(\text{NH}_3)_n^{+2}]$, cuyas concentraciones y estabilidades relativas son una función de la temperatura, pH, contenido del metal, concentración amonio-amoniacal, el tipo y concentración del anión y el grado de equilibrio [Fife et al, 1989, , [Miranda et al, 2002], etc.

1.1.2. Recuperación de cobalto y níquel contenido en las pulpas lixiviadas de la tecnología carbonato amoniacal.

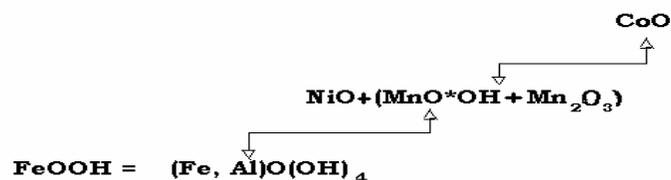
Los estudios mineralógicos existentes consideran la distribución mineralógica del cobalto, en las menas lateríticas cubanas y en otras partes del mundo, que casi el 90% del Cobalto se encuentra asociado a los minerales de manganeso (Asbolanas, wad y lithioforita)], es conocido que la tecnología carbonato



amoniacal actual aplicadas en las industrias cubanas, no recupera más del 30% del cobalto contenido en el mineral inicial, es viable estudiar con gran rigor científico-técnico la extracción-recuperación de cobalto como elemento primario, a partir de dicha materia prima y posteriormente establecer las condiciones tecnológicas para elevar la recuperación de los elementos valiosos presentes en las pulpas lixiviadas.

Los óxidos de cobalto se desarrollan en las menas manganíferas, generalmente ocurre en los yacimientos cubanos de lateritas, éste se presenta mayoritariamente componiendo las fases de los oxi-hidróxidos de manganeso ($MnO \cdot OH + Mn_2O_3$), apareciendo como impureza estas fases en forma de granos finos en los componentes de las lateritas, producto del proceso de meteorización de la corteza, el cobalto se encuentra en las lateritas asociado a las Asbolanas, lithioforita o Wad ($Ni^{+3}, Co^{+3} \cdot Mn(OOH)$).

Según [Miranda et al, 1997], se muestra que la fase de $(Fe, Al)O \cdot (OH)_4$, Goethita impura, básicamente es la fase portadora de Ni y Co en las menas lateríticas, que esta fase, se encuentran en un rango comprendido de 65 - 95 % en los minerales alimentados a la tecnología carbonato-amoniacal. Los hechos demuestran, la existencia de esta fase, con impurezas de Aluminio, como enrejado reticular en unión con el hierro de esta estructura, que a la vez, el óxido de níquel, es retenido y en las fases de oxi-hidróxido de manganeso, portadoras de los óxidos de cobalto. [Miranda et al, 1997], según semejante al presente esquema:



Es por ello que en [Mingot, 1988], se dice que el manganeso posee no pocas analogías con el hierro, presenta gran facilidad de combinación con los



metaloides, hace que se emplee en calidad de reductor por ser más oxidable que el hierro y se utiliza en la metalurgia ferrosa para eliminar distintas impurezas, por tal motivo, es conocido por la literatura, que el Mn^{+2} en los licoros amoniacaes, es eliminado por tratamiento con agentes oxidantes fuertes e incluso por el oxígeno del aire, aunque muy lentamente, donde el ion Mn^{+2} , se oxida hasta Mn^{+4} , convirtiéndose en insoluble, en la solución carbonato-amoniacal, lo cual precipita, arrastrando Co en mayor grado de oxidación.

Pero es un hecho mostrado por [Caron, 1950], que para obtener la mayor recuperación de Ni y Co en el proceso carbonato-amoniacal es necesario llevar el proceso al límite de la reducción máxima de Ni y Co metálicos y la mínima del hierro metálico en el proceso de calcinación reductora.

Por tal motivo es conocido termodinámicamente que en dependencia del agente que intervienen en el proceso de reducción, la Wustita ($Fe_{1-x}O$), proveniente de la Goethita ($FeO \cdot OH$), es inestable que una porción se descomponga en hierro metálico (Fe^0) y una gran parte cristalice en forma la Magnetita (Fe_3O_4) o Maghemita (γFe_2O_3), por ende la causa primaria de la pérdida de cobalto, es que los investigadores y tecnólogos, no incorporan como factor esencial en el control del proceso, un análisis cuantitativo constante del hierro metálico (que genera un calor de oxidación $Fe^0 = 1047$ kcal/kg de mineral reducido) provocando la chispa de la oxidación del manganeso en la pulpa lixiviada en presencia de un proceso de aireación, en la cadena tecnológica, a partir de la ya descompuesta y reducida anteriormente fase de Goethita impura.

Según [Konojuk, 1970], la Wustita y el hierro metálico del mineral reducido en el proceso de lixiviación del mineral, se disuelven y se oxida, es decir se transforman en óxidos e hidróxidos férricos no magnéticos, refiere que el hierro reducido se disuelve en forma de sal doble de carbonato ferroso de amonio ($FeCO_3 \cdot (NH_4)_2 \cdot CO_3$), pero en presencia de oxígeno este compuesto se oxida y se hidroliza precipitando como hidróxido férrico ($Fe(OH)_3$), este a la vez



causa una pérdida parcial del cobalto disuelto, por medio de la adsorción y co-precipitación [Osseo-Asare, 1975 y 1979].

Coincide con la muy aceptada conclusión de (Arrebola, 1986), que expone, que la baja recuperación de cobalto, se debe a un fenómeno de quimisorción de compuestos de cobalto por compuestos de hierro y manganeso.

Es por esto, que en el proceso de lixiviación, el aire es el reactivo que se emplea con mayor contradicción; y que su dosificación está sujeta a varios factores mencionados anteriormente; con relación al cobalto se ha demostrado que mientras mayor sea la concentración de NH_3 y de CO_2 en el licor de lixiviación, es más alto el porcentaje de cobalto disuelto, ha sido demostrado por varios investigadores que el cobalto en los minerales ferruginos reducidos se disuelve rápidamente cuando el mineral contiene muy bajas concentración de hierro metálico.

1.1.3. Características químicas y mineralógicas del sólido presente en las pulpas lixiviadas.

Los residuos sólidos lixiviados [Miranda et al, 1997 y 2009] y [Turro, 2003], obtenidos dentro del proceso hidrometalúrgico de la tecnología carbonato-amoniacoal, presentan una variada composición química en dependencia de su tratamiento metalúrgico, pero se caracterizan esencialmente por considerarse materiales verdaderamente ferrosos, con diversos grados de oxidación, desde el mineral alimentado al Horno de reducción hasta la primera etapa de Lixiviación.

Las características mineralógicas de los sólidos presente en las pulpas de lixiviación carbonato-amoniacoal, pueden ser formuladas por la presencia de las siguientes fases minerales:

Maghemita $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$

Magnetita (Fe_3O_4)

Trevorita (NiFe_2O_4)



Cromita ((Mg, Fe) Cr₂O₃)

Donathita ((Fe, Mg) (Cr, Fe)₂O₄)

Cuarzo (SiO₂)

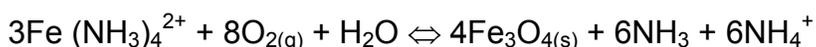
Forsterita-Fe (Mg, Fe)₂(SiO₄).

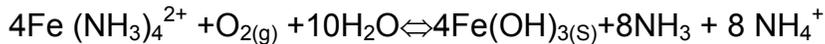
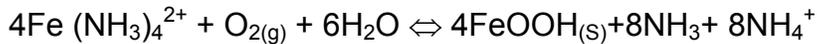
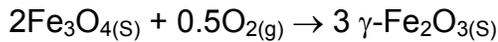
Los óxidos de hierro representados por maghemita–magnetita, fases cristalinas izoestructurales, constituyen las fases minerales principales que componen estas colas (35 – 72 %), este producto se presenta como un material de color negro, brillo semimetálico, de una mayor granulometría que el mineral natural inicial, además con una elevada propiedad magnética.

El mineral alimentado a las plantas con tecnología Caron, está compuesto fundamentalmente por óxidos de hierro y oxi-hidróxidos: Goethita, Hematita, Maghemita y en cantidades subordinadas hidróxidos de Al (Gibbsita, Bohemita) y Mn (Asbolanas, Wad, Lithioforita), además de componentes silicatados como Cuarzo, Olivino y mineral serpentínico [Sinnecker, 1969], [Tiely, 1963], [Schellmann, 1978], [Capote, 1993], [Miranda et al, 1997] y [Rojas et al, 1993, 1995 y 2003].

Que al pasar estos minerales por la planta de Hornos de Reducción, estas fases mineralógicas son sometidas a un régimen de altas temperaturas, en presencia de fuertes agentes reductores, generando de forma parcial la metalización del hierro, el níquel y cobalto, que a la misma vez, el componente ferroso puede dar como resultado fases de la solución sólida Maghemita-Magnetita, que en etapas posteriores se oxida y propician la formación mayoritaria de la fase γ Fe₂O₃ (Maghemita), y una menor proporción la magnetita (Fe₂O₄).

La oxidación e hidrólisis de los iones de hierro, como demuestran [Chang y Bobkovski, 1993], transcurren por las reacciones siguientes:





Se muestra que las reacciones anteriores, reflejan la génesis de los principales sólidos formados durante el proceso de lixiviación, con las cuales están relacionadas las principales pérdidas de Co y Ni.

Pérdidas de cobalto en el proceso carbonato amoniacal.

Las causas que provocan las pérdidas de cobalto en el proceso carbonato amoniacal, han sido definidas por varios autores. A continuación se plantean a modo de resumen, las principales pérdidas de este metal se localizan en el proceso de calcinación reductora y en el proceso de lixiviación del siguiente modo:

- Debido a la elevada relación existente entre Mn: Co, identificado por el contenido químico en los minerales lateríticos alimentados al proceso metalúrgico.
- La masa de óxido de cobalto atrapado en las espinelas (magnetita, maghemita y ferritas), por la alta resistencia a la difusión interna de los gases reductores.
- Al colapso de las estructuras de los oxi-hidróxidos de manganeso que atrapan el cobalto presente en la fase de la Goethita, al pasar por el proceso de reducción.
- Debido a minerales que aportan mayor contenido de hierro metálico durante la reducción de estos, pero que durante su oxidación al incorporarse a la solución desprenden grandes cantidades de energía térmica.
- A la oxidación del Fe, Ni y Co metálicos, se suma la oxidación de las fases de manganeso colapsadas térmicamente que arrastran al cobalto.



- El enmascaramiento del cobalto en las estructuras de manganeso colapsadas, muestra en la práctica metalúrgica la gran dificultad de su disolución en los licores carbonato-amoniacaes.
- A la baja velocidad de disolución de los metales de Ni y Co, por el colapso de las estructuras, limitan la difusión externa del oxígeno y de los reactivos NH_3 y CO_2 .
- Debido a un fenómeno de quimisorción de compuestos de cobalto por compuestos de hierro y manganeso.

1.2. Tratamiento con ultrasonidos.

Antecedentes del uso del ultrasonido.

Introducir ondas ultrasónicas en minerales en presencia de un líquido, como sustancias dispersantes, es relativamente sencillo, hoy en día gracias al descubrimiento de la piezoelectricidad en 1881 por los hermanos Jacques y Pierre Curie. Algunos materiales, como el cuarzo o la turmalina tienen la propiedad de vibrar como un muelle, si son sometidos a excitación eléctrica, además el desarrollo posterior del procedimiento magnetostrictivo, con la obtención de ondas ultrasónicas generadas por electromagnetismo, con diversas frecuencias.

La existencia de dos tipos transductores o emisores de las ondas ultrasónicas fundamentalmente usadas para sus aplicaciones ultrasónicas son: magnetostrictivo y piezoeléctrico. Los transductores de Piezoeléctricos utilizan la propiedad de la piezoelectricidad de un material, para convertir la energía eléctrica directamente en la energía mecánica. Los transductores Magnetostrictivos utilizan la propiedad magnetostrictiva de un material para convertir la energía de un campo magnético en energía mecánica. El campo magnético se proporciona por un rollo de alambre que se envuelve alrededor del material magnetostrictivo. Ambos tipos de transductores tienen ventajas y desventajas (ver Fig. Anexo. #:1).



Los primeros transductores se remontan al año 1917, cuando un físico llamado Langevin (físico francés, 1872-1946) empleó una corriente eléctrica oscilante proveniente de un circuito en un tubo de vacío, para excitar un cristal de cuarzo. El autor, demostró que implantando una señal eléctrica cambiante en el cristal, éste vibraba y desprendía sonido. Por el contrario, aplicando una onda sonora al cuarzo en frecuencias adecuadas, se genera en él una corriente eléctrica que circula por el sistema. Este efecto se denominó "piezoeléctrico".

Al poco tiempo otros científicos se dedicaron a estudiar distintos cristales, entre ellos la turmalina, la sal de Rochelle y el fosfato diácido de amonio. Ninguno de ellos, era tan eficaz como el cuarzo.

Técnicamente se trata de aplicar una energía cinética o mecánica que absorba el material a tratar, para transformarse en otra diferente en su interior. Dicha vibración se consigue mediante el efecto piezoeléctrico.

Pero para obtener vibraciones ultrasónicas se requerían mejores materiales, y métodos nuevos para emplearlos. Hubo que desarrollar cristales especiales y también de nuevos tipos de cerámica.

No obstante, el cuarzo es de fácil aplicación, y se trata de un material muy resistente. Se le puede hacer vibrar casi a cualquier frecuencia, si se le emplea con el espesor apropiado.

La tecnología de ultrasonidos, fue ampliamente desarrollada durante la Primera Guerra Mundial para la detección de los submarinos, cuenta hoy con una variada gama de aplicaciones.

Se pretende introducir este método, en la industria cubana del níquel, con el objetivo de beneficiar los minerales generados por la misma, aprovechando la particularidad de ser un procedimiento no destructivo-limpieza de estructuras mineralógicas, para convertir inicialmente más ventajoso el proceso de lixiviación de los elementos valiosos de Ni y Co.

Aplicaciones físicas.

Las aplicaciones físicas de los ultrasonidos se centran, esencialmente en la

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



medida de las propiedades elásticas y las condiciones de propagación en los sólidos. El método ultrasónico permite mezclar dos sustancias que normalmente serían indiferentes la una frente a la otra. Las mezclas pueden ser líquidas, sólidas o sus mezclas en forma de pulpas.

Una de sus ventajas consiste en que se propagan por los líquidos, ya que las ondas electromagnéticas características de los radares convencionales no lo admiten.

Últimamente se está investigando también en la aplicación de ultrasonidos a la purificación del agua, concretamente para la limpieza de filtros. La clave está en el fenómeno de la cavitación.

Si se logra que se produzcan burbujas y que estas colisionen limpiando la suciedad de los filtros se tendrá un excelente método para depurar el agua.

Incluso se utilizan en la industria alimenticia para conservar alimentos, entre otros usos.

El ultrasonido es un tipo de sonido, y todas las formas de sonido son ondas que transmiten energía mediante la alternancia de compresión y rarefacción (disminuir la densidad del medio) en una materia, algunas de estas propiedades, como ventajas del método anteriormente descritas, pueden ser desarrolladas u obtenidas, para el incremento de la recuperación de Ni y Co, en las industrias cubanas del níquel.

Fuentes de generación y condiciones

El principio de funcionamiento de esta tecnología, se basa en el hecho de que las ondas ultrasónicas viajan a través de los líquidos con mayor o menor rapidez, y con gran comodidad en función de algunas propiedades mecánicas, física, mineralógicas del sólido a beneficiar, como son la elasticidad, deleznablez del sólido y la densidad del medio líquido.

Es conocido que la velocidad de propagación de los ultrasonidos en el aire a la temperatura ambiente, es igual a la de los sonidos audibles, considerándose un



valor del orden de 343 m/s., en tanto, su velocidad de propagación en un medio líquido, como por ejemplo, el agua u otro líquido, es mayor, pudiéndose considerar aproximadamente un valor de 1.500 m/s.

A la hora de clasificar las fuentes de generación de ultrasonidos, parece apropiado realizarla en función de su frecuencia, pudiéndose establecer entonces tres grandes grupos, ellos son:

- 1 Baja frecuencia (comprendidos entre 10 y 100 kHz) siendo los que desde el punto de vista industrial tienen mayores aplicaciones.
- 2 Media frecuencia (de un rango de 100 kHz a 1 MHz) de uso en aplicaciones terapéuticas.
- 3 Alta frecuencia (abarca desde 1 MHz a 10 MHz) estando sus aplicaciones principales en fines médicos y aparatos de control no destructivo.

La mayoría de los usos industriales, se producen en el rango de baja frecuencia.

El ultrasonido se aplica de dos formas diferentes:

- Continuo
- Pulsado

¿Cómo se realiza?

- El continuo consigue fluidificar los minerales que integran las muestras, y que consiste en la aplicación constante de la vibración a la frecuencia elegida.
- El pulsado provoca una micro movilización sobre las fases mineralógicas, son interrupciones en la vibración que dan lugar a impulsos formados por pequeñas ráfagas de ultrasonido y mucho más efectivo en la parcial destrucción o limpieza de estructura en menor tamaño.

Las influencias fundamentales de los distintos modos pulsátiles, causarán



alteraciones en la potencia aplicada y efectos.

Los minerales se comportan de dos formas diferentes:

- 1 Conduciendo las ondas mediante oscilaciones o vibraciones a la misma frecuencia que la del ultrasonido.
2. Absorbiendo la energía aplicada (cinética) que se transforma en calor (que dependen de la relación Líquido/Sólido) dentro de las micro partículas o las fases mineralógicas que componen los sólidos.

Para el caso de las pulpas amoniacaes, que vibran transmitiendo las ondas, reciben un efecto maceración basado en la micro movilización, fluidificación de las disoluciones intersticiales (por agitación mecánica, agitación molecular, y elasticidad de las micro partículas o red cristalinas del sólido).

Los minerales que absorben la energía en forma de calor principalmente, reciben un efecto de mejora en la destrucción de las micro-partículas, ablandamiento, fluidificación de las disoluciones intersticiales en el mineral (por aumento térmico), mejora del intercambio o sustituciones isomórficas.

La utilización de potencias medias-altas, provoca que la transformación de una energía en otra, y permite que se consiga en forma rápida, generando un efecto muy destructor o modificador o de extremada limpieza.

Al obtener tales resultados en el trabajo, se realizó una búsqueda en la base referativa automatizada con que cuenta la Oficina Cubana de Propiedad Industrial (OCPI), se consultó por Internet la base de datos esp@cenet, por medio de la Clasificación Internacional de Patentes y utilizando palabras claves que lleven a los temas que se busca. En contraste, no se logró encontrar ninguna de ellas que relacione la aplicación del procedimiento ultrasónico en la industria del Ni y Co.

No existen evidencias algunas de la presencia a través de Internet, en la base de datos esp@cenet, que nos permita encontrar dicho procedimiento aplicado



en la rama, se conoce que estos medios están bajo custodia, de una red de información de espionaje electrónico, que tal vez haya impedido encontrar alguna, relacionada con las industrias productoras del Ni y Co, específicamente con el objetivo de beneficiar las pulpas amoniacaes, más información en los anexos #: 1.1.

1.3. Del análisis antes realizado se concluye lo siguiente.

- La no existencia de información sobre el proceso ultrasónico aplicado a la industria metalúrgica.
- Las principales pérdidas de níquel y cobalto están relacionadas con la interrelación que existe entre el proceso de calcinación reductora y de lixiviación. Donde tenemos que:

La formación de estructuras que atrapan en su interior al níquel y cobalto, que ejercen altas resistencias al proceso de lixiviación.

CAPITULO II. PARTE EXPERIMENTAL.

El presente capítulo está destinado a precisar los materiales y métodos que se han utilizado en la investigación y evaluación de las variantes tecnológicas propuestas para el estudio del incremento de la recuperación de níquel y cobalto en el proceso CARON, por vía ultrasónica.

El trabajo experimental se desarrolló en el Centro de Investigaciones del Níquel (CEINNIQ) ubicado en Moa, provincia de Holguín.

También en este capítulo se precisa la metodología para comparar estadísticamente los resultados obtenidos por las diferentes vías.

2.1. Materiales y equipamiento.

Se utilizaron pulpas generadas a escala Piloto del proceso carbonato-amoniacaes y licores frescos para el análisis de la QT.

El equipamiento empleado consistió en un equipo ultrasónico, que presenta las características siguientes:

Baño Ultrasónico de la firma Alemana FRITSCH, Type Laborette 17, (Ultrasonic-cleaner), de 35 kHz de frecuencia; 80/160 W; 220 V; 0,7 A; 50 – 60 Hz, Foto N⁰1., además se contó con el laboratorio de QT y QTC de la planta piloto del CEINNIQ.

Foto N⁰ 1: Equipo ultrasónico.





2.2. Metodología de trabajo.

En los primeros experimentos se utilizó pulpas lixiviadas, generadas por la tecnología carbonato amoniacal, pero secada posteriormente para su estudio, se benefició el sólido obtenido, para tal empeño, se utilizó un baño ultrasónico diseñado para la limpieza de tamices (Monocuba, es el porta muestra), a partir de la observación experimental obtenidas durante una comparación granulométrica, de una misma muestra seca de cola lixiviada (procedimiento tradicional), y tratada la misma muestra seca, inicialmente por el procedimiento Ultrasónico, pero en un medio acuoso. Se determinó la granulometría por vía húmeda después de tratada bajo el efecto del ultrasonido.

Tabla #: 1. Comparación Granulométrica por el procedimiento actual y ultrasónico.

Tipo de muestra	Estudio Granulométrico (Tamiz)		
	+ 100 mallas	+ 200 mallas	+ 325 mallas
Procedimiento			
Muestra Natural (Alimentada a Horno)	2.2	13.0	3.4
Muestra de Cola seca, obtenida a partir de la pulpa lixiviada, sin tratamiento Ultrasónico	1.13	17.5	0.70
Muestra de Cola seca obtenida a partir de la pulpa lixiviada, con tratamiento Ultrasónico	0.60	14.0	0.65

Se observó la disminución granulométrica al aplicar el procedimiento ultrasónico, lo que conllevó a un estudio de la recuperación del Ni y Co, por los procedimientos de la QT y QTC.

Posteriormente se procedió a localizar en que parte del proceso de lixiviación, debería probarse el procedimiento ultrasónico, a partir del análisis de laboratorio de QT y QTC.



Finalmente se hizo el estudio del procedimiento de la QT y QTC, por el método convencional y ultrasónico, a la salida del tanque de contacto en el proceso de lixiviación. Ver anexo #: 2 y 2.1 respectivamente.

El experimento se realizó en el laboratorio del análisis de QT, de la planta Piloto del CEINNIQ, todas las restantes corridas que se mostrarán, fueron realizadas en dicha instalación (Ver Foto No. 2).

Foto No. 2: Instalación de la planta piloto.



2.3. Metodología de preparación de la QT.

- Se tomaran 375 ml de muestra del TK de contacto llenando hasta el tope del recipiente suministrado.
- Posteriormente añadir esta muestra en una cantara para su preparación.
- Se le añade 332 ml de licor de QT con una concentración de 75 g/l, para esto se utilizará un recipiente con este volumen, con este licor se lavará el recipiente con el que se toma la muestra para garantizar que todo el sólido se procese.
- Se pone a agitar la pulpa durante 2 horas Identificar en el papel HR3-3, turno, hora y día.
- Posteriormente se filtra al vacío y lavar la torta que se obtiene sobre el papel de filtro, primero 3 veces con NH_3 al 7% (50 ml), luego con NH_3 al 3% (50 ml) y se lava con agua destilada (50 ml). No dejando que el



embudo se quede sin líquido.

- La torta de sólido filtrada se pone en la estufa durante dos horas para su secado ($150 - 170^{\circ}\text{C}$)
- Esta muestra después de secada se tritura en un mortero y se clasifica en un tamiz de 0,15 mm (100 mallas).
- Después de preparada enviarla al laboratorio para su respectivo análisis especificando (fecha hora, turno y elementos a determinar).

2.4. Metodología de preparación de la QT por el procedimiento ultrasónico.

- Se tomaran 375 ml de muestra del Tanque de contacto, llenando hasta el tope el recipiente suministrado.
- Posteriormente añadir esta muestra en el equipamiento ultrasónico para su tratamiento.
- Se le añade dentro del recipiente del equipo ultrasónico, 332 ml de licor de QT, con una concentración de 75 g/l y aproximadamente 35 CO_2 , para esto se utilizará un recipiente con este volumen, con este licor se lavará el recipiente con el que se toma la muestra para garantizar que todo el sólido se procese.
- Posteriormente de tratado, durante 5 minutos dentro del equipo ultrasónico, se trasvasa en una cantara, para agitar con un impelente que se encuentran en el laboratorio de la QT, de la Planta Piloto para su lixiviación.
- Se pone a agitar la pulpa durante 2 horas.
- Identificar en el papel HR3-3, turno, hora y día, para no confundir las cantaras.
- Terminada las dos horas de agitación, posteriormente se filtra al vacío y se lava la torta que se obtiene sobre el papel de filtro, primero 3 veces con NH_3 al 7% (50 ml), luego con NH_3 al 3% (50 ml), y se lava finalmente



con agua destilada (50 ml). No dejando en todo este procedimiento que el embudo se quede sin líquido.

- La torta de sólido filtrada se pone en la estufa durante dos horas secando a 110 ± 3 °C.
- Esta muestra después de secada, se tritura en un mortero y se clasifica en un tamiz de 0,15 mm (100 mallas), tratando de pasar toda la muestra por este tamiz.
- Después de preparada la muestra pulverizada, enviarla al laboratorio para sus respectivos análisis, especificando (fecha hora, turno y elementos a determinar).

2.5. Metodología experimental para los ensayos.

Los métodos experimentales utilizados, estuvieron dirigidos primeramente a determinar la composición de níquel, cobalto y hierro presentes en el mineral lixiviado, y utilizar luego estos datos para el cálculo del extractable de níquel y cobalto, ver anexos #: 3.

2.6. Métodos Estadísticos para el procesamiento de los datos.

Como se planteó en la introducción uno de los objetivos técnicos de la investigación es determinar si existen diferencias entre el método de recuperación de níquel y cobalto por el método actual y el método ultrasónico. Para dar cumplimiento a este objetivo es necesario aplicar métodos estadísticos que permitan realizar dicha comparación, estos métodos son:

1. Método Gráfico.
2. Prueba de hipótesis de Student para la comparación de medias de muestras independientes o muestras pareadas.



3. Prueba de hipótesis de la distribución normal para la diferencia entre medias.
4. Prueba de los signos.
5. Análisis de Varianza de Clasificación Simple o Clasificación Doble.
6. Análisis de Regresión.

Todos estos procedimientos aparecen bien explicados en la bibliografía consultada; FREUND, JE; SIMON, GA. 1992, CUE MUÑIZ, J. L. 1987; cada uno de ellos tienen sus características como:

- Los análisis de varianza se aplican cuando hay más de tres muestras a comparar o hay más de una variable independiente que influye en el fenómeno.
- La prueba de hipótesis de la distribución normal exige que las varianzas de la población de donde provienen las muestras sean conocidas o la suma de la cantidad de datos de ambas muestras debe ser mayor que 30.
- La prueba de hipótesis de Student, si las muestras son independientes, se debe realizar primeramente una comparación de varianzas a través de la prueba de Fisher, las varianzas deben ser desconocidas y el tamaño de ambas muestras debe ser menor que 30.
- La prueba de los signos exige que la cantidad de datos en cada muestra tiene que ser la misma, además no requiere del supuesto de la normalidad para la distribución de donde provienen los datos de las muestras, sin embargo, esta prueba es menos potente que las pruebas de Student y de la distribución normal.

Es importante señalar que el incumplimiento del supuesto de la normalidad no afecta algunos análisis estadísticos.



- Los gráficos permiten hacer una comparación rápida de ambas muestras pero este método es menos confiable que los anteriores, depende de la apreciación visual del investigador.

Teniendo en cuenta las características de las muestras tomadas en este trabajo se utilizan el método gráfico y la prueba de Student para la diferencia de medias, para muestras independientes.

2.6.1. Método Gráfico.

Existen diferentes gráficos que permiten comparar dos o más muestras como:

- Gráfico de Pastel.
- Gráfico de Barras.
- Histogramas.
- Diagrama de dispersión.
- Gráfico de Bigotes.

La selección del gráfico está sujeta en primer lugar al tipo de variable en estudio, la cantidad de variables y de datos por cada una de las variables.

2.6.2. Prueba de hipótesis de Student para la comparación de medias de muestras independientes.

Esta prueba permite determinar si una diferencia observada entre dos medias muestrales se puede atribuir a la casualidad, o si es indicativo el hecho de que las muestras son producto de poblaciones con medias desiguales.

Como se dijo anteriormente esta prueba se aplica siempre que las varianzas sean desconocidas, por lo tanto se debe estimar el valor de ellas, sin embargo para la aplicación de esta prueba hay que tener en cuenta si son iguales o desiguales.



Si $\sigma_x = \sigma_y$, el estadígrafo de la distribución de Student sería el siguiente:

$$t = \frac{\bar{X} - \bar{Y}}{S \sqrt{\frac{1}{n_x} + \frac{1}{n_y}}}, \quad (1).$$

Donde:

\bar{X} Media de la primera muestra, \bar{Y} media de la segunda muestra y S desviación estándar conjunta de ambas muestras.

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^{n_x} \frac{x_i}{n_x} \quad \bar{Y} = \sum_{i=1}^{n_y} \frac{y_i}{n_y} \quad (2 \text{ y } 3).$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_x} (X_i - \bar{X})^2 + \sum_{i=1}^{n_y} (Y_i - \bar{Y})^2}{n_x + n_y - 2}} \quad (4).$$

Si $\sigma_x \neq \sigma_y$, entonces el estadígrafo sería:

$$t = \frac{\bar{X} - \bar{Y}}{\sqrt{\frac{S_x^2}{n_x} + \frac{S_y^2}{n_y}}} \quad (5).$$

Donde:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_x} (X_i - \bar{X})^2}{n_x - 1}} \quad S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_y} (Y_i - \bar{Y})^2}{n_y - 1}} \quad (6 \text{ y } 7).$$



Según la bibliografía si las varianzas son diferentes la potencia de la prueba no se puede estimar, es decir estimar la probabilidad de aceptar una hipótesis falsa es imposible pues no se garantiza la aproximación de la misma.

Para ambos casos si el valor absoluto del estadígrafo es menor que el valor crítico se acepta la hipótesis de que no existen diferencias entre las medias de las muestras y las diferencias entre ellas se atribuyen a la casualidad, en caso que no sea menor se rechaza la hipótesis de que no existen diferencias y por tanto indica que las muestras provienen de poblaciones diferentes que se traduce a la presente investigación como que existen diferencias en los métodos aplicados para la obtención de níquel y cobalto.

2.6.3. Prueba de hipótesis de Fisher para la comparación de varianzas de muestras independientes.

En la prueba de Student se hicieron suposiciones sobre la igualdad o diferencias de las varianzas. La prueba de Fisher permite tomar decisiones acerca de estas suposiciones, el estadístico para esta prueba es:

$$F = \frac{\frac{S_x^2}{\sigma_x^2}}{\frac{S_y^2}{\sigma_y^2}} \quad (8).$$

Bajo la hipótesis de que las varianzas son iguales ($\sigma_x = \sigma_y$) el mismo se transforma en:

$$F = \frac{S_x^2}{S_y^2} \quad (9).$$

El valor del estadístico debe estar dentro del intervalo de los valores críticos para poder aceptar la hipótesis de igualdad de varianzas.



2.6.4. Determinación de la ecuación de regresión estimada.

En algunas ocasiones existen razones teóricas para suponer que la relación entre las variables en estudio, es de un determinado tipo. Unas veces la experiencia sugiere el tipo de relación y otras se carece completamente de información al respecto.

Cuando nos encontramos en al última alternativa se pueden utilizar dos métodos para obtener información, uno gráfico y otro analítico.

El método grafico, que no siempre puede ser utilizado, consiste en construir y examinar el diagrama de dispersión, es decir, el ploteo de los datos gráficamente. Este método resulta evidente que sólo podrá ser aplicado si Y se hace depender de una o la lo sumo dos variables explicativas. En tal caso el análisis del diagrama de dispersión resulta muy útil pues la forma que toma la nube de puntos nos puede dar una idea del tipo de relación existente entre las variables.

Cuando por cualquiera de estos métodos elegimos un tipo de relación funcional, se está de hecho estableciendo un supuesto sobre la forma específica de relación entre las variables, y como todo supuesto, deberá ser verificado. La prueba de hipótesis para verificar este tipo especial de supuestos suele hacerse a través de un análisis de varianza.

Supuestos del modelo de regresión.

Los métodos que serán explicados en el análisis de regresión requieren del cumplimiento de un conjunto de supuesto. Ellos, como veremos a continuación pueden establecerse indistintamente sobre la variable aleatoria que representa el error U_1 o sobre la variable aleatoria Y_1 .



Dicho supuesto son los siguientes:

1. Las perturbaciones o error aleatorio deben tener media igual a cero, o sea.

$$E(U_i) = 0, \text{ para } i = 1, 2, \dots, n.$$

2. La varianza de las perturbaciones debe ser constante e igual a σ^2 .

$$V(U_i) = E(U_i^2) = \sigma^2, \text{ } i = 1, 2, \dots, n.$$

3. Las perturbaciones deben ser independientes entre si, o sea.

$$\text{Cov}(U_i, U_j) = E(U_i U_j) = 0, \text{ para } \forall i \neq j.$$

4. Las perturbaciones deben distribuirse normalmente con media 0 y varianza σ^2 es decir.

$$U_i \rightarrow N(0, \sigma^2)$$

Si estas hipótesis se cumplen, sobre todo la 2^a, 3^a y 4^a, se presentan una serie de inconvenientes tal como veremos a continuación.

- Si logramos comprobar que hay independencia entre las perturbaciones o errores, entonces habrá ausencia de correlación y será válida la hipótesis 2, si por el contrario esto no ocurre la autocorrelación en las perturbaciones provocará los siguientes inconvenientes.
 - a. Los estimadores mínimos cuadráticos de los parámetros, son insesgados, pero no resultan óptimos, pues sus varianzas pueden alcanzar valores altos.



- b. Las varianzas muestrales de los estimadores mínimo cuadráticos manifiestan una seria sobrestimación de los parámetros correspondientes.
 - c. Las pruebas estadísticas t para los coeficientes y f para la significación de la ecuación de regresión estimada no tiene validez.
 - d. Las predicciones obtenidas a partir de la ecuación estimada, son ineficientes, no poseen varianzas mínimas y en ocasiones resultan bastante altas.
- En la tercera hipótesis se plantea que las varianzas de las perturbaciones no dependen de la observación correspondiente, sino que se mantienen constantes para todas las observaciones. Si esto se incumple, se dice que hay heterocedasticidad y se presentan los siguientes inconvenientes.
- a. Se aumenta las varianzas de los estimadores mínimos cuadráticos de los coeficientes de la ecuación de regresión.
 - b. Como consecuencia de la anterior las predicciones de Y no son eficientes.
 - c. Se invalidan las pruebas t y f debido a que no existe una única varianza $\sigma_{u_i}^2$ para todos los errores, sino en general, diferentes.
- Si se incumple el supuesto de multicolinealidad, esto constituye un serio problema en el análisis de regresión múltiple. La multicolinealidad consiste en una alta correlación entre las variables explicatorias, es decir, alguna variable es combinación lineal de las demás, por esto: $rg(X) < p$ y entonces $(X^T X)$ no tiene inversa y no podría aplicarse el método de los mínimos cuadrados ordinarios.

La xxxxx de este supuesto puede presentar las siguientes consecuencias.



- a. Confusión de los efectos de las variables explicatoria, lo que provoca una inadecuada expresión de la ecuación de regresión estimada.
- b. Posibles errores en la especificación del modelo, motivado por la exclusión de variables explicatorias que sus efectos se superponen a los de otras ya incluidas en la ecuación.
- c. Se incrementan las varianzas de los estimadores de los parámetros debidos a que en $\sigma_{u_i}^2 (X^1 X)^{-1}$, (matriz de varianzas y covarianzas de b) los elementos de $(X^1 X)^{-1}$ alcanzan valores altos debido a que $\det(X^1 X)$ es próximo a cero.

La bibliografía consultada, PUPO GONZALEZ, J. 2004.



CAPITULO III. ANALISIS DE LOS RESULTADOS.

El presente capítulo está destinado a presentar los resultados obtenidos en los diferentes ensayos, así como los análisis correspondientes a cada uno de ellos.

3.1. Resultados experimentales de la QT (condiciones ideales) y QTC (condiciones reales de trabajo), para el proceso normal y proceso ultrasónico, tabla No.1., 2 respectivamente.

Para la realización de los procedimientos de la QT (lixiviación potencial con condiciones ideales de 75 g/l NH₃ y 35 g/l CO₂)

Tabla No. 1. Condiciones ideales de trabajo.

Muestras de la QT.	Recuperación de Níquel [%].		Recuperación de Cobalto [%].	
	No.	QT Normal	QT con Ultrasonido	QT Normal
1	83,09	86,38	39,72	47,42
2	82,34	81,46	36,92	44,40
3	85,66	86,36	38,62	50,9
4	79,96	78,49	30,21	35,62
5	81,18	85,00	34,58	40,99
6	83,64	83,53	38,19	43,26
7	80,18	84,87	34,33	43,55
8	75,13	75,65	24,96	39,48
9	82,97	82,73	35,94	42,28
10	83,76	84,83	42,48	45,04
11	71,78	73,52	46,72	48,05
12	75,14	75,82	30,5	42,34
13	74,96	75,32	41,44	41,25
14	79,5	80,74	49,21	49,23
15	75,22	77,96	37,93	45,85
16	73,89	75,34	42,58	44,19



Tabla No. 2. Condiciones reales de trabajo.

Para la realización de los procedimientos de la QTC (lixiviación potencial con condiciones reales de 65 g/l NH₃ y 27 g/l CO₂)

No	% Ni QTC Proc. Normal	% Ni QTC Proc. Ultrasonido	% Co QTC Proc. Normal	% Co QTC Proc. Ultrasonido
1	17,73	26,77	-18,5	-10,37
2	24,41	27,51	-14,92	-5,41
3	22,07	34,18	-70,22	-64,89
4	20,28	44,24	-83,93	-70,55
5	45,16	75,04	-5,24	39,96
6	35,67	40,55	-5,66	-3,88
7	47,96	71,76	-1,35	27,26
8	67,11	68,14	0,27	18,18
9	77,35	77,79	46,17	52,79
10	72,65	69,72	60,49	56,88
11	57,65	67,17	15,78	31,87
12	49,64	63,52	23,39	28,07
13	63,78	65,04	-34,64	-35,78
14	36,08	38,65	-39,74	-39,17
15	61,25	64,89	-7,57	32,88
16	48,65	53,72	-70,46	-63,82
17	49,17	50,58	-66,37	-79,17
18	49,35	51,83	-81,39	-70,53

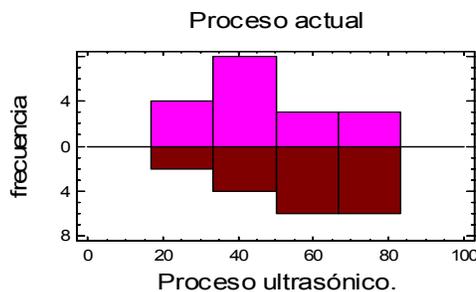
3.1. Análisis de los resultados estadísticos.

Para el análisis estadístico de los datos se utilizó el programa profesional de estadística **STATGRAPHICS plus 5.1**,

Primeramente se analizaron los datos en las condiciones reales de trabajo, el cual arrojó lo siguiente:

3.1.1. Comparación de los resultados del níquel en condiciones reales de trabajo.

Gráfico #: 1. Comparación de los procesos en la recuperación de níquel.



Al analizar el gráfico #: 1, se puede concluir que las diferencias que se aprecian pueden considerarse no son significativas, en la recuperación de níquel por uno u otro proceso. Como se planteó anteriormente este procedimiento no es suficiente para determinar con una confiabilidad determinada si las diferencias son o no significativas.

Gráfico #: 2 Probabilidad normal para el Ni.

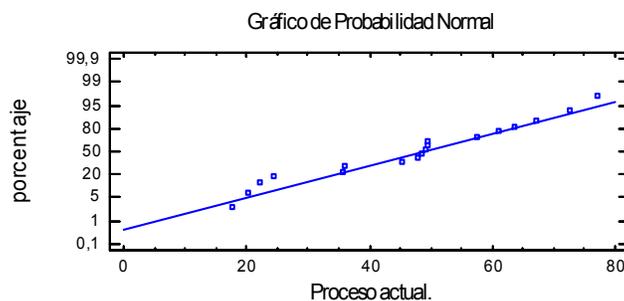
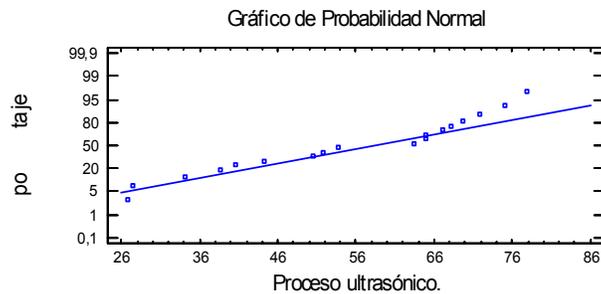


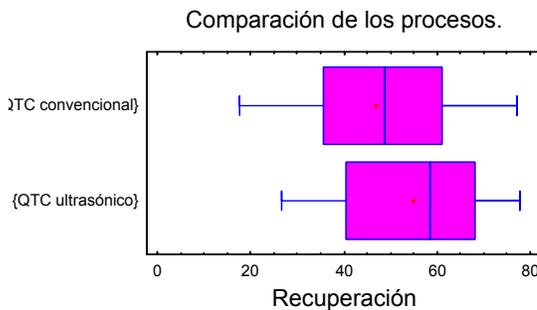


Grafico #: 3 Probabilidad normal para el Ni.



Como se aprecia en los gráficos #: 2 y 3 respectivamente, los valores de probabilidad normal de cada valor de las variables tienen una tendencia a estar sobre la línea de probabilidad o muy cercana a ella, lo que demuestra que las muestras fueron tomadas adecuadamente y se pueden realizar inferencias acerca de la población a partir de la muestra.

Grafico #: 4. Comparación de los procesos en la recuperación de níquel.



Según el grafico #: 4, se puede observar que para el proceso ultrasónico la media de las recuperaciones es mayor que la del proceso actual.



Tabla #: 3. Resumen estadística descriptiva para los dos procesos (evaluando al Ni).

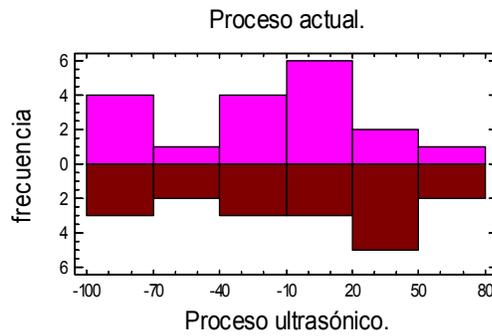
	Proceso actual	Proceso ultrasónico
Frecuencia	18	18
Media	46,9978	55,0611
Varianza	326,815	271,747
Desviación típica	18,078	16,4848
Mínimo	17,73	26,77
Máximo	77,35	77,79
Rango	59,62	51,02
Asimetría tipi.	-0,234037	-0,70226
Curtosis tipificada	-0,750128	-1,00195

En este caso se presenta el resumen de la estadística descriptiva del cual se toman los valores de la asimetría tipificada y de la curtosis tipificadas (coeficiente de exceso), según la teoría, la cual plantea que valores, para ambos indicadores, fuera del rango de -2 a +2 indican salidas significativas de normalidad que tendería a invalidar las pruebas de comparación de las varianzas; comprobada la normalidad se procedió a realizar la prueba de Fisher para la comparación de varianzas, (ver anexo #: 4), se aprecia que no se puede rechazar la hipótesis que no existen diferencias significativas entre las varianzas de ambas muestras.

Al comprobar que los datos cumplen con los requerimientos establecidos para la aplicación de la prueba de Student y que las varianzas son iguales se procedió a la aplicación de la misma la cual arrojó que (ver anexo #: 4.1), la hipótesis de que no existen diferencias significativas entre las medias de ambas muestras lo que significa que la recuperación de níquel por cualquier método, en condiciones reales, arroja los mismos resultados.

3.1.2. Comparación de los resultados del cobalto en condiciones reales de trabajo.

Grafico #: 5. Comparación de los proceso en la recuperación de cobalto.



Al analizar el histograma para el cobalto, al igual que el anterior, se puede concluir que las diferencias que se aprecian pueden considerarse no significativas, en la recuperación del cobalto por uno u otro proceso.

Grafico #: 6. Probabilidad normal para el Co.

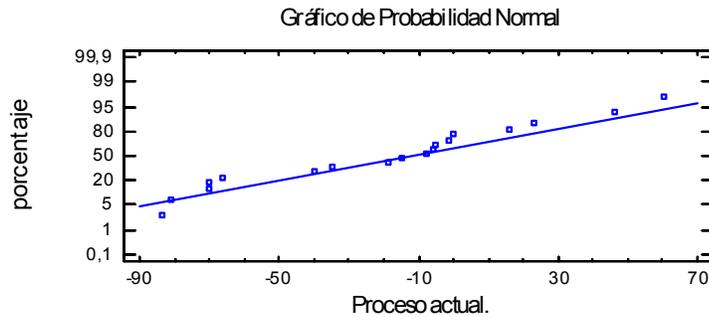
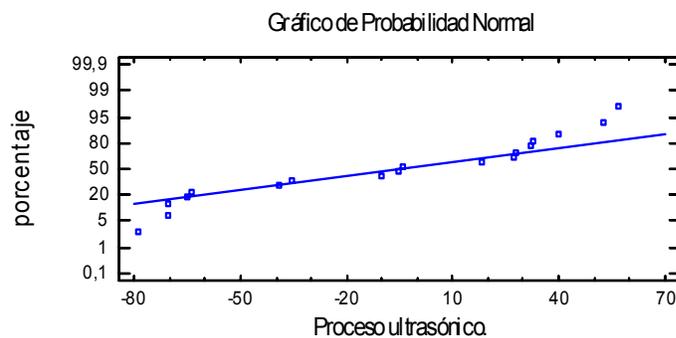


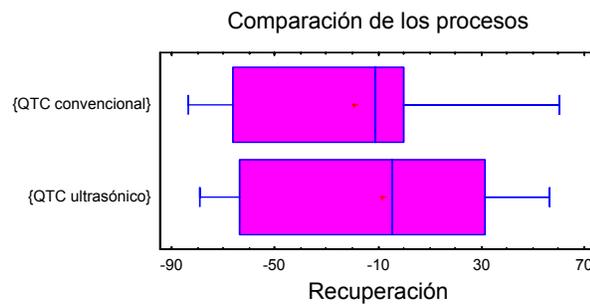
Grafico #: 7. Probabilidad normal para el Co.





En ambos gráficos se observa que los valores de probabilidad están sobre la línea de probabilidad normal o cercana a ella, lo que indica que se tomaron las muestras correctamente.

Gráfico #: 8. Comparación de los procesos en la recuperación de cobalto.



Se puede observar en este gráfico que la diferencia entre las medias de recuperación de cobalto por los dos procesos no es significativa, pero se verifica un incremento en el mismo por el método ultrasónico.

Tabla #: 4. Resumen estadística descriptiva para los dos procesos (evaluación del Co).

	Proceso actual	Proceso ultrasónico
Frecuencia	18	18
Media	-19,6606	-8,64889
Varianza	1827,11	2217,68
Desviación típica	42,7447	47,0922
Mínimo	-83,93	-79,17
Máximo	60,49	56,88
Rango	144,42	136,05
Asimetría tipi.	0,10533	-0,370459
Curtosis típicada	-0,623786	-1,31744

Al igual que en el caso anterior el criterio de la normalidad mediante la asimetría y la curtosis se cumple. En el anexo #: 4.2, se muestra la prueba de Fisher la que arrojó que las varianzas en ambas muestras son iguales.

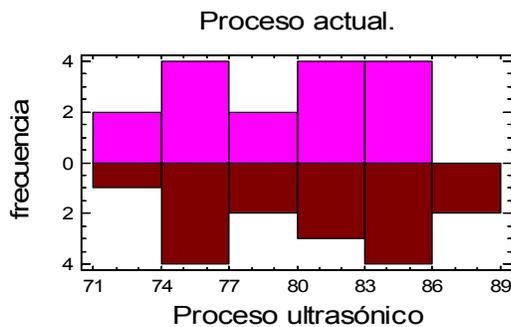
En el anexo #: 4.3, el resultado la prueba de Student que al igual que en el níquel plantea que no existen diferencias significativas entre las medias.

Teniendo en cuenta estos resultados se puede concluir que bajo condiciones normales la recuperación del níquel y del cobalto se puede realizar por cualquiera de los dos procesos, el actual y el ultrasónico.

3.2. Análisis de los resultados bajo condiciones estándar.

3.2.1. Comparación de los resultados del níquel.

Gráfico #: 9. Comparación de los procesos en la recuperación de níquel.



Se puede decir que las diferencias entre ambas muestras se pueden atribuir a la casualidad, sólo algunos elementos difieren, es decir, para el proceso ultrasónico se observa una mayor extracción de níquel para los contenidos mayores de 86 %, lo que no es significativo con respecto al otro proceso.

Gráfico #: 10. Probabilidad normal para el Ni.

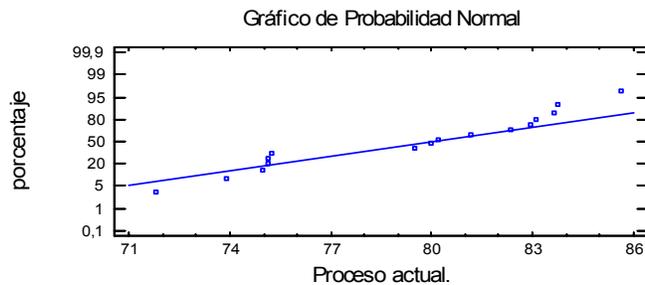
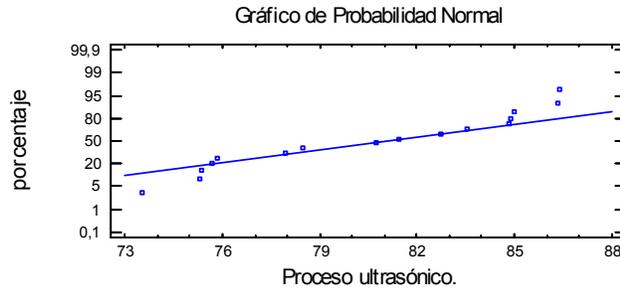
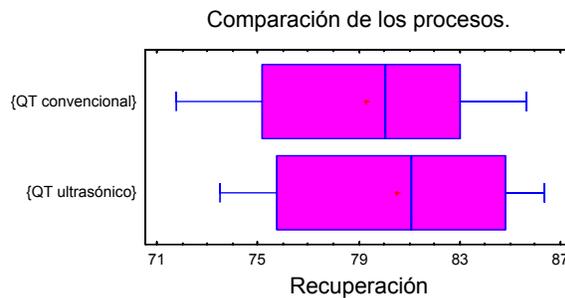


Grafico #: 11. Probabilidad normal para el Ni.



Como en caso anterior (condiciones reales para la recuperación del níquel) los valores de los gráficos #: 10 y 11 de probabilidad tienden a ubicarse sobre la línea de probabilidad normal o cercana a ella, lo que significa que las muestras provienen de poblaciones con distribución normal.

Grafico #: 12. Comparación de los procesos en la recuperación de níquel.



Para la recuperación de níquel en condiciones ideales de amoniaco y de dióxido de carbono se observa un incremento en la recuperación por el proceso ultrasónico, según se representa en el grafico #:12, la media del extractable de níquel es mayor por el proceso ultrasónico.

Tabla #: 5. Resumen estadística descriptiva para los dos procesos (evaluación del Ni).

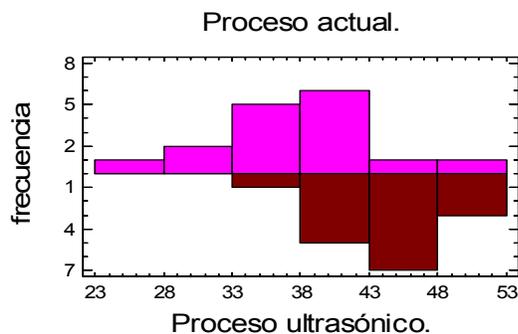
	Proceso actual	Proceso ultrasónico
Frecuencia	16	16
Media	79,275	80,5
Varianza	18,4681	20,0159
Desviación típica	4,29745	4,47391
Mínimo	71,78	73,52
Máximo	85,66	86,38
Rango	13,88	12,86
Asimetría tipi.	-0,454121	-0,218757
Curtosis típicada	-1,08875	-1,30138

La tabla #:5, corrobora la información dada por los gráficos anteriores al encontrarse los valores de los coeficientes de asimetría y de curtosis entre los valores de -2 y +2.

En los anexos #: 4.4 y 4.5, respectivamente, se muestran las pruebas de Fisher y de Student, donde se muestra que no existen diferencias significativas entre las medias de ambas muestras.

3.2.2. Comparación de los resultados del cobalto en condiciones estándar de trabajo.

Gráfico #: 13. Comparación de los proceso para el cobalto.



Al analizar el gráfico #: 13, se puede observar que el comportamiento de los histogramas no es el mismo para ambos métodos de recuperación, por lo tanto



las diferencias no se deben atribuir a la casualidad; siendo los valores obtenidos por el método ultrasónico mayores que los del método actual.

Grafico #: 14. Probabilidad normal para el Co.

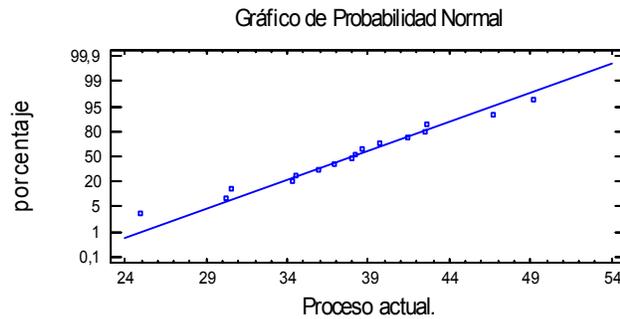
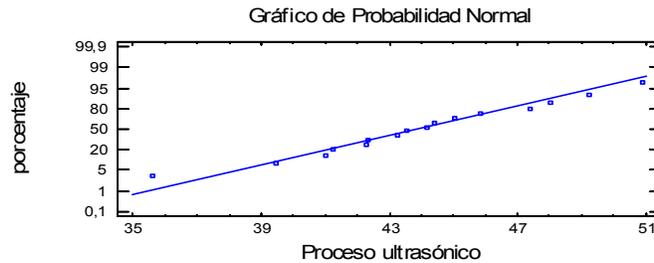


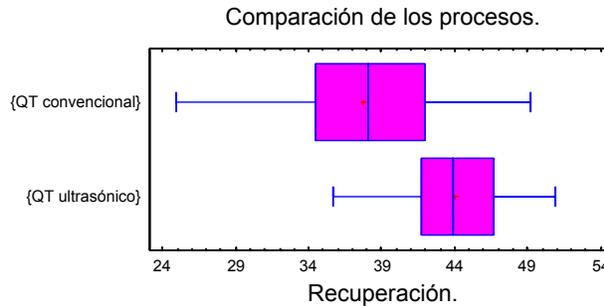
Grafico #: 15. Probabilidad normal para el Co.



Como en caso anteriores los valores de probabilidad tienden a encontrarse sobre la línea de probabilidad normal o cercana a la misma lo que indica que las muestras provienen de poblaciones con distribución normal.

En los anexos #: 4.6 y 4.7 respectivamente, se muestra la prueba de Fisher y de Student, este anexo, como lo indica el resultado de dichas pruebas, plantea que la diferencia de las medias de las muestras son significativas, corroborando lo planteado anteriormente.

Gráfico #:16. Comparación de los procesos en la recuperación de cobalto.



Por este procedimiento, es decir, en condiciones ideales de trabajo, se observa en el gráfico #:16, que para el proceso ultrasónico la media del extractable de cobalto es significativamente mayor que para el proceso actual.

Tabla #: 6. Resumen estadística descriptiva para los dos procesos (evaluación del Co).

	Proceso actual	Proceso ultrasóni
Frecuencia	16	16
Media	37.7706	43.9906
Varianza	38.3117	14.7668
Desviación típica	6.18965	3.84276
Mínimo	24.96	35.62
Máximo	49.21	50.9
Rango	24.25	15.28
Asimetría tipi.	-0.268611	-0.322965
Curtosis típicada	0.18705	0.304338

3.3. Determinación de la ecuación de regresión para cada procedimiento.

Aunque la recuperación de níquel y cobalto por el método convencional y ultrasónico son independientes se hace necesario buscar un modelo que relacione los valores de recuperación por el método ultrasónico y el método convencional para que sirva como una estimación teórica de lo que pueda suceder si se introduce en la práctica el método ultrasónico.



En la presente tabla #: 7, se muestran las ecuaciones de regresión por el modelo lineal $Y = a + b * x$ para poder estimar los resultados teóricos que se obtengan en las experimentaciones por el procedimiento ultrasónico a partir de los datos experimentales que se obtengan por el procedimiento convencional.

Donde:

Y: es la recuperación de níquel y cobalto que se obtiene por el proceso ultrasónico.

X: es la recuperación de níquel y cobalto que se obtiene por el proceso actual o convencional.

a: es la intersección de los puntos.

b: es la pendiente.

Tabla #: 7. Ecuaciones de regresión para cada procedimientos.

Procedimientos.	QT (condiciones ideales).	QTC (condiciones reales).
Recuperación de Ni %	$\%Ni_{Ultr.} = 4,10 + 0,96 * \%Ni_{Conv.}$	$\%Ni_{Ultr.} = 18,25 + 0,78 * \%Ni_{Conv.}$
Coef. de correlación	0,92	0,86
Recuperación de Co %.	$\%Co_{Ultr.} = 27,45 + 0,44 * \%Co_{Conv.}$	$\%Co_{Ultr.} = 11,95 + 1,05 * \%Co_{Conv.}$
Coef. de correlación.	0,71	0,95

Para determinar estas ecuaciones se utilizó el programa profesional de estadística **STATGRAPHICS plus 5.1**, para ver los análisis, ver anexo #:4.8.

3.4. Conclusiones.

Una vez realizado los diferentes análisis por diferentes métodos estadísticos se llegó a las siguientes conclusiones.

1. En condiciones estándar el método ultrasónico es más efectivo que el tradicional (actual) para la recuperación del cobalto.
2. Se comprobó que para el níquel el proceso ultrasónico en condiciones ideales de trabajo, no existe una gran diferencia en la recuperación con respecto al proceso actual.



3. En condiciones reales de trabajo se observó que no existen grandes diferencias en la recuperación del níquel y cobalto en comparación con los dos procesos en estudio, pero se aprecia un aumento del contenido de los dos minerales por método ultrasónico.
4. Se observó que las medias de extracciones de níquel y cobalto por el método ultrasónico es mayor que la del método actual.



CAPITULO IV. VALORACION ECONOMICA.

Este estudio tiene como objetivo determinar los costos estimados de capital de inversión-operación de la técnica ultrasónica en una planta de Lixiviación a escala industrial, así como una pre-factibilidad de la investigación, todo esto a partir de los costos estimados, partiendo de las evaluaciones experimentales efectuadas a escala de Laboratorio.

Este breve estudio de pre-factibilidad, es una primera aproximación para conocer si la investigación cuenta también con viabilidad económica, permitirá obtener información para la toma de decisiones respecto a la ejecución o no del trabajo de investigación de inversión.

Los criterios de diseño, se obtuvieron durante los experimentos realizados a escala de laboratorio, por el equipo de investigación que nos ofertaron la firma Alemana **FRITSCH**, basados en estos se calculó y seleccionó el equipamiento para la operación continua y eficiente del proceso de lixiviación a estimar, no obstante, se considera lo suficientemente completa, la variante ofertada por la firma Rusa **INLA**, necesaria para el incremento de la recuperación de Ni y Co, con valores a los obtenidos en nuestros primeros experimentos a escala de laboratorio, pero de pulpas generadas a escala Piloto.

Pues, los resultados finales para estimar los incrementos de la recuperación del Ni y Co, con respecto al aplicar el procedimiento convencional de QT, y el procedimiento ultrasónico, se estimó seleccionar sólo los resultados con las recuperaciones, donde se realizaron los experimentos a partir de las pulpas amoniacales generadas a escala Piloto (2007 – 2008). Ver resultados en la tabla #: 8.



Tabla #: 8. Recuperación de níquel y cobalto (%)

Muestras de la QT.	Recuperación de Níquel [%].		Recuperación de Cobalto [%].	
	QT Normal	QT con Ultrasonido	QT Normal	QT con Ultrasonido
No. 1	83,09	86,38	39,72	47,42
2	82,34	81,46	36,92	44,40
3	85,66	86,36	38,62	50,90
4	79,96	78,49	30,21	35,62
5	81,18	85,00	34,58	40,99
6	83,64	83,53	38,19	43,26
7	80,18	84,87	34,33	43,55
8	75,13	75,65	24,96	39,48
9	82,97	82,73	35,94	42,28
10	83,76	84,83	42,48	45,04
11	71,78	73,52	46,72	48,05
12	75,14	75,82	30,50	42,34
13	74,96	75,32	41,44	41,25
14	79,5	80,74	49,21	49,23
15	75,22	77,96	37,93	45,85
16	73,89	75,34	42,58	44,19
Promedio	79,28	80,50	37,77	43,99
Diferencia.		1,22		6,22

Se muestra las diferencias de recuperación del Ni y Co, al comparar los procedimientos, después de un tamizado, exponemos los valores lógicos, independientemente de este tamizado, en la tabla #: 8.

4.1. Equipamientos principales.

A escala de laboratorio: se utilizó: Baño Ultrasonico de la firma Alemana FRITSCH, Type Laborette 17, (Ultrasonic-cleaner), de 35 kHz de frecuencia; 80/160 W; 220 V; 0,7 A; 50 – 60 Hz, Foto N^o 1.



La evaluación de escalado continuo, se ha realizado para un equipamiento de fabricación Rusa (INLA). El equipamiento y los costos han sido actualizados por la propia firma, en su oferta para el año 2008, ver anexo #: 5.

Para los estudios económicos preliminares, se ha tomado el precio del níquel y cobalto reportado [Boletín Ni-Co, No. 21, 29/5/2009], el mismo fueron seleccionado de los datos de la cotizaciones de los elementos de Ni y Co a nivel internacional, la libra de níquel, a precios de 6.25 USD y el cobalto con calidad 99.3 %, a 13.30 USD/Lb.

Partiendo que en una planta de 30 000 t/a, se obtiene actualmente en lixiviación 31841,93 t/a Ni y 1130,30 t/a Co producidas, con un total de 32972.23 t/a

Significa que, si ocurre un incremento del Níquel en un 1.22 % más de la producción al aplicar el procedimiento ultrasónico, con respecto al convencional, se deduce que se incrementan aproximadamente 388,47 t/a.

Para el cobalto se incrementa en un 6.22 % al aplicar el nuevo procedimiento ultrasónico, con respecto al convencional, se deduce que se incrementa aproximadamente 70,30 t/a.

El efecto económico, al aplicar la tecnología de procesamiento de las pulpas lixiviadas, por el procedimiento ultrasónico en "ON LINE", el cual producirá un aumento con relación a la producción anterior, de 458,78 t/a en su conjunto; es decir:

Para el Níquel:

$$6,25 * 388,47 * 2173,91 = 5\ 278\ 146,01 \text{ USD/ a}$$

$$\frac{\text{USD}}{\text{Lb}} * \frac{\text{Lb}}{\text{a}} = \text{USD/ a}$$

Para el Cobalto:

$$13,30 * 70,30 * 2173,91 = 2\ 032\ 721,69 \text{ USD/ a}$$

Donde:

2 173,91: es lo que equivale una tonelada en libra. Para convertir este valor se tomo 0,460 (esp.) que equivale a un kilogramo, **CASTRO. R F.** 1982.



El probable efecto económico total sería de **7 310 867, 70 USD/a**

En cambio el Costo de Inversión del equipamiento total es de **444 831,96 USD**.

Asumiendo el aumento del coste de producción actual, en lixiviación es aproximadamente de **2 477 486 USD/año** para convertir el licor en un producto final. De este modo, este valor, deberá reducirse por el uso racional de los agentes lixiviantes, principalmente de CO₂, al introducirse el procedimiento ultrasónico, por el no usos de floculantes, entre otros aspectos, que no se tomaron en cuenta, pero que son complementarios, además de la posibilidad de eliminar equipamientos en el sistema de lixiviación.

Efectivamente, de este valor se deberá deducir el gasto de la inversión de la instalación, es decir, la modificación tecnológica en el circuito actual de lixiviación, las cuales no deben de alcanzar valores superiores a los **444 831,96 USD**, y el consumo energético anual total, de todos los equipos a montar en cada línea, es de: **204 480 kW/año** que equivale a **3 067,2 USD/año**.

4.2. Cálculo del flujo efectivo.

Según los parámetros de rentabilidad de la aplicación de estas invenciones, el flujo efectivo durante el primer año es igual a:

$$FE = \text{Incremento Valor de Producción} - \text{Gastos totales}$$

$$FE = 7\,310\,867,70 - 6\,416\,163,97$$

$$FE = 894\,703,73 \text{ USD/a}$$

Este flujo se descuenta el impuesto sobre ingreso.

$$FE_R = 894\,703,73 - 313\,146,31$$

$$FE_R = 581.557,42 \text{ USD/a}$$

Tabla #: 9. Valoración económica del proyecto.

Tasa	VAN.	TRI 1	TRI 2	Flujo (\$)	TIR
0,05	\$3.789.595,74	42307,46	569797,19	-511556,75	
0,06	\$3.555.430,68	37082,33	554666,36	581557,42	114%
0,065	\$3.445.221,44	34506,56	547242,06	581557,42	

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



0,07	\$3.339.307,70	31954,86	539909,64	581557,42	
0,075	\$3.237.488,83	29426,90	532667,50	581557,42	
0,08	\$3.139.574,91	26922,34	525514,10	581557,42	
0,085	\$3.045.386,11	24440,87	518447,90	581557,42	
0,09	\$2.954.752,05	21982,17	511467,42	581557,42	
0,095	\$2.867.511,29	19545,92	504571,19	581557,42	
0,1	\$2.783.510,79	17131,81	497757,78	581557,42	
0,15	\$2.093.169,92	-5854,65	433886,32	581557,42	
0,2	\$1.605.505,43	-26925,57	376933,76	581557,42	
0,25	\$1.251.916,75	-46310,81	325885,94	581557,42	
0,3	\$989.500,77	-64204,89	279911,93	581557,42	
0,35	\$790.664,10	-80773,48	238325,25	581557,42	
0,4	\$637.195,26	-96158,59	200554,38	581557,42	
0,50	\$420.925,27	-123851,80	134618,16	581557,42	
0,60	\$280.556,39	-148083,36	79087,51	581557,42	
0,70	\$185.363,85	-169464,15	31766,79	581557,42	
0,80	\$118.530,02	-188469,30	-8976,26	581557,42	
0,90	\$70.296,96	-205473,90	-44377,66	581557,42	
1,00	\$34.716,37	-220778,04	-75388,69	581557,42	

Donde:

$$VAN = -Inversión + \sum_{K=1}^t \frac{F_K}{(1+i)^K}$$

F_k : Flujo de efectivo para cada uno de los años que dura el proyecto.

t: Plazo que dura el proyecto (tiempo).

i: tasa de descuento del proyecto.

TIR: Tasa interna de recuperación (es la tasa (i) que avala el VAN o que soporta el proyecto.).

TRI: Tiempo de retorno de la inversión.

Como la F_k es constante, entonces.

$$\sum_{K=1}^t \frac{F_K}{(1+i)^K} = \frac{Inversión}{F_K}$$



4.3. Análisis de los resultados.

El objetivo fundamental de esta investigación, desde el punto de vista económico, se desprende que los principales indicadores de rentabilidad del proyecto, son positivos ($VAN \geq 0$), con un período de recuperación de la inversión menor o igual a 1 año, después de acoplada la instalación al sistema.

En este caso para un precio del cobalto de \$ 13.30 USD/lb y níquel \$ 6,25 USD/lb, lo que se concluye que la investigación propuesta es viable. Se considera que el periodo de recuperación de la inversión con el uso del procedimiento ultrasónico y su técnica, como se plantea en la investigación, se estima en:

PRD \approx 1 año, para una Tasa Interna de Retorno de: TIR = 114 %. Lo que demuestra que la investigación aguanta cualquier cambio que se realice en el mercado, manteniéndose los costos de producción según los actuales.

La generalización de esta invención, permitirá su uso en todas las restantes series de lixiviación y plantas metalúrgicas, con un incremento en la producción y una mejora sustancial en el producto final de calcinación, sínter, sulfuros y en los residuales del proceso, básicamente, debido a los bajos contenidos del níquel y cobalto en dicha materia prima, para una futura siderurgia.

Se considera que la propuesta debe ser valorada por diversos especialistas del proceso carbonato-amoniaco, fundamentalmente debido elevada recuperación de Ni y especialmente el cobalto, bajos costos de inversión, rentabilidad y eficiencia a obtener por dicha tecnología con el desarrollo del procedimiento-técnica ultrasónica. Ver ficha de costo en el anexo #: 6.



CONCLUSIONES.

- Se realizó un estudio del análisis de la recuperación de níquel y cobalto en el proceso de lixiviación, por el procedimiento convencional y ultrasónico.
- Se comprobó estadísticamente que en condiciones ideales de trabajo (alta concentración de amoníaco y dióxido de carbono) la recuperación de cobalto por el procedimiento ultrasónico es mayor significativamente que el convencional.
- Se comprobó económicamente que la investigación es factible, ya que el periodo de recuperación es menor a un año, el valor anual neto es positivo, y la tasa interna de retorno es de 114 %, lo que demuestra que la investigación soporta cualquier variación de las tasas en el mercado.



RECOMENDACIONES.

1. Seguir investigando en la aplicación del proceso ultrasónico en la industria metalúrgica.
2. Que la investigación debe ser valorada por diversos especialistas del proceso carbonato-amoniaco, fundamentalmente debido a la elevada recuperación de Ni y especialmente el cobalto, bajos costos de inversión, rentabilidad y eficiencia a obtener por dicha tecnología con el desarrollo del procedimiento-técnica ultrasónica.



BIBLIOGRAFIA.

1. ACTOR, W.I., "Exposure to Industrial ultrasound: hazards, appraisal and control", *Journal Occupational Medicine*, 1983, 33, 107-113.
2. ARREBOLA A. M. Conferencias del proceso de lixiviación, soporte magnético CIL. Impreso en 1986.
3. B. AGRANAT, M. DUBROVIN, N. JAVSKI, G. ESKIN. "Fundamentos de la Física y la Técnica de los ultrasonidos", Editorial Mir Moscú, 1990.
4. CARON, M. H. "Ammonia Leaching of Nickel and Cobalt Ores" *Trans. AIME*, 188, January 1950, *Journal of Metals*, p. 67 – 90.
5. CARON, H. M. "Algunos aspectos en conexión con la aplicación del proceso de lixiviación amoniacal", *Journal of metal* Vol.5, 1950.
6. CASTRO. R F. Gaceta Oficial de la Republica de Cuba, ley numero 62. La Habana, jueves 30 de diciembre de 1982.
7. CAPOTE F. N. Determinación de la distribución de níquel en las macrofases del mineral lateríticos. *Minería y Geología*. Vol.9, N^o 1, ISMM, 1993.
8. CUE MUÑIZ, J. L. Estadística. Parte II. Ciudad de la Habana, 1987. 358 p.
9. CHANG, A.; BOBKOVSKI, A. G. "Estudio experimental de la hidrólisis de los iones de hierro durante la lixiviación carbonato amoniacal de los minerales de níquel previamente reducidos", *Revista Minería y Geología*. Vol. 2, No. 2. Pág. 75-79. 1993.
10. CHANG, A. ¿Cómo extraer más cobalto sin afectar níquel en la lixiviación carbonato amoniacal de menas lateríticas reducidas? *Revista Minería y Geología*. Vol. XVII, No. 2 y 4. Pág. 47-53. 2000.
11. DAS, R. P., ANAND, S., DAS, S.C. AND JENA, P.K. "Leaching of manganese nodules in ammoniacal medium using glucose as reductant". *Hydrometallurgy* 16, (1986). Pág. 267 – 272.



- 12.F. VEGLIO AND L TORO. "Fractional factorial experiments in the development of manganese dioxide leaching by sucrose in sulphuric acid solutions", Italy, Hidrometallurgy 36 (1994). Pág. 215 –230, ELSEVIER.
- 13.FREUND, J E; SIMON, GA. Modern Elementary Statistics. Eighth Edition, Pretince Hall. New Jersey. 1992.
- 14.HAVER; P.F. "Study of the Nicaro Leaching and Washing circuit", Nickel Processing Corporation Pilot Plant Department, Nicaro, 1953.
- 15.HILL, C.R., HAAR, G. "Non-ionizing radiation protection", Copenhage. W. H. O. Regional Publications europeais Series, nº 10, 1982.
- 16.KONOIUK I. Reducción y reoxidación de los óxidos de hierro y minerales oxidados de níquel, Reporte de Investigación N^o 5, CIPIMM, 1970.
- 17.KRASHOUSKI; I. G. "Extracción de cobalto en el proceso Caron", Depto. Inv. Nicaro, conferencia, 1971.
- 18.LOPEZ GARCIA, VICTORIANO. "Acústica", Madrid. Index, 1970.
- 19.MANUEL GÓMEZ-CANO HERNÁNDEZ. "Ultrasonidos: exposición laboral ", Centro Nacional de Nuevas Tecnologías, España, 2005.
- 20.MISUT, V. I. "Problema de la realización práctica de la lixiviación amoniaca de los minerales lateríticos", planta niquelífera de Sered", RSCME, 1972.
- 21.MIRANDA LÓPEZ J Y MIRANDA G. J. R. "Influencia de los parámetros tecnológicos y la composición químico-mineralógica de los minerales, en el proceso de extracción del cobalto en la tecnología carbonato-amoniaca", Revista Cubana de Química, No. 2, Vol. XIV, 2002. Pág. 3-7.
- 22.MIRANDA LOPEZ, J. "Fundamentación minero-metalúrgica, a partir del enfoque químico-magnético, y su influencia dentro del proceso de postcombustion en la tecnología Caron", Informe Tecn., CEINNIQ, Moa, 09/2007.



23. MIRANDA LOPEZ, J. “Dictamen técnico sobre la conformación del anteproyecto: “Incremento de las extracciones de níquel y cobalto, y la disminución del consumo de combustible en el procesamiento con mineral de Pinares de Mayarí”, Informe Tecn., CEINNIQ, Moa. 10/2007.
24. MIRANDA LOPEZ, J. “Aumento de la eficiencia metalúrgica, aplicaciones del método ultrasónico en la Industria cubana del Ni y Co”, Obra literaria, Derecho de Autor No. 2007-0354, CENDA, C. Habana. 10/2007
25. MIRANDA LOPEZ, J.; CIRO SAM POLANCO y MIGUEL PELEGRÍN RODRÍGUEZ. “Procedimiento para el incremento de la recuperación del níquel y del cobalto, en las pulpas lixiviadas de la tecnología carbonato-amoniaco”, Solicitud de Patente No. 2007-0284, Oficina Cubana de Propiedad Industrial, OCPI, C. Habana, 12/2007.
26. OSSEO-ASARE K. Ammonia hydrometallurgy, thermodynamics of dissolution and adsorption phenomena in oxide systems, Ph. Thesis, University of California, 1975.
27. OSSEO-ASARE K. Equilibrio heterogéneo en el sistema de lixiviación amoniaco, International Laterite Symposium, New Orleans, AIME, N.Y., 1979.
28. PUPO GONZALEZ, J. Et al. Análisis de Regresión y Series cronológicas. Editorial Félix Varela. La Habana. 2004. 392 p.
29. Precios Ni - Co, “Noticias del mercado internacional”, Boletín No 21, Dirección de Exportaciones, Grupo Empresarial CUBANIQUEL, mayo 29/2009. ☐.
30. ROJAS, P. A., Lapin A., Fernández; M.E. Valoración Mineralógica del material procesado en la fábrica Ernesto Guevara. Revista Minería y Geología. No.2/93, 1993.

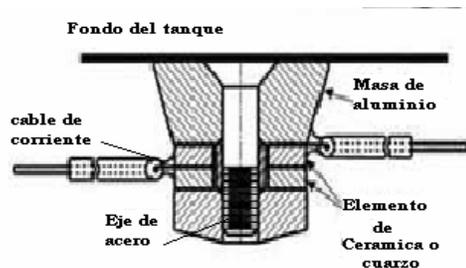


31. ROJAS, P. A. Principales fases mineralógicas portadoras de níquel en los horizontes lateríticos del yacimiento Moa. Tesis en opción al título de Dr. C., ISMM, 1995.
32. ROJAS, P. A. Evidencias a favor de que la Goethita es la principal portadora de níquel en los horizontes lateríticos de las cortezas ferroniquelíferas, Informe técnico ISMM, 2003.
33. ROJAS; A; L. GARLOBO, Y. SALAZAR Y A. GARCÍA. “Efecto de la floculación magnética sobre las extracciones de níquel y cobalto”, Inf. Técnico, CEINNIQ, Nicaro, 2004.
34. TIELY, R. Zur System $\alpha\text{FeO OH} - \alpha\text{AlO OH}$, Z. Anorg. Chemie, 1963.
35. TORO, L., AND VEGLIOF. Italian Patent. 20334 (1990).
36. TURRO, B. A. Estudio del Hidrotransporte de las Colas en el Proceso Carbonato Amoniacal, Tesis Doctoral, ISMM, 2003.
37. SINNECKER, H. Sobre algunas posibilidades del desarrollo de la producción de níquel y cobalto en Cuba. Academia Alemana de Ciencias en Berlín, 1969.
38. SCHELLMANN, W. Comportamiento de níquel, cobalto y cromo en minerales de níquel lateríticos ferruginosos, Bulletin B.R.G.M, N^o. 2, 1978.
39. VEGLIO, F., SCHIPPA, G. AND TORO, AND TORO, L. “Leaching of pyrolusite concentrate of industrial interest using sucrose in sulphuric acid solution”, Proceeding 4 th Symposium on Mining Chemistry (MinChem’92), (Kiev, The Ukraine, 6-9., 1992), pp. 369 – 370.

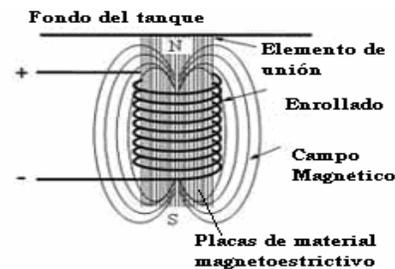
ANEXOS.

Anexo #: 1.

Transductor Piezoeléctrico



Transductor Magnetoestrictivo



Anexos. #:1.1.

POSIBLES EQUIPOS Y SISTEMAS INDUSTRIALES POR ULTRASONIDOS

Se clasifican en Equipos:

Monocubas:

Consisten en equipos de pequeños monocubas de 50 a 600 litros para desengrase y desincrustación actualmente aplicados a piezas de mecanizado, electrónica, moldes, para la limpieza de grandes piezas de mecanizado, motores de barco o cogeneración, intercambiadores de calor, galvanotecnia, etc. Generalmente son equipos de un menor escalado, como por ejemplo para un laboratorio.

Multietapa:

Consisten en línea de sistemas; limpieza-aclarado y limpieza-aclarado-secado, variando la capacidad de las cubas y la cantidad de estas de acuerdo a las necesidades de limpieza.

Para procesos continuos se construyen equipos con el proceso de carga y descarga automatizado, equipos con plataforma de carga neumática y opción de bateo. Plataforma de carga hidráulica para grandes pesos, etc. Ejemplo de ellos: Modelo Ultrasonic Carpet Cleaner 2300, EE.UU.

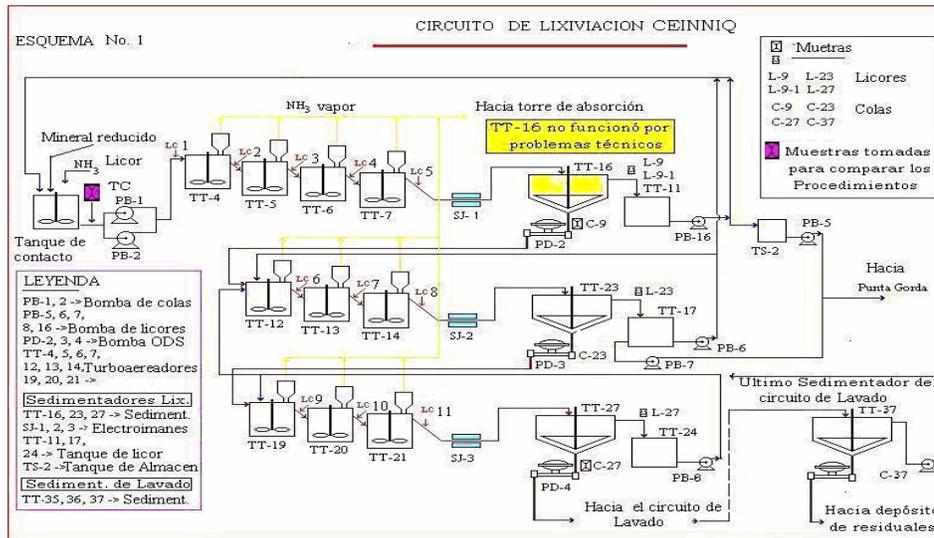
La anchura máxima de la cuba es de 2300mm y la velocidad de 1,5 metros /

minuto. Este equipo nos da un rendimiento de 3 m² al minuto, con una calidad de limpieza excepcional.

El equipo controla automáticamente la recarga de agua para la cuba de limpieza.

Anexo #: 2.

Esquema tecnológico del proceso de lixiviación.



Anexo #: 2.1.

Diagrama de Ishikawa.

Este diagrama nos muestra los factores que influyen en la recuperación de Ni y Co de las pulpas lixiviadas y la influencia que genera el cambio granulométrico por medio ultrasónico.

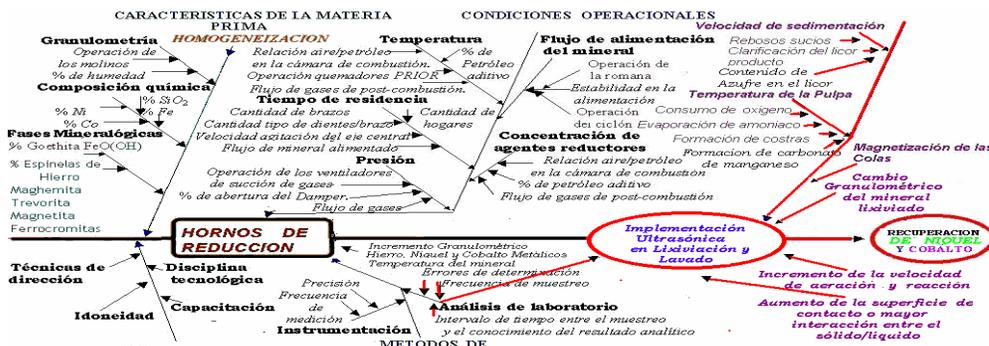


Diagrama de Ishikawa. Factores causales que influyen en la recuperación de Ni y Co de las pulpas lixiviadas y la influencia que genera el cambio granulométrico por medio ultrasónico.

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



Anexo #: 3.

Determinación de la composición de Ni y Co en minerales naturales y minerales lixiviados por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

Este método se emplea para la determinación espectrofotométrica por absorción atómica de la composición de níquel y cobalto en minerales naturales y minerales lixiviados, además es posible la determinación de los contenidos de los siguientes elementos Cu, Zn, Mn, Fe. La medición espectrofotométrica del níquel se realiza a una longitud de onda de 232nm y el cobalto a 240,7 nm, utilizando lámparas de cátodo hueco de níquel, cobalto y como fuente de atomización la llama.

La muestra debe secarse a una temperatura de 107 grado por espacio de una hora. La granulometría de la misma debe ser menor igual de 100 a 200 mesh Este método es aplicable a minerales naturales y a minerales lixiviados cuyo contenido sea:

MineralesNi: 0.1 – 2 % Co: 0.001 – 0.5 %

Reactivos:

Mezcla de HNO₃ y HCl (1: 3), 5 ml

Ácido Clorhídrico (1:1), 20 ml

Técnica experimental.

1. Se pesa en balanza analítica 0.5 g de muestra, se transfiere a un beaker de 250 ml.
2. Se mide con probeta los 20 ml de la mezcla y se le añade a la muestra, esto debe ser bajo campana y con cuidado.
3. Reducir volumen hasta aproximadamente 5 ml.
4. Se mide con probeta 10 ml del HCl (1:1), se le añade y se lleva a ebullición por 1 min.
5. Transfiere la muestra cuantitativamente con ayuda de un frasco lavador a un volumétrico de 100 ml.



6. Agite la muestra. Filtre la solución a través de papel de filtro rápido y haga diluciones necesaria
7. Calibrar el equipo de Absorción Atómica con el estándar y patrones de referencia requeridos para ambos elementos y realizar la lectura.

% Ni = ppm * Factor de dilución

% Co = ppm * Factor de dilución

Determinación Volumétrica de la composición de hierro en minerales y minerales lixiviados.

El Método del Dicromato de potasio es aplicable a muestras en las cuales el contenido de hierro sea mayor de un 5%, para minerales el contenido esperado es de 38 – 44 %, mineral lixiviado mayor de 48%. El fundamento del método es el siguiente: la muestra disuelta con la mezcla de ácido clorhídrico, nítrico, el hierro es reducido por la adición del cloruro estannoso y valorado cuantitativamente con solución de Dicromato de potasio en medio ácido. Empleando Di fenilamina Sulfunato de Sodio como indicador.

El exceso del agente reductor empleando es eliminado por la adición de cloruro mercúrico.

La reacción fundamental es:



Para la realización del análisis se debe tener en cuenta el secado del material a utilizar para los minerales y mineral lixiviados, se debe secar a una temperatura de 107 grado por espacio de una hora, la granulometría para el análisis debe ser de 0.07 mm.

El Cloruro Estannoso debe prepararse antes del análisis en pequeñas cantidades ya que el mismo se descompone.



Reactivos

Mezcla de HNO_3 / HCl (1: 3), 20 ml

Ácido Clorhídrico (1: 1), 20 ml

Mezcla de H_2SO_4 y Fosfórico (12:13), 10 ml

Solución de Cloruro estannoso (50 g/l), 1 ml

Solución de Cloruro de mercurio II (40 g/l), 10 ml.

Solución de Dicromato de potasio (0.0358 mol/l)

Difenil - Amina - Sulfanato de sodio, 1,5 ml.

Metodología experimental.

1. Secar la muestra a $105-110\text{ }^\circ\text{C}$ por espacio de una hora (Colocando la muestra en un pesafiltro, el mineral de alimentación durante 2 h y el Reducido durante 1 h).
2. Con una espátula pese en el platillo de pesar 0.5 g de la muestra y transfírela cuantitativamente a un beaker de 250 ml.
3. Con una probeta de 25 ml añada 20 ml de mezcla de ácido y tápelos con un vidrio de reloj a la muestra que esta pesada en el beaker.
4. Colocar la muestra en la plancha hasta que el fondo del beaker comience a verse (hasta 5 ml aproximadamente).
5. Con una probeta añada a la muestra 10 ml de HCl (1:1) y póngala nuevamente en la plancha.
6. Con un policia después de enfriada la muestra, se frota las paredes del beaker hasta que queden limpias y empleando el chorro del frasco lavador trasvasar cuantitativamente la muestra a un volumétrico de 100 ml y enrasar.
7. Prepare el embudo con el papel de filtro rápido y vaya adicionando pequeñas porciones de muestra sin que llegue nunca al borde del papel hasta filtrar la muestra.



8. Con una pipeta tomar 25 ml, de la muestra ya filtrada y descargarla en un erlenmeyer de 250 ml.
9. Con una probeta medir 10 ml de HCl (1:1) y añadir a la muestra del erlenmeyer.
10. Con una pinza sostenga el erlenmeyer en la plancha hasta que comience la ebullición, y añada gota a gota el cloruro estannoso hasta que el color amarillo del cloruro férrico desaparezca, finalmente se le añade 2 ó 3 gotas en exceso.
11. Con una probeta medir 10 ml de cloruro de mercurio, añadirlo a la muestra y luego dejarla en reposo por espacio de 3 min.
12. Con una probeta se miden 40 ml de agua destilada y se le añaden a la muestra.
13. Con una probeta se miden 10 ml de la mezcla de este ácidos (sulfúrico - fosfórico 12:13) y se le añaden a la muestra.
14. Con una pipeta se le añade a la muestra 1.5 ml del indicador (difeníl - amina - sulfanato de sodio).
15. Se prepara la bureta con la solución de dicromato de potasio al 0.0358 mol/ l después de lavada y endulzada con la misma y se empieza a añadir gota a gota la solución a la muestra hasta el cambio del indicador a violeta intenso.

Fórmula para determinar el contenido de hierro.

$$\% \text{ Fe} = \frac{V \cdot N \cdot 5.585}{m}$$

V - Volumen de dicromato de potasio consumido en la valoración, ml.

N - Normalidad exacta de la solución de dicromato de potasio.

m - Masa de la porción de ensayos, gramo.

5.585- Miliequivalente químico del Hierro multiplicado por 100.



Procedimiento para el cálculo del extractable de Ni y Co.

Una vez determinada por los métodos explicados anteriormente, la proporción en que se encuentran el Ni, Co y Fe en el mineral, en diferentes etapas del proceso, podemos calcular el extractable de Ni y Co en cada una de ellas, utilizando las expresiones siguientes:

$$Ext\ Ni = \left[1 - \frac{\%Ni * \%Fe_{Alim}}{\%Ni_{Alim} * \%Fe} \right] * 100$$

$$Ext\ Co = \left[1 - \frac{\%Co * \%Fe_{Alim}}{\%Co_{Alim} * \%Fe} \right] * 100$$

Donde:

Ext. Ni: extractable de níquel.

%Ni: composición de níquel en la muestra donde se desea calcular el % de extracción.

%Ni_{alim}: composición de níquel en el alimentado.

%Fe: composición de hierro en la muestra donde se desea calcular el % de extracción.

%Fe_{alim}: composición de hierro en el alimentado.

%Co_{alim}: composición de cobalto en el alimentado.

%Co: composición de cobalto en la muestra donde se desea calcular el % de extracción.

Ext. Co: extractable de cobalto.

Anexos. #: 4.

Análisis estadísticos de los resultados obtenidos.

Condiciones reales de trabajos (65 g/L de NH₃ y 27 g/L de CO₂).

Para el Ni, proceso actual con el proceso ultrasónico.

Contraste de Hipótesis (Curva de potencia).

Prueba de Fisher

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.



Desviaciones Típicas de la Muestra = 18,8 y 16,48

Tamaños de la Muestra = 18 y 18

95,0% intervalo de confianza para el ratio de varianzas: [0,486803; 3,47896]

Hipótesis Nula: ratio de varianzas = 1,0

Alternativa: no igual

Estadístico F calculado = 1,30137

p-Valor = 0,593086

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\sigma_1/\sigma_2 = 1,0$

Hipótesis Alternativa: $\sigma_1/\sigma_2 <> 1,0$

Dada una muestra de 18 observaciones con una desviación típica de 18,8 y una segunda muestra de 18 observaciones con una desviación típica de 16,48, el estadístico F calculado es igual a 1,30137. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de σ_1/σ_2 soportado por los datos se encuentran entre 0,486803 y 3,47896.

Anexos. #: 4.1.

Prueba de Student (Contraste de Hipótesis).

Medias de la Muestra = 47,0 y 55,06

Desviaciones Típicas de la Muestra = 18,8 y 16,48

Tamaños de la Muestra = 18 y 18

95,0% intervalo de confianza para la diferencia entre medias: -8,06 +/- 11,9754

[-20,0354; 3,91543]

Hipótesis Nula: diferencia entre medias = 0,0

Alternativa: no igual



Estadístico t calculado = -1,36779

p-Valor = 0,18035

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

(Se asumen varianzas iguales).

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\mu_1 - \mu_2 = 0,0$

Hipótesis Alternativa: $\mu_1 - \mu_2 \neq 0,0$

Dada una muestra de 18 observaciones con una media de 47,0 y una desviación típica de 18,8 y una segunda muestra de 18 observaciones con una media de 55,06 y una desviación típica de 16,48, el estadístico t calculado es igual a -1,36779. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de $\mu_1 - \mu_2$ soportado por los datos se encuentran entre -20,0354 y 3,91543.

NOTA: en la aplicación de este test, se ha asumido que las desviaciones típicas de ambas muestras son iguales. Puede prescindir de esta asunción pulsando el botón derecho del ratón y seleccionando Opciones del Análisis.

Anexos. #: 4.2.

Condiciones reales de trabajo (65 g/L de NH_3 y 27 g/L de CO_2).

Para el Co, proceso actual con el proceso ultrasónico.

Contraste de Hipótesis (Curva de potencia).

Prueba de Fisher (Contraste de Hipótesis).

Desviaciones Típicas de la Muestra = 55,76 y 47,09

Tamaños de la Muestra = 18 y 18

95,0% intervalo de confianza para el ratio de varianzas: [0,524494; 3,74831].

Hipótesis Nula: ratio de varianzas = 1,0



Alternativa: no igual

Estadístico F calculado = 1,40213

p-Valor = 0,493329

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\sigma_1/\sigma_2 = 1,0$

Hipótesis Alternativa: $\sigma_1/\sigma_2 <> 1,0$

Dada una muestra de 18 observaciones con una desviación típica de 55,76 y una segunda muestra de 18 observaciones con una desviación típica de 47,09, el estadístico F calculado es igual a 1,40213. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de σ_1/σ_2 soportado por los datos se encuentran entre 0,524494 y 3,74831.

Anexos. #: 4.3.

Prueba de Student (Contraste de Hipótesis).

Medias de la Muestra = -25,22 y -8,65

Desviaciones Típicas de la Muestra = 55,76 y 47,09

Tamaños de la Muestra = 18 y 18

95,0% intervalo de confianza para la diferencia entre medias: -16,57 +/- 34,9597 [-51,5297; 18,3897].

Hipótesis Nula: diferencia entre medias = 0,0

Alternativa: no igual

Estadístico t calculado = -0,963234

p-Valor = 0,342231

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

(Se asumen varianzas iguales).



El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\mu_1 - \mu_2 = 0,0$

Hipótesis Alternativa: $\mu_1 - \mu_2 \neq 0,0$

Dada una muestra de 18 observaciones con una media de -25,22 y una desviación típica de 55,76 y una segunda muestra de 18 observaciones con una media de -8,65 y una desviación típica de 47,09, el estadístico t calculado es igual a -0,963234. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de $\mu_1 - \mu_2$ soportado por los datos se encuentran entre -51,5297 y 18,3897.

NOTA: en la aplicación de este test, se ha asumido que las desviaciones típicas de ambas muestras son iguales. Puede prescindir de esta asunción pulsando el botón derecho del ratón y seleccionando Opciones del Análisis.

Anexos. #: 4.4.

Condiciones ideales de trabajo (75 g/L de NH_3 y 35 g/L de CO_2).

Para el Ni, proceso actual con el proceso ultrasónico.

Contraste de Hipótesis (Curva de potencia).

Prueba de Fisher.

Desviaciones Típicas de la Muestra = 4,3 y 4,47

Tamaños de la Muestra = 16 y 16

95,0% intervalo de confianza para el ratio de varianzas: [0,323324; 2,64853]

Hipótesis Nula: ratio de varianzas = 1,0

Alternativa: no igual

Estadístico F calculado = 0,925384

p-Valor = 0,882603

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

El StatAdvisor



Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\sigma_1/\sigma_2 = 1,0$

Hipótesis Alternativa: $\sigma_1/\sigma_2 <> 1,0$

Dada una muestra de 16 observaciones con una desviación típica de 4,3 y una segunda muestra de 16 observaciones con una desviación típica de 4,47, el estadístico F calculado es igual a 0,925384. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de σ_1/σ_2 soportado por los datos se encuentran entre 0,323324 y 2,64853.

Anexos. #: 4.5.

Prueba de Student.

Contraste de Hipótesis

Medias de la Muestra = 79,28 y 80,5

Desviaciones Típicas de la Muestra = 4,3 y 4,47

Tamaños de la Muestra = 16 y 16

95,0% intervalo de confianza para la diferencia entre medias: -1,22 +/- 3,1668 [-4,3868; 1,9468].

Hipótesis Nula: diferencia entre medias = 0,0

Alternativa: no igual

Estadístico t calculado = -0,786781

p-Valor = 0,437582

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

(Se asumen varianzas iguales).

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\mu_1 - \mu_2 = 0,0$



Hipótesis Alternativa: $\mu_1 - \mu_2 \neq 0,0$

Dada una muestra de 16 observaciones con una media de 79,28 y una desviación típica de 4,3 y una segunda muestra de 16 observaciones con una media de 80,5 y una desviación típica de 4,47, el estadístico t calculado es igual a -0,786781. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de $\mu_1 - \mu_2$ soportado por los datos se encuentran entre -4,3868 y 1,9468.

NOTA: en la aplicación de este test, se ha asumido que las desviaciones típicas de ambas muestras son iguales. Puede prescindir de esta asunción pulsando el botón derecho del ratón y seleccionando Opciones del Análisis.

Anexos. #: 4.6.

Condiciones ideales de trabajo (75 g/L de NH_3 y 35 g/L de CO_2).
Para el Co, proceso actual con el proceso ultrasónico.

Contraste de Hipótesis (Curva de potencia).

Prueba de Fisher.

Desviaciones Típicas de la Muestra = 6,19 y 3,84

Tamaños de la Muestra = 16 y 16

95,0% intervalo de confianza para el ratio de varianzas: [0,907894; 7,43708]

Hipótesis Nula: ratio de varianzas = 1,0

Alternativa: no igual

Estadístico F calculado = 2,59848

p-Valor = 0,0740439

No rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\sigma_1 / \sigma_2 = 1,0$

Hipótesis Alternativa: $\sigma_1 / \sigma_2 \neq 1,0$



Dada una muestra de 16 observaciones con una desviación típica de 6,19 y una segunda muestra de 16 observaciones con una desviación típica de 3,84, el estadístico F calculado es igual a 2,59848. Puesto que el p-valor para el test es superior o igual a 0,05, la hipótesis nula no puede rechazarse para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de σ_1/σ_2 soportado por los datos se encuentran entre 0,907894 y 7,43708.

Anexos. #: 4.7.

Prueba de Student.

Contraste de Hipótesis

Medias de la Muestra = 37,77 y 43,99

Desviaciones Típicas de la Muestra = 6,19 y 3,84

Tamaños de la Muestra = 16 y 16

95,0% intervalo de confianza para la diferencia entre medias: -6,22 +/- 3,71916 [-9,93916;-2,50084].

Hipótesis Nula: diferencia entre medias = 0,0

Alternativa: no igual

Estadístico t calculado = -3,41554

p-Valor = 0,00184646

Rechazar la hipótesis nula para $\alpha = 0,05$.

(Se asumen varianzas iguales).

El StatAdvisor

Las dos hipótesis a considerar son:

Hipótesis Nula: $\mu_1 - \mu_2 = 0,0$

Hipótesis Alternativa: $\mu_1 - \mu_2 \neq 0,0$

Dada una muestra de 16 observaciones con una media de 37,77 y una desviación típica de 6,19 y una segunda muestra de 16 observaciones con una media de 43,99 y una desviación típica de 3,84, el estadístico t calculado es



igual a -3,41554. Puesto que el p-valor para el test es inferior a 0,05, la hipótesis nula se rechaza para el 95,0% de nivel de confianza. El intervalo de confianza muestra que los valores de $\mu_1 - \mu_2$ soportado por los datos se encuentran entre -9,93916 y -2,50084.

NOTA: en la aplicación de este test, se ha asumido que las desviaciones típicas de ambas muestras son iguales. Puede prescindir de esta asunción pulsando el botón derecho del ratón y seleccionando Opciones del Análisis.

Anexos. #: 4.8.

Determinación de la ecuación de regresión para cada proceso.

Condiciones ideales de trabajo.

Análisis para el níquel.

Análisis de Regresión - Modelo Lineal $Y = a + b \cdot X$

Variable dependiente: QT ultrasónico.

Variable independiente: QT convencional.

Parámetro	Estimación	Error Estadístico estándar	T	P-Valor
Ordenada	4,06712	8,33202	0,488132	0,6330
Pendiente	0,964149	0,104958	9,18602	0,0000

Análisis de la Varianza

Fuente	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	Cociente-F	P-Valor
Modelo	257,514	1	257,514	84,38	0,0000
Residuo	42,7241	14	3,05172		



Total (Corr.) 300,238 15
Coeficiente de Correlación = 0,92612
R-cuadrado = 85,7699 porcentaje
R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 84,7535 porcentaje
Error estándar de est. = 1,74692
Error absoluto medio = 1,2549
Estadístico de Durbin-Watson = 2,75957 (P=0,0395)
Autocorrelación residual en Lag 1 = -0,436529

El StatAdvisor

La salida muestra los resultados del ajuste al modelo lineal para describir la relación entre QT ultrasónico y QT convencional. La ecuación del modelo ajustado es

QT ultrasónico = 4,06712 + 0,964149*QT convencional.

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0.01, existe relación estadísticamente significativa entre QT ultrasónico y QT convencional para un nivel de confianza del 99%.

El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 85,7699% de la variabilidad en QT ultrasónico. El coeficiente de correlación es igual a 0,92612, indicando una relación relativamente fuerte entre las variables. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 1,74692. Este valor puede usarse para construir límites de la predicción para las nuevas observaciones seleccionando la opción Predicciones del menú del texto.

El error absoluto medio (MAE) de 1,2549 es el valor medio de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se han introducido los datos en el fichero. Dado que el p-valor es inferior a 0.05, hay indicio de una posible correlación serial. Represente los residuos frente al orden de fila para ver si hay algún modelo que pueda verse.



Análisis para el cobalto.

Análisis de Regresión - Modelo Lineal $Y = a + b \cdot X$

Variable dependiente: QT ultrasónicos.

Variable independiente: QT convencional.

Parámetro	Error Estadístico		T	P-Valor
	Estimación	estándar		
Ordenada	27,4544	4,49909	6,1022	0,0000
Pendiente	0,437808	0,117644	3,72145	0,0023

Análisis de la Varianza

Fuente	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	Cociente-F	P-Valor
Modelo	110,151	1	110,151	13,85	0,0023
Residuo	111,351	14	7,95363		

Total (Corr.) 221,502 15

Coefficiente de Correlación = 0,70519

R-cuadrado = 49,7292 porcentaje

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 46,1385 porcentaje

Error estándar de est. = 2,82022

Error absoluto medio = 1,96918

Estadístico de Durbin-Watson = 2,39003 (P=0,1990)

Autocorrelación residual en Lag 1 = -0,241125

El StatAdvisor



La salida muestra los resultados del ajuste al modelo lineal para describir la relación entre QT ultrasónico y QT convencional. La ecuación del modelo ajustado es:

$$QT \text{ ultrasónico} = 27,4544 + 0,437808 * QT \text{ convencional.}$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0.01, existe relación estadísticamente significativa entre QT ultrasónico y QT convencional para un nivel de confianza del 99%.

El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 49,7292% de la variabilidad en QT ultrasónico. El coeficiente de correlación es igual a 0,70519, indicando una relación moderadamente fuerte entre las variables. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 2,82022. Este valor puede usarse para construir límites de la predicción para las nuevas observaciones seleccionando la opción Predicciones del menú del texto.

El error absoluto medio (MAE) de 1,96918 es el valor medio de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se han introducido los datos en el fichero. Dado que el p-valor es superior a 0.05, no hay indicio de autocorrelación serial en los residuos.

Análisis para las condiciones reales de trabajo.

Para el níquel.

Análisis de Regresión - Modelo Lineal $Y = a + b * X$

Variable dependiente: QTC ultrasónico

Variable independiente: QTC convencional.

Parámetro	Estimación	Error estándar	Estadístico T	P-Valor
-----------	------------	----------------	---------------	---------



Ordenada	18,254	5,85866	3,11573	0,0067
Pendiente	0,783166	0,116766	6,70712	0,0000

Análisis de la Varianza

Fuente	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	Cociente-F	P-Valor
Modelo	3407,69	1	3407,69	44,99	0,0000
Residuo	1212,01	16	75,7508		
Total (Corr.)	4619,7	17			

Coeficiente de Correlación = 0,858861

R-cuadrado = 73,7642 porcentaje

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 72,1245 porcentaje

Error estándar de est. = 8,70349

Error absoluto medio = 6,40254

Estadístico de Durbin-Watson = 1,79979 (P=0,2607)

Autocorrelación residual en Lag 1 = 0,0775948

El StatAdvisor

La salida muestra los resultados del ajuste al modelo lineal para describir la relación entre QTC ultrasónico y QTC convencional. La ecuación del modelo ajustado es:

$QTC_{\text{ultrasónico}} = 18,254 + 0,783166 * QTC_{\text{convencional}}$.

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0.01, existe relación estadísticamente significativa entre QTC ultrasónico y QTC convencional para un nivel de confianza del 99%.



El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 73,7642% de la variabilidad en QTC ultrasónico. El coeficiente de correlación es igual a 0,858861, indicando una relación moderadamente fuerte entre las variables. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 8,70349. Este valor puede usarse para construir límites de la predicción para las nuevas observaciones seleccionando la opción Predicciones del menú del texto.

El error absoluto medio (MAE) de 6,40254 es el valor medio de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se han introducido los datos en el fichero. Dado que el p-valor es superior a 0.05, no hay indicio de autocorrelación serial en los residuos.

Análisis para el cobalto.

Análisis de Regresión - Modelo Lineal $Y = a + b \cdot X$

Variable dependiente: QTC ultrasónico.

Variable independiente: QTC convencional.

Parámetro	Error		Estadístico	
	Estimación	estándar	T	P-Valor
Ordenada	11,9521	3,90997	3,05682	0,0075
Pendiente	1,04783	0,0850768	12,3163	0,0000

Análisis de la Varianza

Fuente	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	Cociente-F	P-Valor
Modelo	34103,4	1	34103,4	151,69	0,0000



Residuo	3597,13	16	224,821
---------	---------	----	---------

Total (Corr.)	37700,5	17	
---------------	---------	----	--

Coefficiente de Correlación = 0,951098

R-cuadrado = 90,4587 porcentaje

R-cuadrado (ajustado para g.l.) = 89,8623 porcentaje

Error estándar de est. = 14,994

Error absoluto medio = 10,7392

Estadístico de Durbin-Watson = 2,19719 (P=0,2703)

Autocorrelación residual en Lag 1 = -0,100885

El StatAdvisor

La salida muestra los resultados del ajuste al modelo lineal para describir la relación entre Col_4 y Col_3. La ecuación del modelo ajustado es:

QTC ultrasónico = 11,9521 + 1,04783*QTC convencional.

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0.01, existe relación estadísticamente significativa entre QTC ultrasónico y QTC convencional para un nivel de confianza del 99%.

El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 90,4587% de la variabilidad en QTC ultrasónico. El coeficiente de correlación es igual a 0,951098, indicando una relación relativamente fuerte entre las variables. El error estándar de la estimación muestra la desviación típica de los residuos que es 14,994. Este valor puede usarse para construir límites de la predicción para las nuevas observaciones seleccionando la opción Predicciones del menú del texto.

El error absoluto medio (MAE) de 10,7392 es el valor medio de los residuos. El estadístico Durbin-Watson (DW) examina los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se han introducido



los datos en el fichero. Dado que el p-valor es superior a 0.05, no hay indicio de autocorrelación serial en los residuos.

Anexo #: 5.

De todas las ofertas recibidas la mas completa y acorde a nuestros requisitos, consideramos la ofrecida por la firma rusa **INLA**, la cual presentamos a continuación.

Según el gerente de la firma **INLA**.

El equipo del dibujo (**Foto No. 7**), es sólo un EJEMPLO del sistema ultrasónico que nosotros fabricamos, era para un proceso continuo y la potencia total del equipo ultrasónico era de 24 kW. Nosotros no conocemos exactamente para que proceso usted necesita el equipo, para poder determinar exactamente que usted necesita. Por favor, describa más exacto su problema. Quizá usted no necesita de potencia total tan grande y el precio total de sistema sería menos costoso. Nosotros ya habíamos producido el sistema ultrasónico para la preparación de arcilla de barro. La Productividad de este sistema era 600 m³/hour, el poder total de equipo ultrasónico era 24 kW, la frecuencia que opera es de 22 kHz. Nosotros podemos ofrecerle el paquete con elevada amplitud con que trabaja el equipo ultrasónico, que consiste en:

- generador con el control de frecuencia automático;
- transductor es magnetostrictivo de alta - amplitud;
- sonotrodo emisor de titanio.

Para sus propósitos nosotros ofrecemos las variantes siguientes:

1) Potencia 2 kW:

- *el suministro de corriente: 1 fase, 220 V, 50-60 Hz.*
- *el precio: 141600 RUR.*

2) Potencia 4 kW:

- *el suministro de corriente: 3 fases, 380 V, 50-60 Hz.*



- el precio: 507400 RUR.

3) el reactor:

- el material: acero;

- el precio: 236000 RUR.

El pago es posible en RUR, USD o EUR por el tipo de cambio de Banco Central de Rusia (www.cbr.ru) durante el día actual.

Nuestros transductores basados en el efecto magnetoestrictivo, nuestra opinión es, un equipo perfecto para sus propósitos.

El tanque puede hacerse de acero o el acero inoxidable (acero no-corrosivo) - la diferencia es sólo, el precio. También usted puede construir el tanque y puede equiparlo con nuestros equipos ultrasónicos, según nuestras recomendaciones. Los precios presentados son para 1 juego (el generador + el transductor + el sonotrodo). en caso de comprar 2 y más juegos nosotros haríamos un descuento.

El precio para sistema presentado en el dibujo es:

$(507400 \text{ RUR}) * 6 (4 \text{ unidad del kW} * 6) + 236000 (\text{el tanque}) = 3280400 \text{ RUR}$

El tipo de cambio durante el día actual (31.10.2008):

USD = 26.5 RUR

EUR = 34.8 RUR

Así, pues el precio total para un sistema presentado en el dibujo con los precios durante el día actual es: **123 790 USD** ó **94 260 EUR**.

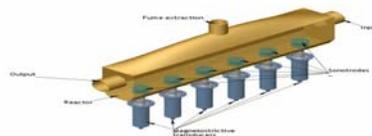


Foto No. 7.



Anexo #: 6.

Tabla #: 1. Ficha de costo.

Capacidad anual (ton/a) para níquel		31.841,93	
Tipo de Índice de costo		CEPCI	
Valor del Índice		400,00	
Capital Fijo (Cfc)		444.831,96	
Capital de Trabajo (Cwc)		66.724,79	
Inversión de Capital Total (Ctc)		511.556,75	
Gastos de Fabricación		USD/a	USD/kg
Directos			
Materias Primas		0,00	0,00
Créditos de Subproductos		0,00	0,00
Mano de Obra de Operación	395.412,48	395.412,44	12,42
Supervisión y mano de obra de oficina (10-20% de mano de obra de operación)	0,10	39.541,24	1,24
Servicios	39.541,25		
Vapor (0,119 USD/kg)		0,00	0,00
Electricidad (0,10 USD/MWh)		3.067,20	0,10
Agua desmineralizada (0,219 USD/m3)		360,00	0,01
Aire (0,1 USD/m3)		0,00	0,00
Agua natural (0,30USD/m3)	0,30	0,00	0,00
Mantenimiento y reparaciones(2-10% de Cfc)	0,10	44.483,20	1,40
Suministro de Operaciones(10-20% de mantenimiento)	0,10	4.448,32	0,14
Cargos de laboratorios (10-20% de mano de obra de operación)	0,10	39.541,24	1,24
Suma de gastos directos menos patentes y derechos		526.853,65	
Patentes y derechos (0-6% del gasto total)	0,03	0,00	0,00
Total, Aime		526.853,65	
Indirectos			
Generales(nómina y planta, empaçado, almacenamiento)(50-70% de la suma de mano de obra de operación, supervisión y mano de obra de oficina y mantenimiento)	0,50	197.706,22	6,21
Impuestos locales(1-2% de Cfc)	0,00	0,00	0,00
Seguros(0,4-1 % de Cfc)	0,00	0,00	0,00
Total, Adme		197.706,22	6,21
Gastos de fabricación total (no incluye depreciación), Ame		724.559,87	22,75
Depreciación (aproximadamente 10% de Cfc), e	0,10	44.483,20	1,40
Gastos Generales			
Costos administrativos(25% de los gastos generales)	0,25	49.426,56	1,55
Distribución y costos de venta(10% del gasto total)	0,10	0,00	0,00
Investigación y desarrollo(5% del gasto total)	0,00	0,00	0,00
Total, Age	2.032.721,69	49.426,56	1,55
Gasto Total, Ate		6.416.163,97	201,50
Ingresos por ventas Ni	0,00	5.278.146,01	
Ingresos por ventas Co	0,00	2.032.721,69	
Ingresos por ventas total		7.310.867,70	
Ganancia anual neta ,Anp		894.703,73	
Impuesto sobre Ingresos, Ait	0,35	313.146,31	
Ganancia anual neta descontando impuestos			
Annp-Ait=Anpp		581.557,42	

INCREMENTO DE LA RECUPERACION DE Ni Y Co EN EL PROCESO CARON, POR VIA ULTRASONICA.