

MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR

INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO

"Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ" FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECÁNICA DEPARTAMENTO DE METALURGIA Y QUÍMICA

EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL POLVO QUÍMICO DOSIFICANDO ARENILLA O POLVO DE SÍNTER, SIN AFECTAR EL PRODUCTO CALCINADO

Tesis en Opción al Título de Ingeniero en Metalurgia y Materiales

Rosibet Magaly Chinchay Maldonado

Moa, 2018 "Año 60 de la Revolución"



MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECÁNICA DEPARTAMENTO DE METALURGIA Y QUÍMICA INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO "Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ"

EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL POLVO QUÍMICO DOSIFICANDO ARENILLA O POLVO DE SÍNTER, SIN AFECTAR EL PRODUCTO CALCINADO

Tesis en Opción al Título de Ingeniero en Metalurgia y Materiales

Autor: Rosibet Magaly Chinchay Maldonado

Tutores:

Prof. Ing. Lisandra Poll Legrá, Ms.C

Prof. Ing. Orleidy Loyola Breffe, Ms.C

Ing. Sandy Fabré Fonseca

Moa, 2018 "Año 60 de la Revolución"

Yo: Rosibet Magaly Chinchay Maldonado

Autor de este trabajo, certifico su propiedad intelectual a favor del Instituto Superior Minero Metalúrgico "Dr. Antonio Núñez Jiménez", el cual podrá hacer uso del mismo con la finalidad que estime conveniente.

Rosibet Magaly Chinchay Maldonado Autor Ms.C Lisandra Poll Legrá Tutor

Ms.C Orleidy Loyola Breffe

Tutor

Ing. Sandy Fabré Fonseca

Tutor

Dedicatoria

A mis padres

A mis tías

A mis hermanos

A mi sobrina

Agradecimientos:

A través de este trabajo hago constar mis mayores agradecimientos:

A mi madre Fortunata y padre por la orientación y apoyo que me brindaron.

A mis hermanos Miriam, Gian, Ingrith, y sobrina Aracely, por siempre alentarme a seguir adelante.

A mi novio Victor A. Quijano Arteaga, por su invaluable apoyo y compañía.

A mis tutores Ms.C Lisandra Poll Legrá, Ms.C Orleidy Loyola Breffe, Ing. Sandy Fabré Fonseca, por haber sido la fuente de donde surgió este trabajo y por la confianza que depositaron en mí para la realización del mismo.

Al profesor Ms.C Mario Andrés Navarro Consuegra por su incondicional apoyo en la culminación de este trabajo.

A todo el colectivo de profesores del departamento de metalurgia química que de una u otra manera contribuyeron a mi formación como futuro profesional.

A mis compañeros y amigos que realmente me han

brindado su apoyo en todos estos años.

A todos ellos: Muchas gracias

Pensamiento

"La educación es el arma más poderosa que puedes usar para cambiar el mundo."

Nelson Mandela

RESUMEN

En el presente trabajo se evaluó el comportamiento de la calidad del polvo químico para las dosificaciones de arenilla o polvo de sínter, sin que estos materiales de reproceso afecten la calidad del óxido de níquel descargado del calcinador. Se caracterizó desde el punto de vista químico y físico a los materiales de reproceso, óxido de níquel descargado, polvo químico y los gases de salida del horno, a través de la espectroscopia de absorción atómica, método de combustión con analizador infrarrojo automático, método Orsat y determinación de la densidad. La evaluación de la calidad el polvo químico a partir de la determinación de los contenidos de níquel metálico, hierro, carbono y azufre mostraron que se puede reprocesar la arenilla a razón de 1 t/h o polvo de sínter a razón de 333 kg/h, al obtenerse contenidos de estos elementos dentro de las especificaciones dadas por la norma cubana NC-859:2018 y la norma de empresa NEIB-64-01-01. Los contenidos de CO₂, O₂ y CO muestran que se mantiene una atmósfera oxidante en el interior del calcinador. La densidad del óxido de níquel descargado toma valores entre 250-300 g/cm³, los contenidos de azufre y hierro presentan valores dentro del rango normado, mientras que el contenido de carbono, al reprocesar polvo, toma valores superiores al máximo permitido.

Palabras claves

Arenilla, Calidad, Polvo de sínter, Polvo químico.

ABSTRACT

In the present work, the behavior of the quality of the chemical powder for the dosing of grit or sinter powder was evaluated, without these reprocessing materials affecting the quality of the nickel oxide discharged from the calciner. There were characterized from the chemical and physical point of view the reprocessing materials, nickel oxide discharged, chemical dust and kiln exhaust gases, through atomic absorption spectroscopy, combustion method with automatic infrared analyzer, Orsat method and determination of density. The evaluation of the quality of the chemical powder from the determination of the contents of metallic nickel, iron, carbon and sulfur showed that the grit can be reprocessed at a rate of 1 t/h or sinter powder at a rate of 333 kg/h, when obtaining contents of these elements within the specifications given by the Cuban standard NC-859: 2018 and the company standard NEIB-64-01-01. The contents of CO₂, O₂ and CO show that an oxidizing atmosphere is maintained inside the calciner. The density of the nickel oxide discharged takes values between 250-300 g/cm³, the contents of sulfur and iron have values within the normed range, while the carbon content, when reprocessing dust, takes values above the maximum allowed.

Keywords:

Chemical Powder, Grid, Quality, Synthetic Powder.

ÍNDICE

INTRODUC	CIÓN	. 1
CAPÍTULO	I FUNDAMENTOS TEÓRICOS	. 4
1.1 Ge	neralidades del proceso de calcinación	. 4
1.1.1	Descripción del esquema tecnológico	. 5
1.2 Ins	talación del polvo químico	. 8
1.2.1	Horno de tambor rotatorio	. 9
1.3 Ap	licación de la teoría integral del horno	10
1.3.1	Proceso tecnológico	11
1.3.2	Proceso energético	14
1.3.3	Proceso de transferencia de calor	16
1.3.4	Proceso mecánico	17
1.3.5	Proceso aerodinámico	17
1.4 Ant	tecedentes de la investigación	18
Conclusi	ones parciales	22
CAPÍTULO	II MATERIALES Y MÉTODOS	23
2.1 Ca	racterísticas de los materiales empleados	23
2.1.1	Carbonato básico de níquel filtrado	23
2.1.2	Arenilla	24
2.1.3	Polvo de sínter	25
2.1.4	Óxido de níquel	26
2.1.5	Polvo químico	27
2.2 Toi	ma y preparación de las muestras	28
2.2.1	Muestras de las materias primas	28
2.2.2	Muestra de gases	29

2.2.	.3 Muestra de óxido de níquel calcinado 3	0
2.2.	.4 Muestra de polvo químico 3	1
2.3	Métodos y técnicas analíticas 3	3
2.3.	.1 Análisis de gases 3	3
2.3.	.2 Determinación de la densidad del óxido 3	5
2.3.	.3 Método de combustión con analizador infrarrojo automático 3	6
2.3.	.4 Espectrofotometría de absorción atómica 3	7
Conc	lusiones parciales	8
CAPÍTU	JLO III ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS 4	0
3.1	Valoración de la calidad del polvo químico antes de la investigación 4	0
3.2	Resultados de la caracterización química de las materias primas 4	1
3.3	Resultados de los análisis de gases 4	6
3.4	Análisis de la calidad del óxido de níquel descargado5	3
3.5	Análisis de la calidad del polvo químico5	7
Conc	susiones parciales	0
CONCL	USIONES 6	1
RECOM	IENDACIONES	2
BIBLIO	GRAFÍA6	3
ANEXO)S	6



INTRODUCCIÓN

La empresa Comandante "Ernesto Che Guevara" se localiza en el municipio Moa, provincia Holguín. En esta región se ubica una de las reservas minerales de níquel más grande del mundo, aspecto que ha funcionado como inductor de un gran desarrollo socioeconómico local y regional.

La tecnología que se emplea en las instalaciones industriales de dicha empresa es la lixiviación carbonato amoniacal, según la cual el mineral oxidado de níquel es reducido selectivamente. El proceso con esta tecnología comienza con la extracción del mineral en las minas a cielo abierto de los yacimientos de níquel de Punta Gorda. El material extraído se incorpora al flujo tecnológico, por la planta de secaderos y molinos y a partir de este momento circula por las diferentes plantas de proceso entre las que se encuentran: la planta de hornos de reducción, la planta de lixiviación y lavado, recuperación de amoníaco y la planta de calcinación y sínter, donde culmina la tecnología Caron con la obtención del sínter de níquel más cobalto.

En la Unidad Básica de Producción (UBP) calcinación y sínter, ocurre el proceso de calcinación del carbonato básico de níquel con la adición del polvo de sínter (producto de la recuperación de los sistemas de captación de polvo) y la arenilla (obtenido a partir de la limpieza de los alambiques de licor) en el régimen de operación del horno de tambor rotatorio.

Las nuevas tendencias relacionadas con el incremento de los niveles productivos y el vertiginoso desarrollo de la Unión del Níquel y el Ministerio de Energía y Minas (MINEM), demandan un continuo perfeccionamiento de los procesos tecnológicos así como que se eleve la eficiencia metalúrgica de los mismos. El horno de tambor rotatorio instalado en la referida planta, juega un papel esencial dentro del proceso productivo, pues en el mismo se produce la descomposición del carbonato básico de níquel en óxido de níquel más cobalto, y algunas impurezas y productos gaseosos.

Los hornos rotatorios tienen una larga historia de uso en la industria Química y Metalúrgica, acerca de los mismos se han realizado numerosos estudios desde el punto de vista tecnológico en varios países (Alvarez y Andrés, 2003; Durán, 2013;



Rodriguez, 2013), sin embargo, respecto a las condiciones de operación del horno de tambor rotatorio son pocas las investigaciones realizadas (Chang Cardona, Molina, Vega y Rivas, 2003; Yarangoré, 2014). Una de las dificultades que se presenta actualmente en la UBP calcinación y sínter, es el elevado número de lotes de polvo químico (PQ) fuera de norma de empresa NEIB 26 - 03 - 17 y NC - 859:2015, que está relacionado con los parámetros de especificación, siendo esta precisamente la **situación problémica** a partir de la cual se desarrolla la presente investigación.

Problema Científico

Insuficiente conocimiento del comportamiento de la calidad del polvo químico al dosificar el carbonato básico de níquel, la arenilla o polvo de sínter, sin variar las condiciones de operación.

Objeto de estudio

El proceso de calcinación del carbonato básico de níquel en el horno de tambor rotatorio.

Campo de acción

Transformaciones físico – químicas que ocurren durante el proceso de calcinación.

Objetivo general

Evaluar el comportamiento de la calidad del polvo químico dosificando arenilla o polvo de sínter, sin afectar la calidad del producto calcinado.

Hipótesis

Si se evalúan las dosificaciones de arenilla o polvo de sínter al proceso de calcinación, en un intervalo de tiempo de dos horas, se podrá determinar el comportamiento de la calidad del polvo químico obtenido.



Objetivos Específicos

- Determinar los porcentajes de CO_2 , O_2 y CO en la salida de los gases del horno de tambor rotatorio.
- Determinar la densidad y los porcentajes de azufre, carbón e hierro en el óxido descargado del horno de tambor rotatorio.
- Determinar el porcentaje de níquel metálico, azufre, carbono e hierro en el lote del polvo químico formado.

Tareas a realizar

- Revisión bibliográfica de trabajos investigativos relacionados con el proceso de Calcinación en el horno de tambor rotatorio.
- Toma y preparación de las muestras, apoyado en la trituración, homogenización, molienda y cribado de las mismas.
- Caracterización de la materia prima desde el punto de vista químico.
- Determinación de la atmósfera gaseosa dentro del horno de tambor rotatorio.
- Caracterización del óxido de níquel y polvo químico descargado del horno de tambor rotatorio.



CAPÍTULO I FUNDAMENTOS TEÓRICOS

En el presente capítulo se realiza un análisis de los diferentes aspectos que resultan de vital importancia para el desarrollo de la investigación, incluyendo los principales trabajos que han tratado el tema en cuestión, para aprovechar sus principales aportes y experiencias.

1.1 Generalidades del proceso de calcinación

La calcinación es el proceso de tostación del material en el cual ocurre la descomposición del mismo por el calor. Para ello se emplea el horno de tambor rotatorio, donde es calcinado el carbonato básico de níquel, mediante la combustión de petróleo precalentado.

El horno para la calcinación del carbonato básico de níquel es un aparato de transferencia de calor y de masa, construido en forma de un horno de tambor rotatorio con una inclinación de dos grados al horizonte que a su vez como una instalación de transporte. El carbonato básico de níquel que llega al horno por la parte superior a partir de los filtros de vacío mediante un sistema de transportador de banda y de tornillo, se traslada a lo largo del mismo por una trayectoria compleja atravesando tres zonas: secado (cadenas), calcinación y enfriamiento.

La zona de cadena, es la zona del horno en la cual se encuentra un gran número de cadenas con el objetivo de aumentar la superficie de secado, ya que ellas absorben el calor de los gases y se lo transmiten al carbonato, además evitan que se formen terrones de material de gran tamaño. Para la mejor comprensión del proceso de secado es conveniente dividir esta zona en tres etapas (Manual de operaciones, 1980):

✓ En la primera etapa, el carbonato que se encuentra en forma de pasta, eleva su temperatura de 80 a 90 °C y sólo un pequeño porcentaje de agua es evaporada. Aquí existe cierta condensación del vapor de agua de los gases que salen al ponerse en contacto con la pasta fría. En esta etapa la pasta, que mantiene su fluidez, "humedece" las cadenas, exponiendo una gran superficie



de secado a los gases calientes y reteniendo una gran cantidad de polvo arrastrado por los gases.

- En la segunda etapa, la pasta es secada parcialmente y se vuelve pegajosa, se pega al revestimiento del horno y puede formar anillos de pasta, constituyendo la etapa más difícil del proceso húmedo.
- En la tercera etapa la pasta es transformada en gránulos con un contenido de agua de aproximadamente de un 12 a 20 %, siendo la resistencia de los mismos muy importante para el trabajo de la zona completa, la cual depende además de la composición mineralógica del material (Manual de operaciones, 1980).

En la zona de calcinación, el sólido se descompone según los mecanismos descritos en Romero (1991). De esta zona se obtiene el material con la composición siguiente: Ni > 76 %, Co < 1,3 %, Fe < 0,7 %, S < 0,03 %, C < 0,01 %; el dióxido de azufre, el dióxido de carbono y el vapor de agua son evacuados con los gases productos de la combustión (SO₂, CO₂, CO) y con las partículas de óxido de níquel en suspensión.

Después de la calcinación, el óxido de níquel es enfriado previamente en una doble pared, mediante duchas exteriores que la bañan con agua a temperatura ambiente y la piscina donde se encuentra sumergida parte del enfriador, garantizándose así un contacto indirecto entre el óxido de níquel y el agua. Este óxido de níquel a una temperatura de 373 – 423 K constituye el producto final del horno de calcinación.

Esta planta tiene 4 productos terminados o finales: sulfuro de níquel, óxido de níquel en polvo químico, óxido de níquel sinterizado y óxido de níquel metalúrgico.

1.1.1 Descripción del esquema tecnológico

La Unidad Básica de Producción (UBP) Calcinación y Sínter se compone de tres áreas fundamentales: filtración, calcinación y sinterización. El área de filtración comienza una vez obtenido el carbonato básico de níquel, mediante la destilación del licor producto en los alambiques, los cuales descargan el carbonato básico de níquel a los sedimentadores a una temperatura de 107 °C con una concentración de 0,3 – 0,7 g/L con un 98 % de líquido, evaporándose parte de este a través del tanque flash.



Los sedimentadores poseen 25 m de diámetro y una profundidad nominal en el centro de 36 m, en estos ocurre la separación de la fase sólida de la pulpa, como resultado del precipitado de las partículas sólidas por la acción de la fuerza de gravedad, obteniéndose un sedimento compacto con una alta densidad y un líquido que rebosa, es decir, un licor cuya concentración es de 0,1 g/L que sale por la canal de reboso del sedimentador hacia un tanque de reboso cuya capacidad es de 75 m³, para luego ser bombeado hacia el sedimentador (265 – SD – 101).

La pulpa de carbonato básico de níquel descargada por el cono del sedimentador (265 – SD – 101) es bombeada hacia los filtros rotatorios de discos de vacío, en los cuales el carbonato se adhiere a la superficie del disco por la acción del vacío que se realiza con la bomba, siendo desprendido de la superficie de la hoja del filtro con ayuda de una cuchilla de goma. El líquido filtrado, conjuntamente con el vapor va al condensador barométrico y de aquí pasa por gravedad al tanque de desecho, al igual que el líquido o agua atrapada en las trampas de filtrados.

El carbonato básico de níquel cae libremente al transportador de banda tipo 5040 – 60, entre los bolsillos del filtro, el cual es llevado a los transportadores de banda mediante embudos invertidos recubiertos por teflón. En los transportadores de banda se sitúan pesas para el control y el registro del peso del carbonato básico de níquel, el cual continúa su recorrido, alimentando los hornos de calcinación a través del sinfín de carga. Los tres hornos rotatorios de calcinación tienen un diámetro interior entre

3,15 m y una longitud de 50,5 m con una productividad de 12 t/h de óxido de níquel, de los tres hornos siempre permanece uno de reserva.

El polvo de óxido de níquel que es arrastrado por los gases se recupera, una parte en la batería de ciclones, y la otra parte continúa con el recorrido de los gases para ser recolectada en los electrofiltros. El polvo recuperado tanto en la batería de ciclones como en los electrofiltros es alimentado a los hornos de calcinación y los gases productos de la combustión son expulsados a la atmósfera a través de la chimenea.



El óxido de níquel antes de salir del horno es previamente enfriado en un intercambiador de calor de doble pared, el cual cuenta con duchas exteriores que utilizan agua a temperatura ambiente y una piscina donde se encuentra sumergida parte de la superficie del intercambiador, existiendo contacto indirecto entre el óxido de níquel calcinado y el agua.

El óxido de níquel es descargado, después de enfriado, a los transportadores vibrátiles, los cuales alimentan el producto a los molinos de martillo para ser triturado hasta una granulometría de 3 mm. Este óxido es alimentado al elevador de cangilones de altura 23,35 m, el cual lo suministra a los transportadores vibrátiles acanalados, y éstos a la tolva de óxido de níquel de la sección de sínter con el objetivo de emplearlo en la mezcla que se suministra a la máquina de sinterización.

El carbón antracita después de ser triturado y lavado en el área del puerto de Moa, se envía a la sección de sínter de la planta, con la granulometría requerida en contenedores de 5 t. El polvo que se recolecta en el área de sínter es enviado a la tolva de polvillo de la sección de la preparación de mezcla, el fino de retorno es el sínter con granulometría menor de 6 mm. El sínter se produce a partir de una mezcla dosificada que se realiza con el óxido de níquel, carbón antracita, fino de retorno y polvillo, esta dosificación la establece el tecnólogo de la planta.

La mezcla una vez dosificada por los alimentadores y la balanza de acción continua a través del transportador vibrátil, es alimentada al elevador de cangilones con cadena de marcha lenta. Este elevador es el encargado de alimentar la mezcla al tambor mezclador donde ocurre la humectación y la homogeneización de la mezcla, que será alimentada a la máquina de sínter.

La torta de sínter, después de ser sinterizada y enfriada en la misma máquina, es descargada a la trituradora de un solo rodillo. Después del primer estadio de trituración el sínter cae a un alimentador oscilatorio (AL – 314) que descarga el producto triturado a los transportadores vibrátiles encargados de transportar el sínter hacia los elevadores de cubos los cuales lo alimentan a las zarandas de inercia, para su clasificación, obteniéndose el sínter de níquel con la siguiente granulometría:



- Producto Final: 18 38 mm.
- Relleno: 6 18, +38 mm.
- Fino de Retorno: 6 mm.

El sínter que tiene una granulometría de – 6 mm se envía a la tolva de fino para ser reintegrado al proceso a través de la mezcla; el de granulometría de 6 – 18, +38 mm se envía para la tolva de relleno con el fin de formar una cama protectora de las parrillas de la máquina, y el producto final de 18 – 38 mm es transportado hacia la tolva de producto final donde se envasa en bolsas de nylon de 1,5 toneladas con una exactitud de 0,10 % y se almacena en la planta desde donde se envía para los almacenes ubicados en el puerto de Moa. La Planta de Calcinación y Sínter posee una planta auxiliar de carbón antracita en la que se prepara el carbón que se utiliza en la mezcla a sinterizar, cuya sección de envase se tiene como un elemento auxiliar de la planta.

De esta forma quedó descrito el flujo tecnológico de la Planta de Calcinación y Sínter de la empresa objeto de estudio, lo que permitió determinar las peculiaridades del proceso que nos ocupa en la presente investigación.

1.2 Instalación del polvo químico

El óxido de níquel es descargado a los transportadores TR-205 A o 205 B, los cuales lo transportan hasta los transportadores TR- 206 A o 206 B, estos alimentan el óxido de níquel a las trituradoras de martillos TI – 208 A o 208 B, donde es triturado hasta alcanzar una granulometría de 2,5 mm del 55 al 65%. Este óxido es alimentado al elevador de cangilones EL–209 A o 209 B de 23,35 m de altura, donde posteriormente es depositado a la tolva de los alimentadores del sínter TV – 302. El polvo que se obtiene producto de la degradación del óxido de níquel durante su trituración y transportación a la tolva de alimentado por un dosificador de estrella al elevador de cangilones. El óxido es alimentado por un dosificador de estrella al elevador de cangilones, el cual lo descarga en la entrada del separador dinámico, el mismo está acoplado a un aerodeslizador, con ventilador accionado por un motor de 1,1 kW y tiene como función alimentar la carga al clasificador dinámico tipo NSA-200, con un diámetro interior de 2 000 mm, este clasificador además está compuesto por un



cuerpo superior cilíndrico de acero al carbono, con puertas de inspección, en cuyo interior se encuentra el sistema de clasificación, en su parte inferior va acoplado a los conos de salida y rechazos.

El sistema de clasificación está formado por un doble eje concéntrico para el movimiento individual del ventilador y del clasificador, permitiendo ajustar la velocidad más adecuada de cada uno de los ejes; dispone de accionamientos independientes para las palas del ventilador y del clasificador. La transmisión es mediante poleas y correas a través de motores de 11 kW y 5,5 kW respectivamente, a esta entrada se inyecta aire de alta velocidad que permite que mediante dos variadores de frecuencia (palas ventilador y clasificador) se ajuste la velocidad sin necesidad de parar la máquina hasta obtener la granulometría deseada (0,074 mm). El material con una granulometría menor a 0,074 mm es sometido a un proceso de separación magnética, con el fin de separar el níquel metálico y hierro. Luego es descargado, a través del cono inferior del clasificador dinámico, a un alimentador sin fin para el pesaje y envasado automático como polvo químico (PQ) en bolsos de 25 kg. La fracción gruesa, mayor a 0,074 mm, es descargado a través del cono exterior del separador, y envasado en big–bag de 1 500 kg de capacidad como polvo metalúrgico (SP).

1.2.1 Horno de tambor rotatorio

El estudio se realizó en el horno de tambor rotatorio (figura 1.1), de la planta de calcinación de la empresa "Comandante Ernesto Che Guevara", el cual se encuentra en operación y cumple con las condiciones para realizar los experimentos requeridos y cumplir con el objeto de estudio.





Figura 1.1 Horno de tambor rotatorio

Este equipo es de acero al carbono, recubierto en su interior con ladrillos refractarios de alta alúmina, está destinado para el secado, calcinado y enfriamiento del carbonato básico de níquel, mediante la utilización del petróleo como combustible. El procedimiento de su trabajo es continuo y a contracorriente. Las características tecnológicas del horno se muestran en la tabla 1.1.

Parámetros		Dimensiones	Unidad de medida
Productividad		12,0	t/h
Largo		50,5	m
Diámetro interior		3,15	m
Velocidad de rotación		0,83	rpm
Ángulo de inclinación		de 2 a 3	grado
Longitud del enfriador		4,5	m
	T_2	800 a 950	°C
Perfil térmico	T ₃	550 a 650	°C
_	T_4	300 a 450	°C
	O ₂	0,8 a 2,5	%
Perfil gaseoso	CO ₂	13 a 16	%
	CO	0,0	%

Tabla 1.1 Características tecnológicas del horno de tambor rotatorio

1.3 Aplicación de la teoría integral del horno

Al caracterizar los equipos de la industria metalúrgica y de materiales, específicamente los hornos de tambor rotatorio, estos son considerados como agregados (Chang Cardona, 1997), a los cuales se le suministra: materia prima y energía; y se extraen de los mismos: productos, gases, polvo y energía, por ende, la aplicación de la teoría integral, a estos, se analiza como 5 procesos interrelacionados entre sí; tales procesos se desarrollan en la zona de trabajo del horno y son:



- Proceso tecnológico
- Proceso energético
- Proceso de transferencia de calor
- Proceso mecánico
- Proceso aerodinámico

1.3.1 Proceso tecnológico

El proceso tecnológico representa en sí mismo el conjunto de las transformaciones físico – químicas, de la materia prima alimentada, dando lugar a la obtención de los productos deseados, es decir, la evaporación del agua libre asociada a la materia prima y la disociación del carbonato básico de níquel. Este proceso se rige principalmente por la ley de conservación y transformación de la materia, expresada por el balance de materiales, elementos y compuestos que participan en dicho proceso; y cualitativamente se evalúa mediante la expresión siguiente:

$$A = M_{CBNi} \cdot \phi \cdot \omega_{max} \cdot \tau \tag{1}$$

donde:

A: representa la productividad del horno, en t_p/d .

En la zona de secado - cadenas

 M_{CBNi} : es la masa de carbonato básico de níquel húmedo a transformar, en kg o t de materia prima (t_{mp}), contabilizada para el tiempo del balance de materiales del proceso.

En la práctica, los instrumentos de medición ofrecen los resultados en t/h. Para determinar con mayor precisión el valor promedio de este flujo másico respecto a un turno de trabajo de 12 h, se toma en el contador (acumulador) de cantidad el "tonelaje" final de carbonato básico de níquel con el que se terminó el turno y se le resta a su homólogo de entrada, esta diferencia se divide por las 12 h.

Al término de la zona de cadenas, la materia prima ha perdido toda la humedad externa y se contabiliza como tonelada de carbonato básico de níquel seco, que es la



entrante a la zona de calcinación en ese mismo tiempo de balance. Al finalizar la zona de calcinación y la de enfriamiento se obtiene la masa o "tonelaje" de óxido de níquel producto, como resultado del conjunto de transformaciones físico – químicas que ocurren en esta zona, a partir de las cuales se obtienen, además, los gases tecnológicos.

A la diferencia de masa entre el carbonato básico de níquel seco y los gases tecnológicos, hay que restarle la masa de polvo que es arrastrada por los gases de combustión en esta zona.

En esta zona se evapora el H₂O libre del carbonato básico de níquel húmedo:

$$H_2 0 (l) = H_2 0 (g)$$
 (1.1)

El rango de variación de temperatura de los gases se encuentra entre 770 - 400 °C.

En la zona de calcinación

En esta zona tiene lugar la combustión del fuel – oíl por lo que la temperatura máxima de los gases puede alcanzar valores entre 1250 y 1450 °C en el tramo más cercano a la llama, mientras que a medida que se acerca al extremo de la zona de cadenas la temperatura de los gases disminuye hasta 800-750 °C.

El proceso tecnológico en esta zona es la disociación térmica del carbonato básico de níquel seco industrial. La calidad del mismo varía en correspondencia con la composición del licor producto de lixiviación por NH₃, CO₂, Ni, S, Co, Fe y otros iones presentes; además, de las condiciones de velocidad de cristalización del carbonato básico de níquel durante la destilación. Por consiguiente, varían, tanto la composición de fase del carbonato básico de níquel, como su granulometría, densidad y morfología. Esto aconseja representar el carbonato básico de níquel seco en su forma contaminada con azufre por la fase variable siguiente:

$$xNiCO_3 \cdot yNi(OH)_2 \cdot zNiSO_4 \cdot nH_2O$$
(1.2)



Según Romero (1991), la disociación térmica del carbonato básico de níquel seco sin impurezas de azufre, se puede representar por las etapas siguientes:

Etapa I: Eliminación del agua estrutural: nH2O(g)

Etapa II: Disociación del hidróxido de níquel: $yNi(OH)_2 \rightarrow yNiO + yH_2O_{(g)}$

Etapa III: Disociación del carbonato de níquel: $xNiCO_3 \rightarrow xNiO + xCO_{2(g)}$

Para el carbonato básico de níquel industrial hay que considerar, adicionalmente, la descomposición térmica de sulfato de Níquel:

Etapa IV: Disociación de sulfato de níquel: NiSO₄ \rightarrow NiO + SO_{2 (g)} + (¹/₂) O_{2 (g)}

Por tanto, la reacción general de su disociación quedará:

 $xNiCO_3 \cdot yNi(OH)_2 \cdot zNiSO_4 \cdot nH_2O$

$$\rightarrow (x + y + z)NiO + xCO_2(g) + (n + y)H_2O(g) + zSO_2(g) + \left(\frac{1}{2}\right)zO_2(g)$$
(1.3)

La mencionada variabilidad de las propiedades físicas y químicas del carbonato básico de níquel indican la necesidad de caracterizar con rigor las muestras que se toman a la entrada del horno y en el sedimentador para diferenciar los "patrones" de operación respecto a cada tipo de carbonato básico de níquel que permita garantizar una calidad estable del óxido de níquel producto, lo cual hasta ahora no ha sido posible y constituye una de las razones por las que el producto sale fuera de especificaciones con una frecuencia perceptible.

Uno de los problemas que existen en la metodología actual del balance de masa del carbonato básico de níquel seco es la determinación de la masa de nH₂O, así como la masa de otros elementos no analizados químicamente que se corresponda con la composición racional del producto óxido de níquel con una calidad determinada. Para las impurezas principales de Fe y Co, se asume que las reacciones son las siguientes:

 $2Co(OH)_3(s) \rightarrow Co_2O_3(s) + 3H_2O(g)$

(1.4)



 $2Fe(OH)_3(s) \rightarrow Fe_2O_3(s) + 3H_2O(g)$

(1.5)

El grado de disociación de las reacciones deben ser el 100 % para garantizar la calidad del producto óxido de níquel, tanto en composición química, como en densidad, por lo que se toman muestras de este con una pala a la salida del horno de tambor rotatorio.

φ: coeficiente de agitación y contacto en el interior del equipo, el cual depende de las particularidades constructivas de éste, dirigidas a garantizar la mayor frecuencia de contacto entre las partículas o moléculas del material con los elementos fijos y móviles del equipo que participan en éste; y si dentro del equipo se producen transformaciones físico-químicas, entonces, se requiere adicionalmente, que los reactivos y la energía en el espacio útil, dónde se efectúa dicha interacción, estén disponibles para cada partícula o molécula de todo el material, en cualquier punto del espacio de trabajo, a un mismo tiempo.

Si se cumple esta última condición, $\varphi = 1$, y mientras menor sea dicha disponibilidad y la mencionada frecuencia de contacto, φ se irá acercando a cero. Valorar este coeficiente entre 0 y 1 no es posible en la mayoría de los casos. Por consiguiente, se recomienda evaluarlo cualitativamente (Excelente, Bueno, Regular, Mal). Por tanto, el coeficiente de agitación y contacto del horno de tambor rotatorio, no es bueno, ya que, a excepción de las cadenas, no existe otro elemento interno que propicie una mayor frecuencia de contacto entre cada partícula de carbonato básico de níquel seco y los gases calientes.

 $\omega_{máx}$: representa la velocidad máxima de transformación físico – química de la materia prima, componente útil, en producto, en t_p/(t_{mp}·h).

 τ : es la jornada de trabajo del horno de tambor rotatorio, en (h/d), condicionado por las unidades, antes establecidas, ya que el régimen de trabajo es continuo.

1.3.2 Proceso energético

El proceso energético está presente en todos los hornos y se rige por la ley de conservación y transformación de la energía, que de forma sintetizada para los



procesos unitarios de la metalurgia y los materiales se describe como la cantidad de energía suministrada al horno o desprendida dentro de él, la cual debe ser tal que garantice la necesidad de consumo de todas las transformaciones físico – químicas de la materia prima, para convertirse en producto, y además, compensar todas las pérdidas de energía que inevitablemente se producen durante el proceso. Esta concepción puede expresarse de la siguiente forma:

$$E \cdot X = \frac{A}{\tau} \left(q_m + \sum Q_{perd} \right)$$
(1.6)

donde:

 $E \cdot X = Q_{sum}$, en (kJ/h), representa la fuente principal de suministro de energía al horno para garantizar el perfil de temperatura de los gases y el material, mediante la combustión del combustible líquido (fuel-oíl).

 $\frac{A}{\tau} \cdot q_m$: es la necesidad energética del carbonato básico de níquel húmedo para transformarse en producto NiO con la calidad requerida por el mercado, en (kJ/h)

 q_m : en (kJ/t). Se le denomina calor útil ($Q_{útil}$) consumido en este Proceso, el cual determina la eficiencia energética del horno (EFE).

$$EFE = \frac{\left(\frac{A}{t} \cdot q_{m}\right)}{E \cdot X} \cdot 100, \quad en [\%]$$
(1.7)

Para la calcinación del carbonato básico de níquel, el sentido energético de cada acápite del Q_{útil} puede ser enumerado ordenadamente como el consumo de energía para:

- > calentar el H₂O libre y su evaporación a P = 1 at;
- calentar la masa del carbonato básico de níquel seca desde la temperatura que entró al horno hasta la temperatura de disociación para transformarlo en óxido de níquel producto;
- sobrecalentar los gases tecnológicos -resultado de la disociación térmica el polvo arrastrado desde la zona de calcinación hasta la salida del horno;



disociar toda la masa de carbonato básico de níquel seco hasta óxido de níquel producto.

 $\frac{A}{\tau} \cdot \sum Q_{perd}$: son las pérdidas de energía que inevitablemente ocurren en el horno durante el desarrollo del proceso tecnológico con los materiales salientes y a través del cuerpo del horno y sus orificios. Se expresa en (kJ/h) y $\sum Q_{perd}$, en (kJ/t).

1.3.3 Proceso de transferencia de calor

El proceso de transferencia de calor se caracteriza por el transporte de energía (calor) desde los elementos del horno, fundidos y gases en movimiento hacia el material a procesar o viceversa. La ecuación principal de la transferencia de calor de una fase gaseosa, líquida o sólida hacia el carbonato básico de níquel para llevar la energía hacia el carbonato básico de níquel y convertirlo en producto óxido de níquel en el espacio de trabajo del horno se representa de forma particular en el horno de tambor rotatorio por la ecuación:

$$\frac{A}{t} \cdot q_{m} = h_{t} \cdot \Delta t \cdot F_{m} \cdot 3600$$
(1.8)

donde:

3600: representa los segundos que tiene una (1) hora, s/h; este factor de conversión se introduce con el objetivo de expresar las unidades de la ecuación del proceso de transferencia de calor en unidades de flujo térmico.

 h_T : representa al coeficiente de transferencia de calor total en el horno, cuyas formas se dirigen hacia el carbonato básico de níquel, se expresa en [W· (m²·grado)⁻¹] o [J· (s·m²·grado)⁻¹]. Se identifica la convección forzada y la radiación térmica de los gases y del revestimiento como las formas principales de transferencia de calor, por lo que la temperatura y la velocidad de los gases juegan un papel importante en la operación del horno.

 F_m : es la superficie del material que participa en el intercambio térmico, determinada por las formas geométricas del material a lo largo y ancho de la cuerda que da la cara a los gases (F_{m1}) y por la parte inferior con el arco del revestimiento (F_{m2}) al levantarse durante la rotación.



1.3.4 Proceso mecánico

El proceso mecánico está presente en la mayoría de los procesos de la industria metalúrgica y de materiales y se caracteriza por el movimiento de materiales sólidos que están presentes en el interior del equipo (carbonato básico de níquel seco y Producto óxido de níquel), y con el debido conocimiento de las leyes que rigen a esta se puede mejorar el proceso tecnológico; por eso es uno de los procesos que se emplea en la ingeniería básica para determinar el área de la sección transversal (F_s) por dónde se mueven dichos materiales (ecuación de gasto modificada):

$$\frac{A}{\tau \cdot \rho_{\rm s}} = F_{\rm S} \cdot W_{\rm S} \tag{1.9}$$

donde:

W_s: representa la velocidad lineal de los materiales sólidos en cada zona del horno, depende del diámetro interior (m), el ángulo de inclinación (^o) y la frecuencia de rotación del tambor (rpm).

La disminución de la frecuencia de rotación del tambor durante la operación del horno cuando se procesa un carbonato básico de níquel que da NiO producto fuera de especificaciones, permite incrementar el tiempo de retención del carbonato básico de níquel dentro del horno, si la productividad es constante, aunque en ciertos límites que pueden resultar insuficientes para revertir las mencionadas consecuencias.

 $F_{s} = \varphi \cdot F_{g}$: representa el área de la sección transversal que ocupa el material en el interior del tambor, respecto a su homóloga de los gases (F_{g}), en (m^{2}). Aquí (φ), es el coeficiente de llenado del horno, el que se regula por el "tonelaje" M en la ecuación de la productividad.

 ρ_{s} : es la densidad del sólido, que se determina en las muestras del carbonato básico de níquel y de óxido de níquel producto, en (t/m³).

1.3.5 Proceso aerodinámico

El proceso aerodinámico se caracteriza por el movimiento de los gases dentro del horno, de cuya velocidad dependerá el arrastre de materiales sólidos finos, la estabilidad de la carga y en gran medida el curso del proceso de transferencia de



calor, combustión del combustible, distribución de la temperatura y presión, los cuales garantizan el normal desarrollo del proceso tecnológico. Para garantizar los objetivos tecnológicos es necesario identificar las posibles fuentes de generación y suministro de gases al horno mediante la ecuación de gasto modificada, considerando una presión total de 1 atm.

$$\left(\frac{A}{\tau} \cdot V_1 + V_2 \cdot X + V_3\right) \cdot \frac{T}{T_0} = F_g \cdot W_t$$
(10)

donde:

 $\frac{A}{\tau} \cdot V_1$: es el flujo volumétrico de los gases tecnológicos, en (m³/h).

 V_1 : es el volumen específico de dichos gases, desprendidos por cada tonelada de producto óxido de níquel obtenido durante el secado térmico y la calcinación del carbonato básico de níquel durante el tiempo de balance de masa, (m³/t).

 $V_2 \cdot X$: es el flujo volumétrico (m³/h) de los gases de la combustión completa del fueloíl (CO₂, H₂O y SO₂), que incluye el O_{2 libre} y el N₂ del aire primario y del secundario, así como el exceso de vapor de H₂O empleado para la pulverización del fuel - oíl. Aquí, V₂ es el volumen específico de dichos gases, desprendidos por cada tonelada de fuel-oíl combustionado, (m³/t).

 V_3 : es el flujo volumétrico (m³/h) de un reactivo gaseoso. En la calcinación, teóricamente, este no existe, ya que no se emplea el aire como reactivo oxidante del carbonato básico de níquel, aunque ayuda a oxidar las impurezas de azufre que contiene la pasta de carbonato básico de níquel que no están en forma de sulfatos) y garantiza la atmósfera oxidante que necesita la disociación térmica, desde el punto de vista termodinámico. Por eso, todo el aire alimentado, se incluye en V₂.

1.4 Antecedentes de la investigación

Los hornos de tambor rotatorio, tienen una larga historia de uso en la industria Química y Metalúrgica, numerosos estudios se han realizado sobre los mismos desde el punto de vista tecnológico en varios países, por tanto, se han llevado varias investigaciones con la finalidad de mejorar el proceso de calcinación durante la



obtención del óxido de níquel calcinado por cuanto se relacionan a continuación algunos de estos estudios:

Domínguez y Selva (1977), investigaron sobre la automatización del horno de calcinación buscando mejorar la operación para garantizar que los parámetros y variables del proceso sean precisos, no abordaron la composición físico-química del óxido de níquel.

Romero (1991), determinó el comportamiento cinético del proceso de calcinación y determinó a la misma vez el calor de disociación del carbonato básico de níquel, los resultados se emplearon para calcular el calor útil consumido en el horno de tambor rotatorio con mayor precisión en la eficiencia energética (EFE) del horno.

Romero (1996), determina los modelos cinéticos más probables para las diferentes etapas de la descomposición térmica de la muestra, y también analiza la influencia de la velocidad de calentamiento en la composición térmica.

Columbié (2000), recoge los resultados de los autores en lo relacionado con la modelación matemática del proceso de calcinación del carbonato básico de níquel en el horno tubular rotatorio. Se exponen las ecuaciones que conforman el modelo y la fundamentación científica sobre la cual fueron obtenidas. La modelación se basa principalmente en el planteamiento de las ecuaciones del balance material y energético en forma dinámica, que lleva a la obtención de un sistema de ecuaciones diferenciales en derivadas parciales, las cuales se complementan con otras ecuaciones algebraicas que establecen la relación entre los diferentes coeficientes y parámetros físicos.

Vargas y Amurrio (2001), describieron un modelo simple para la calcinación del carbonato de calcio en óxido de calcio, por medio de un horno rotatorio expresado como una serie de reactores perfectamente agitados e interconectados con zonas muertas. La cinética de la reacción fue determinada experimentalmente y la transferencia de calor fue determinada por mediciones en una fábrica de cemento.

Columbié (2001), estableció el modelo matemático para el control integral del proceso de calcinación del Carbonato Básico de Níquel en el horno de tambor



rotatorio, quedando representado por 9 ecuaciones diferenciales en derivadas parciales que describen el comportamiento dinámico del objeto, determinan la dirección del proceso estos modelos aportan ecuaciones importantes para el análisis de los procesos de transferencia de calor de gran complejidad.

Alvarez y Andrés (2003), evaluaron algunas de las variables operacionales en el área de calcinación (ferroníquel), en función de su comportamiento ante el uso de una serie de implementaciones tecnológicas (actuales y a futuro), las cuales son: inyección de agua a la alimentación de los calcinadores, implementación de una trituradora terciaria de cono en sustitución de una trituradora de rodillos para la alimentación, y el uso de aditivos químicos en el proceso de peletización.

Chang Cardona, *et al* (2003), introdujo una modificación en la operación del horno, por lo que se realizó una investigación a escala industrial para establecer una metodología de balance energético que permitiera determinar la nueva norma de consumo de combustible, verificar la relación de masa carbonato básico de níquel y sulfuro de níquel previamente establecida y diagnosticó el proceso energético en el horno de tambor rotatorio industrial.

Romero (2005), trabajó en la posibilidad de la utilización de la ecuación generalizada de Kissinger y la aplicación del método de Kissinger para la determinación de parámetros cinéticos y las limitaciones de estos métodos. También se determina el modelo cinético para esta etapa de la transformación y se efectúan comparaciones entre los resultados obtenidos y otros reportados anteriormente por los autores.

Fuentes (2009), estudió la separación magnética del polvo de NiO (se comercializa como pigmento cerámico), con el objetivo de mejorar sus características para dicho empleo, éste se recupera del sistema de purificación de gases de la planta de sinterización de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Según el cliente la presencia de fracción magnética cambia la coloración deseada en las piezas cerámicas.

Romero y Llópiz (2010), determinaron por espectrometría de masa y termogravimetría convencional, los parámetros y modelos cinéticos de los procesos



de salida de agua y dióxido de carbono en la descomposición térmica de carbonatos básicos de níquel y de cobalto. Se demostró la ventaja de la espectrometría de masa para individualizar la cinética de procesos complejos de descomposición térmica, cuando las reacciones ocurren simultáneamente en un intervalo de la temperatura.

Durán (2013), determinó la influencia de la carga (carbonato básico de níquel) en el producto final a partir de los principales parámetros tecnológicos del proceso de calcinación del carbonato básico de níquel. Para lograr este objetivo se empleó, la metodología de la modelación estadística, realizándose, un análisis de los diferentes parámetros operativos del proceso con respecto a la carga alimentada al calcinador uno, en la empresa René Ramos Latour.

Sánchez (2013), analizó las causas que provocan las no conformidades en la calidad del producto final de la sección de calcinación en la Planta de calcinación y Sinter, basado en la caracterización del proceso de obtención de óxido de níquel y la identificación de las causas que inciden sobre la calidad del óxido de níquel durante el período comprendido entre enero y diciembre de 2011, en la Empresa Comandante René Ramos Latour.

Rodriguez (2013), determinó la nueva carta tecnológica de los parámetros de operaciones y factores mecánicos del proceso de calcinación para garantizar la calidad del óxido de níquel que se produce en la Empresa René Ramos Latour.

Yarnangoré (2014), estableció una herramienta computacional para realizar los balances de masa y energía del proceso de calcinación que permita evaluar el índice de consumo del fuel-oíl y las pérdidas de calor ante diferentes condiciones operacionales para facilitar la toma de decisiones y proponer alternativas técnicas que contribuyan a disminuir el índice de consumo de fuel - oíl del horno.

Riverón y Rojas (2014), estudiaron experimentalmente el secado del carbonato de níquel a escala de laboratorio. Se muestran los valores de humedad crítica y los gráficos: curva característica de régimen de secado y dependencia de la humedad del tiempo. Se obtuvieron modelos para estimar las pendientes de los periodos: velocidad constante y decadente lineal hasta la humedad de equilibrio, en



dependencia de los factores externos (temperatura de secado, humedad inicial y el pH de la pulpa de carbonato). La composición química del carbonato no produjo un efecto estadísticamente significativo sobre la velocidad del secado.

Gaínza Delgado, *et al* (2016), realizaron los balances de masa y energía en el horno de calcinación de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, para la determinación del índice de consumo del petróleo empleado para la obtención del óxido de níquel a través de la descomposición térmica del carbonato básico de níquel.

Las investigaciones citadas anteriormente se enfocan al estudio de la automatización, modelación, balance de masa y energía del horno de tambor rotatorio, así como, al comportamiento cinético de las principales transformaciones físico-químicas que se llevan a cabo en el proceso. También se hace referencia a algunos trabajos encaminados a elevar la calidad del óxido de níquel y el producto final; sin embargo, no se reportan trabajos sobre la utilización del polvo de sínter o arenilla, con el fin de evaluar el comportamiento de la calidad del polvo químico obtenido, sin afectar la calidad del óxido de níquel calcinado.

Conclusiones parciales

- Como resultado de la revisión bibliográfica relacionada con la temática desarrollada, se comprobó que no existe suficiente información técnica, sobre la evaluación del contenido de níquel metálico en el polvo químico.
- No se reportan estudios sobre la utilización del polvo de sínter o arenilla, con el fin de evaluar el comportamiento de la calidad del polvo químico obtenido, sin afectar la calidad del óxido de níquel descargado del horno de tambor rotatorio.
- Es necesario enfocarse en las condiciones de operación del proceso de obtención del óxido de níquel con acciones preventivas para disminuir el contenido de níquel metálico y obtener un polvo químico con mejor calidad.



CAPÍTULO II MATERIALES Y MÉTODOS

El éxito de una investigación científica está basado en la fiabilidad de los resultados, para esto se requieren herramientas apropiadas para su ejecución. La adecuada selección de los métodos y procedimientos experimentales empleados es fundamental en todos los trabajos de investigación. Por tanto, en el presente capítulo se señalan los principales materiales y métodos. Así como el manejo de los resultados obtenidos. Los objetivos específicos de este capítulo son:

- 1. Caracterizar los principales materiales y equipos empleados durante el desarrollo del trabajo.
- 2. Exponer la metodología para toma y preparación de muestras.
- Exponer las principales técnicas y procedimientos utilizados durante el trabajo experimental.

2.1 Características de los materiales empleados

En el presente estudio se utilizaron los siguientes materiales: el carbonato básico de níquel, la arenilla, el polvo de sínter, óxido de níquel y polvo químico, productos obtenidos en la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Las características fundamentales de estos materiales se exponen a continuación:

2.1.1 Carbonato básico de níquel filtrado

El carbonato básico de níquel filtrado, figura 2.1, es un material amorfo compuesto por partículas muy finas de color verde, se obtiene producto de la filtración, en los filtros de vacío, de la pulpa de carbonato básico de níquel proveniente de los sedimentadores. Sus características físicas y químicas se muestran en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Características físico-químicas del carbonato básico de níquel filt	rado
---	------

Parámetro	Contenido	Unidad de medida
Granulometría	< 17	μm
Humedad	≤ 70	%
Densidad	0,39	t/m ³
Contenido de níquel	≥ 48	%
Contenido de cobalto	< 1	%
Contenido de hierro	< 1,72	%





Figura 2.1 Carbonato básico de níquel filtrado alimentado al horno de tambor rotatorio.

2.1.2 Arenilla

La arenilla mostrada en la figura 2.2, es un material que se está incrustando en las paredes de los alambiques de destilación del licor producto de la UBP Recuperación de Amoniaco y Cobalto, recolectada al realizar su limpieza.



Figura 2.2 Arenilla producto de la incrustación en los alambiques de licor.



La composición química de la arenilla, tabla 2.2, es muy semejante a la composición del carbonato básico de níquel. Para fines de la presente investigación, el flujo alimentado al proceso de calcinación fue de 1 t/h durante 24 horas (2 turnos de 12 horas cada una).

Tabla 2.2 Composición química de la arenilla.

Parámetro	Valor numérico	Unidad de medida
Contenido de Níquel	≥ 46,31	%
Contenido de Cobalto	≤ 0,33	%
Contenido de Hierro	≤ 0,31	%

2.1.3 Polvo de sínter

El polvo de sínter, figura 2.3, es un material fino que se recolecta en el sistema de captación de polvo y limpieza de gases, (baterías de ciclones y filtros mangas), productos de la degradación del óxido de níquel en la máquina de sínter. El polvo recolectado es bombeado a través de una tubería hacia la tolva de polvo.



Figura 2.3 Polvo de sínter.

Este polvo se caracteriza por su alto contenido de carbono, tabla 2.3, el cual es considerado perjudicial en el proceso de calcinación, dado a la naturaleza reductora



del carbón. Sin embargo, en la presente investigación este polvo es alimentado al horno de tambor rotatorio a razón de 333 kg/h.

Tabla 2.3 Características del polvo de sínter.

Parámetro	Valor numérico	Unidad de medida
Contenido de azufre	desde 0,1 hasta 0,4	%
Contenido de carbono	desde 0,5 hasta 2,5	%
Contenido de hierro	0,9 máx.	%
Contenido de níquel	desde 86 hasta 93	%

2.1.4 Óxido de níquel

El óxido de níquel, figura 2.4, es un producto intermedio obtenido en los hornos de calcinación, debido a la descomposición del carbonato básico de níquel filtrado, es de color gris, poco fusible, magnético y se caracteriza por su alto peso específico. El mismo contiene impurezas nocivas como el S, C y Fe.

Las características físicas y químicas del mismo se exponen en la tabla 2.4, este material se caracteriza por su alto contenido de níquel (\geq 76 %), y bajo contenido de azufre y carbono (\leq 0,03 y \leq 0,01 respectivamente) elementos cuyos valores son penalizados en el producto final.



Figura 2.4 Óxido de níquel calcinado.


Paráme	etro	Valor numérico	Unidad de medida
	Caracterís	sticas químicas	
Contenido d	e Níquel	≥ 76	%
Contenido de	e Cobalto	≤ 1,3	%
Contenido d	le hierro	≤ 0,7	%
Contenido de azufre		≤ 0,03	%
Contenido de	e carbono	≤ 0,01	%
	Caracter	rísticas físicas	
Densid	lad	250 – 300	g/cm ³
Granulometría	4 mm	30 – 48	%
	2,5 mm	25 – 33	%
	0,149 mm	20 – 25	%
	0,074 mm	< 2	%

Tabla 2.4 Características físico-químicas del óxido de níquel

2.1.5 Polvo químico

Según la NC – 859:2015, el óxido de níquel en polvo (polvo químico), figura 2.5, es un producto generado en el área de calcinación, a partir de la degradación que sufre el óxido de níquel, descargado por el horno de tambor rotatorio, en el proceso de transportación mecánica y trituración, así como parte del polvo que arrastra el óxido peletizado; el cual es aspirado por un sistema de captación de polvo en una batería de ciclones, y luego sometido a un proceso de clasificación y desmagnetización, obteniéndose un polvo de granulometría muy fina.





Figura 2.5 Lote de polvo químico.

Las características fundamentales del polvo químico, tabla 2.5, son los contenidos de: níquel metálico, azufre, carbón y hierro, cuyos contenidos deben ser menores que 0,7 %, 0,04 %, 0,01 % y 0,50 % respectivamente.

Para	ámetro	Valor numérico	Unidad de medida			
	Características	químicas				
Contenido de n	íquel	75 mín.	%			
Contenido de co	obalto	0,80 máx.	%			
Contenido de h	ierro	0,50 máx.	%			
Contenido de a	zufre	0,04 máx.	%			
Contenido de ca	arbono	0,01 máx.	%			
Contenido de n	íquel metálico	0,7 máx.	%			
Características físicas						
Granulometría	0,044 a 0,074 m	1	%			
	≤ 0,044 mm	≥ 99	%			

Tabla 2.5 Características físicas y químicas del polvo químico

2.2 Toma y preparación de las muestras

Para la realización de la investigación las muestras fueron tomadas en la UBP Calcinación y Sínter de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Las mismas se tomaron cada dos (2) horas (análisis de gases y determinación de la densidad y los contenidos de azufre, carbono e hierro del óxido de níquel calcinado) y al final de cada turno (determinación del níquel metálico, azufre, hierro y carbono del polvo químico).

2.2.1 Muestras de las materias primas

Las muestras del polvo de sínter, figura 2.3, y la arenilla, figura 2.2, envasados en big-bags de 1 900 kg de capacidad, se realiza mediante un método análogo descrito por la norma cubana NC-858:2015. El muestreo de dichos materiales se realiza como se describe a continuación:

Se toma la muestra en cinco puntos situados en el centro y en el punto medio de cada uno de los lados del cuadrado circunscrito a una circunferencia del diámetro igual del lado del big-bag. Se introduce el sacamuestra verticalmente según la altura teniendo en cuenta que no toque el fondo del big-bag; se hace girar la camisa del



sacamuestra dejando abierta la ranura para que, entre el material, se cierra la camisa dándole una vuelta completa para evitar la caída del producto introducido en la misma y finalmente se extrae del big-bag.

La toma elemental en cada punto de muestreo, será de 0,3 kg a 0,5 kg aproximadamente, se depositan en un recipiente colector. Con el conjunto de las tomas elementales se formó una muestra bruta que contará con una masa total aproximadamente entre 1,5 y 2,5 kg, que se divide en un divisor de 8 ranuras, de 6 a 10 mm de ancho, hasta lograr 2 muestras preparadas de 0,75 kg a 1,25 kg aproximadamente, una para análisis granulométrico y otra para determinar sus características químicas.

Se pulverizó la muestra preparada para determinar sus características químicas, hasta que todo el material pase por el tamiz de 0,149 mm (100 mesh), luego se homogeneizó con el homogeneizador mecánico por un período de tiempo mayor de 45 minutos. De la muestra homogenizada se toma una porción aproximada de 100 g para el análisis químico.

Por otra parte, las muestras del carbonato básico de níquel filtrado se tomaron de acuerdo a la norma de empresa NEIB 26–03–03. La muestra se tomó cada 2 horas en la descarga de la banda TR–118 B. Para ello se introduce transversalmente una cuchara metálica en el flujo de carbonato, que va en la correa hacia la tolva de alimentación del horno de calcinación. Se vertió el contenido en un pomo plástico de 250 mL y se tapó. Se trasladaron los incrementos de muestra obtenidos al área de preparación de muestra del laboratorio químico central de la empresa.

2.2.2 Muestra de gases

En el análisis de gases, para determinar los porcentajes de CO₂, O₂ y CO, la muestra se tomó a la salida de los gases del horno de tambor rotatorio, a través de una tubería metálica (toma muestra) instalada para dicho fin sobre la tapa del horno (figura 2.6). Para ello se conecta una manguera de goma en la tubería (toma muestra) y ésta a su vez es conectada a otra tubería en la cual existe una presión de vacío. Dada la diferencia de presiones entre el interior del horno y la tubería, los



gases empiezan a fluir por la manguera. Una vez que los gases fluyan a través de la manguera (este se calienta) se desconecta de la tubería de presión de vacío e inmediatamente después se le conecta al Orsat.



Figura 2.6 Área de toma de muestra de gases.

2.2.3 Muestra de óxido de níquel calcinado

La toma de muestra para determinar la densidad y los contenidos de azufre, carbono y hierro en el óxido de níquel, se realiza de acuerdo a las normas de empresa NEIB 26-03-04 y NEIB 26-03-08 respectivamente. La muestra se toma en la descarga del horno de calcinación, figura 2.7.





Figura 2.7 Área de toma de muestra del óxido de níquel calcinado.

Para ello, se emplea una pala de acero al níquel de 4 kg de capacidad y se deja reposar por 15 minutos. Una vez que la muestra esta fría, con ayuda de una cuchara metálica pequeña se vierten, aproximadamente 2 kg de óxido de níquel en un recipiente, y se envían al cuarto de preparación de muestras del laboratorio central de la empresa para la determinación del azufre, carbono y hierro. A continuación, se deposita, en otro recipiente, cierta cantidad de la muestra y se traslada al área de trabajo para la determinación de la densidad del óxido de níquel.

2.2.4 Muestra de polvo químico

El punto de muestreo está ubicado en el área de envase del óxido de níquel en polvo químico y se realiza según las normas cubanas NC – 929:2014. El método de muestreo a emplear depende del tipo de envase solicitado por el cliente.

Para un lote de 1 500 kg envasado en bolsas de 25 kg, se selecciona uno de cada diez bolsos del producto envasado, se introduce el sacamuestra de forma diagonal por la parte superior del bolso, se hace girar la camisa del sacamuestra dejando abierta la ranura, facilitando el llenado de la cámara del tubo. Para evitar la caída del producto introducido en la misma, se cierra la ranura dándole una vuelta completa a la camisa y finalmente se extrae el sacamuestra.

La masa de la muestra extraída de cada bolso (toma elemental), será de 0,2 a 0,3 kg aproximadamente y se deposita en un recipiente colector. Con el conjunto de las tomas elementales se formó una muestra bruta que contó con una masa total aproximadamente de 1,2 a 1,8 kg, la cual se divide en un divisor de 8 ranuras, de (6 a 10) mm de ancho, hasta lograr 2 muestras preparadas de 0,60 a 0,90 kg aproximadamente, una destinada para análisis granulométrico y otra para determinar sus características químicas.

La muestra preparada para determinar sus características químicas, se pulverizó hasta que todo el material pase por el tamiz de 0,149 mm (100 mesh). La muestra



pulverizada se homogenizó con el homogeneizador mecánico por un período de tiempo mayor de 45 minutos.

La muestra homogeneizada se dividió en 3 muestras finales, dos muestras de 100 g cada una, destinadas una para el cliente y otra para el análisis químico y una de 200 g que se conserva como muestra testigo, las mismas se envasaron en recipientes apropiados, debidamente identificadas con los datos siguientes: código de la muestra, número del lote y año de fabricación.

En la figura 2.8 se realiza la representación esquemática del procedimiento de muestreo descrito anteriormente.





Figura 2.8 Representación esquemática de muestreo del polvo químico en bolsos de 25 kg. Fuente: NC – 929:2014

2.3 Métodos y técnicas analíticas

La investigación se desarrolló siguiendo el método tradicional de experimentación, el cual estuvo apoyado para su valoración en técnicas de análisis de gases, determinación de la densidad y la composición química. La obtención de los resultados a partir del método tradicional de experimentación, en las investigaciones exploratorias, hacen que estos métodos, sean adecuados para ser utilizados.

Los flujos de alimentación de la arenilla (1 t/h) y el polvo de sínter (333 kg/h) se fundamentan de acuerdo a la disponibilidad de la materia prima y a lo establecido en la práctica industrial de la UBP Calcinación y Sínter de la empresa "Comandante Ernesto Che Guevara".

2.3.1 Análisis de gases

El análisis de gases se realiza mediante el empleo del Orsat, figura 2.9, el cual es un dispositivo que permite realizar el análisis volumétrico en base seca de los gases productos de la combustión (dióxido de carbono, oxígeno y monóxido de carbono). El mismo está constituido por:

- Las pipetas A, B y C que contienen el hidróxido de potasio (absorbe el CO₂), ácido pirogálico (absorbe el O₂) y cloruro de cobre I (absorbe el CO), respectivamente.
- Una botella niveladora D.
- Una bureta de medición F revestida por una camisa de agua E (evita las variaciones de temperatura durante el análisis).
- Una válvula de tres pasos V–1: posición horizontal (entrada del gas), en diagonal (válvula cerrada) y posición vertical (evacuación del gas).
- Tres válvulas V–2, V–3 y V–4 de dos pasos: posición horizontal (cerrado) y posición vertical (abierto).
- Un tubo en U provista de un filtro que previene la entrada de partículas sólidas al equipo.



• Una manguera G colectora del gas.



Figura 2.9 Equipo Orsat para analizar los gases de combustión.

Los gases a analizar corresponden a los producidos en el horno de tambor rotatorio obtenidos de la combustión del combustible, cuyo procedimiento se describe a continuación:

- a) Se lleva el nivel de los reactivos en las distintas pipetas hasta las marcas grabadas en los cuellos, lo cual se hace abriendo las válvulas de cada pipeta con la botella de nivelación en una posición elevada y bajando luego lentamente la botella hasta que el reactivo alcance el nivel correcto.
- b) Luego se purga y endulza el equipo, para ello se conecta la manguera al tubo de escape del horno, se abre la válvula V-1 (horizontal), se succiona el gas bajando la botella niveladora, se cierra la válvula V-1 (diagonal) y se abre el mismo (vertical) para expulsar los gases subiendo la botella niveladora. Esta operación se repite 3 veces.

- c) Se toma la muestra definitiva abriendo la válvula V-1 (horizontal) y bajando la botella niveladora hasta conseguir que el líquido contenida en ella marque el nivel cero (0) en la bureta de medición, luego se cierra la válvula (diagonal).
- d) Se absorbe el dióxido de carbono de la muestra, para ello, se eleva la botella niveladora para ejercer una ligera presión sobre la muestra, se abre la válvula V–2 para comunicar los gases con el reactivo, subir la botella para forzar los gases a entrar en la pipeta del reactivo, regresar la muestra a la bureta bajando la botella, repetir esta operación de 4 -5 veces. Finalmente llevar el reactivo al nivel de referencia y cerrar la válvula V–2.
- e) Se igualan los niveles del líquido en la bureta y la botella niveladora y se toma la lectura.
- f) Se repiten los pasos d y e para absorber el dioxígeno (pipeta B y válvula V–3) y el monóxido de carbono (pipeta C y válvula V–4).

2.3.2 Determinación de la densidad del óxido

La densidad es una propiedad física que consiste en determinar la cantidad de masa de un material por unidad de volumen, es decir, es la razón entre la masa del óxido de níquel calcinado y el volumen que ocupa este. Entre los equipos empleados, figura 2.10, para su determinación están: un molino, un tamiz de 100 mesh, un embudo de acero al níquel con una bisagra pequeña en la parte inferior, un recipiente metálico de 230 g y 100 cm³, y una balanza analítica marca KERN con una capacidad máxima de 30 kg y mínima de 10 g.

El procedimiento seguido para determinar la densidad del óxido de níquel calcinado se expone a continuación:

- a) Se muele la muestra tomada según el epígrafe 2.2.2.
- b) Se cierne la muestra molida en el tamiz.
- c) Se vierte el polvo tamizado en el embudo, el cual tendrá la parte inferior cerrada con una bisagra.
- d) Se coloca debajo del embudo el recipiente metálico de 100 cm³ (asegurándose que en el lugar no haya corriente de aire para evitar pérdidas de polvo).



- e) Se abre la tapa inferior del embudo y se deja caer el polvo de óxido de níquel en el recipiente.
- f) Se enrasa y determina la masa del recipiente lleno de óxido de níquel utilizando la balanza analítica.
- g) Se resta la tara (masa del recipiente vacío) a la lectura indicada en la balanza.
- h) El resultado obtenido de la operación anterior se divide entre el volumen del recipiente (100 cm³) y se obtiene así el valor de la densidad del óxido.



Figura 2.10 Equipos empleados en la determinación de la densidad del óxido de níquel calcinado. a) Molino. b) Tamiz. c) Embudo con la bisagra. d) Recipiente metálico.

e) Balanza.

2.3.3 Método de combustión con analizador infrarrojo automático

El método de determinación de las concentraciones de carbono y azufre (NC – 621-3:2015) en el óxido de níquel calcinado y el polvo químico se basa en la combustión de la muestra en presencia de oxígeno, en un horno de alta frecuencia, dando lugar a la formación de dióxido de carbono y dióxido de azufre, logrando la determinación cuantitativa de estos componentes a través del analizador infrarrojo automático con balanza analítica acoplada, figura 2.11, en correspondencia con el peso de la muestra y los factores de calibración.



El flujo ininterrumpido de oxígeno garantiza la limpieza del sistema, evitando además la ocurrencia de interferencias o envenenamiento de los sensores u otras partes del analizador. Las concentraciones de azufre y carbono se emitirán automáticamente por el equipo y se mostrarán en el monitor de la computadora acoplada al mismo.



Figura 2.11 Analizador infrarrojo automático marca HORIBA con balanza analítica acoplada.

2.3.4 Espectrofotometría de absorción atómica

Según las normas cubanas NC – 1061:2014 y NC – 621-2:2015, el método para la determinación del níquel metálico final y el hierro en el óxido de níquel en polvo químico, es el método de espectrofotometría de absorción atómica, el cual consiste en la absorción selectiva de radiaciones electromagnéticas de diversas regiones del espectro por el sistema homogéneo objeto de análisis.

Para la determinación del hierro, la muestra se disuelve en una mezcla de ácido clorhídrico, nítrico y perclórico, hasta sequedad total y se diluye a un volumen determinado. La concentración del hierro se determina midiendo la absorbancia en un espectrofotómetro de absorción atómica, figura 2.12, a la longitud de onda de



259,9 nm, utilizando lámpara de cátodo hueco de hierro y como fuente de atomización llama aire/acetileno.



Figura 2.12 Espectrofotómetro de absorción atómica con cátodo hueco.

Por otra parte, para la determinación del níquel metálico, el principio del método se basa, en que la proporción de ensayo (muestra) es tratada con una solución de cloruro de hierro (III) al 8 % y sometida a la agitación y posterior filtración. La determinación de concentración de níquel se realiza empleando el espectrofotómetro de absorción atómica, figura 2.12, equipado con una lámpara de cátodo hueco de níquel y un quemador de llama aire/acetileno como fuente de atomización.

Conclusiones parciales

- Se caracterizaron los materiales: el carbonato básico de níquel, la arenilla, el polvo de sínter, óxido de níquel y polvo químico, empleados en la investigación.
- Se describieron los procedimientos de toma y preparación de muestra para el perfil gaseoso y contenido de azufre, carbono, hierro y níquel metálico, así como el empleo de equipos e instrumentos de muestreo en perfecto estado técnico y certificados, que garantizan la calidad y la veracidad de los resultados.



 Las técnicas analíticas y métodos empleados en la investigación reúnen los requisitos según las normas cubanas e internacionales, lo que garantiza la confiabilidad de los resultados.



CAPÍTULO III ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

El presente capítulo tiene como objetivo realizar el análisis de los resultados de: la caracterización química de los materiales (carbonato básico de níquel, arenilla y polvo de sínter), la determinación de los contenidos de CO₂, O₂ y CO en la atmósfera gaseosa del horno, y la evaluación de la calidad del óxido de níquel descargado y el lote de polvo químico envasado. Se establece una comparación de estos resultados con los valores establecidos en las normas cubanas (NC) y las normas de empresa (NEIB) correspondientes.

Se realizaron tres series experimentales. La primera serie se realizó, (8:00 am del 19 de marzo a 6:00 am del 20 de marzo), sin materiales de reproceso; en la segunda serie, (8:00 am del 12 de abril a 6:00 am del 13 de abril), se reprocesó polvo de sínter a razón de 333 kg/h y en la última serie, (8:00 am del 13 de abril a 6:00 am del 14 de abril), se reprocesó arenilla a razón de 1 t/h. En cada serie experimental se analizaron doce (12) muestras en un intervalo de dos (2) horas cada una. Durante todo el período de prueba, las condiciones de operación (productividad, perfil térmico, velocidad de rotación, etc.) del horno de tambor rotatorio se mantuvieron de acuerdo a lo establecido en la tabla 1.1. El tiempo de retención promedio de la materia prima en el horno fue, aproximadamente, una hora y cincuenta minutos.

3.1 Valoración de la calidad del polvo químico antes de la investigación

Los contenidos de níquel metálico, hierro, azufre y carbono en los lotes de polvo químico formados al reprocesar polvo de sínter o arenilla, antes de la investigación, presentaban valores superiores a los establecidos por la norma cubana NC– 859:2015 y norma de empresa NEIB–64–01–01, tal como se muestra en la tabla 3.1.

Anteriormente, los reprocesos de estas materias primas se realizaban por campañas, es decir, que durante 2 a 3 días de cada mes se reprocesaba polvo de sínter, y de 3 a 4 días se reprocesaba arenilla. La alimentación desmedida de estos materiales conllevaba a la obtención de un producto final (polvo químico) no conforme con las especificaciones establecidas por las normas citadas en el párrafo anterior, causando enormes pérdidas de recursos energéticos, materiales y disminuyendo la eficiencia



metalúrgica de la planta; pero el mayor problema generado, lo constituyen las grandes pérdidas económicas en los ingresos, por concepto de ventas de la empresa.

Tabla 3.1 Comportamiento de la calidad de los lotes de polvo químico antes de la investigación.

	idos, %	
Elemento	Reproceso de polvo de sínter	Reproceso de arenilla
Níquel	78,4 - 78,6	77,4 – 77,8
Níquel metálico	3 – 3,8	1,0 - 1,6
Hierro	0,8 - 0,9	0,6-0,7
Azufre	0,07 - 0,08	0,04 - 0,05
Carbono	0,01 - 0,03	0,01 - 0,02

3.2 Resultados de la caracterización química de las materias primas

El conocimiento de la composición química de las materias primas permite conocer la cantidad exacta de los elementos alimentados al proceso de calcinación, debido a que, resulta de gran importancia para la contabilidad metalúrgica y la predicción del comportamiento de la calidad de los productos obtenidos después del proceso al cual fue sometido, pues una materia prima con una composición química dentro de las especificaciones establecidas, conjuntamente con una adecuada operación del horno, garantizan una correcta transformación físico-química de la misma. Por tanto, a continuación, se muestran los resultados de la caracterización del carbonato básico de níquel, del polvo de sínter y la arenilla.

En la tabla 3.2 se muestran los resultados del análisis de las composiciones químicas de las muestras del carbonato básico de níquel alimentado al horno.

Tabla 3.2 Composición química del carbonato básico de níquel.

Muestras de Carbonato de Níquel	% Ni	% Co	% Fe
C-1	48,6	0,33	0,34
C-2	48,9	0,32	0,33



Así mismo, en la figura 3.1a y 3.1b, se muestra la comparación de estos resultados, con los valores establecidos por norma de empresa NEIB–64–01–11 (ver tabla 2.1). Se observa que los contenidos de hierro y cobalto están por debajo de los contenidos máximos normados, el contenido de níquel es superior al contenido mínimo requerido.









Figura 3.1 Comparación de los resultados del análisis químico del carbonato básico de níquel alimentado al horno. a) contenido de níquel. b) contenidos de hierro y cobalto.

La composición química del carbonato básico de níquel, está influenciada por el cumplimiento de los parámetros de operación en las plantas de Lixiviación y Lavado, y Recuperación de Amoniaco y Separación de Cobalto; es decir, si los contenidos de hierro y cobalto, son mayores que 1 % y 1,72 % respectivamente, existe una alta probabilidad de la presencia de sólidos disueltos en la primera etapa de lixiviación y por consiguiente, problemas en el proceso de filtración del licor en los filtros prensa.

Adicionalmente, cabe destacar, que el carbonato básico de níquel, con composición química fuera de especificación, afecta decisivamente la calidad del óxido de níquel descargado del horno y los productos finales (óxido de níquel sinterizado, polvo químico y polvo metalúrgico).

Los resultados de la caracterización química del polvo de sínter, alimentado al horno como material de reproceso, se muestran en la tabla 3.3 y en la figura 3.2 se realiza la comparación de estos resultados, con lo dispuesto en el gráfico analítico de control y muestreo (GACM) de la UBP calcinación y sínter (ver tabla 2.3).

Muestra de polvo de sínter	% S	% C	% Fe
P-1	0,214	1,801	0,392
P-2	0,203	1,660	0,533
P-3	0,223	1,784	0,476
P-4	0,178	1,735	0,400
P-5	0,165	1,616	0,399

Tabla 3.3 Resultados del análisis de la composición química del polvo de sínter.

Como se aprecia, que los contenidos de los tres elementos analizados (azufre, carbono e hierro) para las cinco (5) muestras, son menores que los límites máximos permisibles establecidos por dicho gráfico.

Hay que resaltar, que a pesar de que los contenidos de estos elementos estén dentro del rango establecido, son extremadamente perjudiciales para el proceso de calcinación. Esto se debe a que el azufre y el carbono son agentes reductores por



excelencia, sobre todo el azufre, quien a altas temperaturas tiene una gran afinidad por el oxígeno, disminuyendo así la atmósfera oxidante de los gases en el interior del horno.

Por otra parte, el carbono al entrar en contacto con dióxido de carbono generado por la combustión del petróleo, en ausencia de oxígeno, tiende a formar el monóxido de carbono, otro agente reductor no deseado en la composición gaseosa del horno; debido a que, cuando entra en contacto con el óxido de níquel (producto de la descomposición térmica del carbonato básico de níquel) lo reduce afectando sus propiedades, principalmente la densidad.



Figura 3.2 Comparación de los resultados del análisis químico del polvo de sínter.

Los resultados de la caracterización química de la arenilla se representan en la tabla 3.4, y en las figuras 3.3a y 3.3b se realiza una comparación con los contenidos de níquel, hierro y cobalto determinados en la muestra patrón (MP) (ver tabla 2.2).

Muestras de Arenilla	% Ni	% Co	% Fe
A-1	46,00	0,34	0,35
A-2	45,50	0,33	0,34
A-3	45,71	0,34	0,35
A-4	45,40	0,31	0,36



Se observa que el contenido de níquel está por debajo del mínimo requerido, el contenido de hierro muestra un comportamiento contrario y el contenido de cobalto presenta una variación media.



b

Figura 3.3 Comparación de los resultados del análisis químico de la arenilla. a) contenido de níquel. b) contenidos de cobalto y hierro.

La arenilla, a pesar de ser físicamente parecida al carbonato básico de níquel, químicamente es diferente, ya que son sales dobles de sulfatos de níquel y se caracteriza por el bajo contenido de este metal. Este material se obtiene por la



limpieza de las incrustaciones en las paredes de los alambiques de licor. Además de contener hierro y cobalto, contiene azufre puesto que los licores amoniacales presentan contenidos de este elemento.

3.3 Resultados de los análisis de gases

Uno de los parámetros más importantes a la hora de realizar el análisis del proceso de calcinación es el perfil gaseoso en el interior del horno, que conjuntamente con el perfil térmico constituyen los principales factores que definen las propiedades del óxido de níquel obtenido. El contenido de CO₂, O₂ y CO está vinculado con la relación petróleo/aire y la calidad de la materia prima alimentada al horno, por tal motivo, a continuación, se presentan los resultados de la atmósfera gaseosa del horno en dependencia del tipo de materia prima alimentada y la relación petróleo/aire.

Los resultados de la determinación de los contenidos de CO_2 , CO y O_2 en la atmósfera gaseosa del horno de tambor rotatorio, al reprocesar polvo de sínter a razón de

333 kg/h, se muestran en la tabla 3.5.

Tabla 3.5 Contenidos de CO_2 , CO y O_2 en la atmósfera gaseosa del horno de tambor rotatorio al reprocesar polvo de sínter.

Fecha	Turno	Hora	CO ₂ (%)	CO (%)	O ₂ (%)	Relación petróleo/aire
		08:00:00	13,4	0,0	1,6	0,13976
		10:00:00	14,3	0,0	1,1	0,13841
Ē	1	12:00:00	13,2	0,0	1,9	0,13935
de ab	I	14:00:00	12,3	0,0	0,9	0,14006
		16:00:00	12,1	0,0	3,1	0,14001
13	-	18:00:00	13,1	0,0	3,4	0,14080
<u> </u>		20:00:00	12,6	0,0	4,0	0,13879
2		22:00:00	12,8	0,0	3,2	0,13852
	2	00:00:00	14,0	0,0	1,4	0,14062
ă	2	02:00:00	14,0	0,0	1,2	0,14052
		04:00:00	14,6	0,0	0,6	0,13962
	-	06:00:00	14,8	0,0	0,8	0,13933



Se aprecia que el contenido de CO₂, en el 66,67 % de muestras analizadas, están dentro del rango establecido (13 – 16 %) por el gráfico analítico de control y muestreo; se observa un comportamiento similar, con respecto al contenido de O₂ (0,5 – 2,5 %). La tendencia principal que muestran estos resultados, es que a medida que disminuye el contenido de CO₂, se incrementa el de O₂, figura 3.4, garantizando la ausencia de gases reductores (CO) en el interior del horno.

Entre los factores a tener en cuenta a la hora de analizar el comportamiento de la atmósfera gaseosa del horno están las temperaturas en las distintas zonas del calcinador, la velocidad de rotación del mismo, (ver anexo A1) y sobre todo la relación de petróleo/aire, la cual ha de estar entre 0,12 y 0,16 para garantizar una atmósfera oxidante (ver tabla 3.5 y figura 3.5) y lograr una óptima descomposición térmica del carbonato básico de níquel en óxido, sin que este último se reduzca a níquel metálico, es decir se obtenga un producto metalizado.





La formación de níquel metálico en el proceso de calcinación, no solo afecta la calidad del óxido de níquel descargado, sino también, la calidad de los productos finales tales como el polvo químico y sínter de níquel.



El hecho de que el 33,33 % de las muestras analizadas presentan contenidos de CO_2 y O_2 fuera de lo establecido, está relacionado con el tipo y la calidad de materia prima alimentada al proceso de calcinación.



Figura 3.5 Variación de los contenidos de CO₂, O₂ y CO en función de la relación petróleo/aire, al reprocesar polvo de sínter.

En la tabla 3.6 se muestran los resultados de la determinación del CO_2 , $CO \ y \ O_2$ en los gases de salida del horno de tambor rotatorio, al reprocesar arenilla a razón de 1 t/h.

Fecha	Turno	Hora	CO ₂ (%)	CO (%)	O ₂ (%)	Relación petróleo/aire
		08:00:00	11,5	0,0	1,1	0,13902
ipri		10:00:00	12,9	0,0	1,3	0,14009
Del 13 al 14 de a	12:00:00	12,1	0,0	1,9	0,13943	
	I	14:00:00	13,6	0,0	2	0,13978
		16:00:00	14,1	0,0	2,5	0,14080
		18:00:00	12,4	0,0	3	0,13991
		20:00:00	11,6	0,0	4,4	0,13956
	2	22:00:00	11,8	0,0	2,4	0,13902
	-	00:00:00	12,6	0,0	2,8	0,13925

Tabla 3.6 Contenidos de CO₂, CO y O₂ en la atmósfera gaseosa del horno de tambor rotatorio al reprocesar arenilla.



02:00:00	13,8	0,0	2,2	0,13952
04:00:00	13,8	0,0	2	0,13963
06:00:00	11,4	0,0	4,8	0,13911

Se observa que solo 33,33 % de las muestras analizadas presentan un contenido de CO_2 dentro del rango establecido (13 – 16 %) por el gráfico analítico de control y muestreo; mientras que el 66,67 % del total de muestras analizadas presentan contenidos de O_2 dentro del rango establecido (0,5 – 2,5 %). Se mantiene la tendencia principal de que a medida que disminuye el contenido de CO_2 , se incrementa el de O_2 y viceversa, figura 3.6, lo que garantiza la ausencia de gases reductores (CO) en el interior del horno.

Las temperaturas de las distintas zonas del calcinador y la velocidad de rotación del mismo, en el período de toma y análisis de las muestras se presentan en el anexo A2. En cuanto, a la relación petróleo/aire para garantizar una atmósfera oxidante (ver tabla 3.6 y figura 3.7) y lograr una óptima descomposición térmica del carbonato básico de níquel, sin que este se reduzca a níquel metálico, ha de prefijarse entre 0,12 y 0,16 para no afectar la calidad del óxido de níquel descargado.



Figura 3.6 Variación de los contenidos de CO₂, O₂ y CO en las muestras analizadas al reprocesar arenilla.



En este caso, al comparar los contenidos de CO_2 y O_2 al reprocesar polvo de sínter y arenilla, se observa que los peores resultados, en cuanto a los contenidos de estos gases, se obtienen al reprocesar este último. Esto sugiere pensar, que la arenilla, además, de presentar contenidos bajos con respecto al níquel, y contenidos relativamente altos de cobalto e hierro, posee otras impurezas, no reflejadas en la tabla 3.4. Entre una de estas impurezas se puede mencionar al azufre contenido en el licor amoniacal. El planteamiento anterior justifica el bajo contenido de CO_2 , puesto que el azufre muestra una mayor afinidad hacia el oxígeno a altas temperaturas e impide la aparición y formación de CO_2 . En ambos casos se logra mantener una atmósfera oxidante en el horno.

Otro factor que pudiera influir en el bajo contenido de CO_2 al reprocesar arenilla, es la presencia de un mayor contenido de la fase zNiSO₄ (ver ecuación 1.2) y bajo contenido de la fase xNiCO₃, de cuya descomposición térmica se obtendría un mayor contenido de SO₂ (ecuación 1.3).







Los resultados de la determinación de los contenidos de CO_2 , O_2 y CO en la atmósfera gaseosa del calcinador, cuando este trabaja en condiciones normales (sin material de reproceso), se muestran en la tabla 3.7.

Para este caso, se observa, que el 100 % de las muestras analizadas presentan un contenido de CO_2 y O_2 dentro del rango de valores (13 – 16 %) establecidos por el gráfico analítico de control y muestreo. Se mantiene la tendencia de que al disminuir el contenido de CO_2 , se incrementa el de O_2 , figura 3.8, lo que garantiza la ausencia de CO.

Fecha	Turno	Hora	CO ₂ (%)	CO (%)	O ₂ (%)	Relación petróleo/aire
		08:00:00	14,1	0,0	1,1	0,1442
_		10:00:00	13,9	0,0	1,9	0,1310
0ZJ	1	12:00:00	14,5	0,0	1,1	0,1277
Del 19 al 20 de ma	I	14:00:00	14,9	0,0	0,8	0,1388
		16:00:00	14,1	0,0	1,2	0,1254
		18:00:00	15,1	0,0	0,8	0,1479
		20:00:00	13,6	0,0	2,3	0,1516
		22:00:00	13,3	0,0	2,4	0,1518
	n	00:00:00	13,9	0,0	2	0,1398
	Z	02:00:00	14,0	0,0	1,8	0,1274
	·	04:00:00	14,1	0,0	1,5	0,1317
		06:00:00	13,2	0,0	2,2	0,1292

Tabla 3.7 Contenidos de CO₂, CO y O₂ en la atmósfera gaseosa del horno de tambor rotatorio, en condiciones normales.

La relación petróleo/aire, que garantiza una atmósfera oxidante (ver tabla 3.7 y figura 3.9) en el interior del horno para lograr una óptima descomposición térmica del carbonato básico de níquel, es de 0,12 - 0,16 %. Las temperaturas de las distintas zonas del calcinador y la velocidad de rotación del mismo, en el período de toma y análisis de las muestras se presentan en el anexo A3.

Los contenidos de CO₂, O₂ y CO presenten valores dentro del rango establecido, se debe principalmente a que la materia prima, alimentada al calcinador, presenta las características químicas requeridas para tal fin; condiciones que no se presentan al



reprocesar polvo de sínter o arenilla, pues al reprocesar polvo de sínter, cuyas características se mostraron en la tabla 3.3, se introducen al proceso de calcinación elementos, tales como el azufre y carbono, reductores por excelencia. Mientras que, al reprocesar arenilla, se alimenta una materia prima con un bajo contenido de níquel y con una alta probabilidad de la existencia de un elevado contenido de azufre producto de la cristalizar del licor amoniacal en los alambiques de destilación.



Figura 3.8 Variación de los contenidos de CO_2 , O_2 y CO en las muestras analizadas en condiciones normales (sin reproceso).





Figura 3.9 Variación de los contenidos de CO₂, O₂ y CO en función de la relación petróleo/aire, en condiciones normales (sin reproceso).

3.4 Análisis de la calidad del óxido de níquel descargado

Los resultados de la determinación de la densidad del óxido de níquel descargado del horno de tambor rotatorio, al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales, se muestran en la figura 3.10. Se observa que el 83,3 % de las muestras analizadas, al reprocesar polvo de sínter a razón de 333 kg/h, presentan una densidad entre 250 – 300 g/cm³; mientras que al reprocesar arenilla a razón de 1 t/h, se aprecia que el 66,67 % de las muestras analizadas presenta valores de densidad comprendidos en ese intervalo.

Cuando el proceso de calcinación se lleva a cabo sin reproceso (condiciones normales), el 100 % de las muestras analizadas presenta valores de densidad dentro del rango establecido por el gráfico analítico de control y muestreo.



Figura 3.10 Variación de la densidad del óxido de níquel descargado del horno al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales.



Lo dicho anteriormente está relacionado con el cumplimiento del perfil gaseoso y térmico en el interior del horno de tambor rotatorio, es decir, si se detecta la presencia de gases reductores, ésta constituye la evidencia principal de que la combustión del petróleo es incompleta, por tanto, se obtiene un óxido de níquel con una alta densidad (superior a 300 g/cm³) debido a un alto contenido de níquel metálico producto de una metalización del material dentro del calcinador, para este último, además de lo anterior, inciden el reproceso inadecuado y la baja carga del carbonato básico de níquel al horno. Por otra parte, si se detectan altos contenidos de oxígeno, esto indica que el medio es muy oxidante y puede producirse un óxido pulverulento de baja densidad (inferior a 250 g/cm³).

Los resultados de la determinación del contenido de azufre en el óxido de níquel descargado se muestran en la figura 3.11. Se aprecia que el 91,67 % de las muestras analizadas, al reprocesar polvo de sínter, presentan contenidos de azufre menor que 0,03 % (valor máximo establecido por el gráfico analítico de control y muestreo). Se demuestra que realimentando este polvo al proceso de calcinación se logra una desulfuración del mismo, esto debido a la presencia de una atmósfera oxidante (alto contenido de O_2) en el interior del horno.

En el caso del reproceso de arenilla, se observa que el 100 % de las muestras presentan contenidos de azufre por debajo del límite máximo permitido. Se obtienen los mismos resultados al determinar los contenidos, de este componente nocivo, cuando al proceso de calcinación se alimenta sin reproceso.





Figura 3.11 Variación del contenido de azufre en el óxido de níquel descargado del horno al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales.

En la figura 3.12 se muestran los resultados de los contenidos de carbono determinados en óxido de níquel descargado. Se observa que el 75 % de las muestras analizadas, al reprocesar polvo de sínter, presentan contenidos de carbono mayor a 0,01 % (valor máximo establecido por el gráfico analítico de control y muestreo). Esto se debe principalmente a la realimentación de una materia prima con alto contenido de carbono (ver las características químicas del polvo en la tabla 3.3), y la variación de la carga al horno, con una inadecuada combustión del petróleo. Si la combustión del petróleo es completa o incompleta y si se está trabajando en un medio oxidante adecuado, estas cuestiones inciden directamente sobre la calidad de este producto intermedio.

Se aprecia un comportamiento contrario al reprocesar arenilla, es decir, el 83,33 % de las muestras analizadas, al reprocesar este material, presentan contenidos de carbono por debajo del límite máximo permitido. Mientras que si el proceso de calcinación se lleva a cabo en condiciones normales (sin reproceso) se observa que el 100 % de las muestras analizadas presentan contenidos de carbono por debajo del límite máximo permitido.







El contenido de carbono en el óxido de níquel calcinado, al reprocesar polvo de sínter, presente valores superiores al límite máximo permitido, no influye decisivamente en la calidad del polvo químico, debido a que el carbono contenido en este, es eliminado en el proceso de clasificación dinámica al cual es sometido, es decir, el carbono posee un menor peso específico en comparación con el óxido de níquel en polvo, este es elevado por el ventilador principal del clasificador y enviado a la tolva de rechazo mediante el ventilador axial.

Los resultados de la determinación del contenido de hierro en el óxido de níquel descargado; al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales (sin reproceso); se muestran en la figura 3.13. Se observa que el contenido de hierro, en todos los casos, es menor que 0,7 %; el cual está relacionado con la dosificación al horno de materia prima con bajo contenido de hierro (menor que el 0,6 %), pues es el principal factor que define la causa fundamental de la alteración de la calidad de este semiproducto.





Figura 3.13 Variación del contenido de hierro en el óxido de níquel descargado del horno al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales.

3.5 Análisis de la calidad del polvo químico

Los resultados de la determinación de los contenidos de azufre y carbono para el análisis de la calidad del polvo químico en los lotes: PQ 053–1/18 y PQ 054–1/18 (reproceso del polvo de sínter), PQ 055–1/18 y PQ 056–1/18 (reproceso de arenilla) y, PQ 033–1/18 y PQ 034–1/18 (sin reproceso o condiciones normales) se muestran en la figura 3.14.

Se aprecia que los contenidos de azufre en todas las muestras de los lotes de polvo químico analizados presentan valores inferiores a 0,01 %, contenidos menores que el establecido por la NC-859:2015 (0,04 % máximo). Se obtiene un resultado similar con respecto al análisis del contenido de carbono, es decir, que todos los lotes formados presentan contenidos de carbono menores que 0,01 %, valor máximo establecido por la norma de empresa NEIB-64-01-01.







En la figura 3.15 se muestra los resultados de los análisis de los contenidos de níquel metálico, hierro en los lotes de polvo químico formados durante el reproceso de polvo de sínter, arenilla y sin reproceso (condiciones normales) en la etapa de calcinación.

Se observa que el contenido de níquel metálico, en la mayoría de los lotes analizados, es menor que el 0,04 %, a excepción del lote PQ 053–1/18, el cual presenta un contenido de 0,179 %; pero en todos los casos, el contenido de níquel metálico es menor que el límite máximo (0,7 %) establecido por la norma de empresa NEIB–64–01–01. En cuanto al contenido de hierro, se aprecia que el contenido de éste, en la mayoría de los lotes de polvo, es menor que 0,065 %, a excepción del lote PQ 056–1/18, cuyo contenido de hierro es de 0,166 %; sin embargo, se aprecia que el contenido de hierro no supera el 0,5 %, valor máximo establecido por la norma cubana

NC-859:2015.





Figura 3.15 Variación de los contenidos de níquel metálico y hierro en los lotes de polvo químico formados, al reprocesar polvo de sínter, arenilla y en condiciones normales.

El cumplimiento de la calidad en cuanto a los contenidos de azufre, carbono, níquel metálico y hierro en los lotes de polvo químico está estrechamente relacionado con una correcta combinación de la variación de la carga al horno (reproceso de polvo de sínter o arenilla a razón de 333 kg/h o 1 t/h respectivamente), una adecuada relación de petróleo/aire (0,12 a 0,16), adecuado perfil térmico del horno y una velocidad de rotación óptima del horno (0,65 a 0,79 rpm), ver los anexos A1, A2 y A3), los cuales garantizan una atmósfera gaseosa oxidante (ausencia del CO) en el interior del horno.

Si se detecta la presencia de CO, indica que la combustión del petróleo es incompleta (relación petróleo/aire fuera del rango) y por tanto el producto final puede salir contaminado con azufre y níquel metálico debido a la alta metalización dentro del horno calcinador, para este último, además de lo anterior, inciden en el reproceso inadecuado y la baja carga del carbonato básico de níquel al horno. Por otra parte, si se detectan altos contenidos de oxígeno, esto indica que el medio es muy oxidante y puede producirse un óxido pulverulento de baja densidad y con la posibilidad de



contaminar con azufre y carbono al polvo químico. La dosificación de materia prima al calcinador, con elevado contenido de hierro y otras impurezas son las causas fundamentales en la incidencia de la alteración en la calidad del producto con respecto a este elemento.

Concusiones parciales

- El contenido de níquel, cobalto, hierro, azufre y carbono en las materias primas dosificadas al horno están de acuerdo a los requisitos normalizados mediante el gráfico analítico de control y muestreo.
- La determinación de los contenidos de CO₂, CO y O₂, en los gases de salida, demuestran la ausencia de gases reductores en el interior del horno calcinador.
- Se demuestra que la calidad del óxido de níquel, en cuanto a la densidad y el contenido de azufre e hierro, se mantiene dentro de los límites establecidos al reprocesar polvo de sínter o arenilla.
- Se demuestra que los contenidos de azufre, carbono, hierro y níquel metálico en los lotes de polvo químico formados se mantienen por debajo de los límites establecidos por la NC-859:2015 y NEIB-64-01-01.



CONCLUSIONES

- Se determinó que los contenidos de CO₂ y O₂, al reprocesar polvo, varían entre 12,6–14,8 % y 0,6–4%, mientras que, al reprocesar arenilla, los contenidos de estos oscilan entre 10,6–14,1% y 1,1–5,4%. El contenido de CO, en ambos casos se mantienen en 0%. Se observa, que a pesar de que los contenidos de CO₂ y O₂ no están en el rango establecido se garantiza una atmosfera oxidante en el interior del horno.
- Se determinó que la densidad del óxido de níquel descargado, al reprocesar polvo de sínter o arenilla, varía entre 250–300 g/cm³. El contenido de azufre, para ambos casos, varían entre los límites establecidos; se observa un comportamiento similar en el contenido de carbono al reprocesar arenilla, pero al reprocesar el polvo de sínter, el contenido de carbono supera hasta el 0,035 % al contenido máximo establecido por la norma.
- Se determinó el contenido de los elementos presentes en el lote de polvo químico envasado, donde el níquel metálico varía entre 0,011–0 ,179 %; azufre 0,003–0,009 %; hierro 0,042–0,166 % y carbono 0–0,002 %; estos son menores que el mínimo requerido por la norma cubana NC–859:2015 y la norma de empresa NEIB 64–01–01, lo que garantiza la calidad de este producto.



RECOMENDACIONES

- Analizar la influencia de la dosificación del polvo de sínter o arenilla en la formación de pellets de óxido de níquel calcinado.
- Analizar las muestras de carbonato básico de níquel a diferentes temperaturas por técnicas que permitan observar los cambios estructurales que se experimentan durante el proceso de calcinación.
- Implementar los resultados obtenidos en la investigación en la UBP Calcinación y sínter.


BIBLIOGRAFÍA

- Alvarez, M., & Andrés, A. (2003). Evaluación de mejoras tecnológicas en el proceso de calcinación de minera loma de níquel, mediante un estudio de las variables operacionales de los hornos calcinadores rotatorios. Caracas.
- 2. Chang Cardona, A. R., & Yuzhaninuv, I. A. (1997). Cálculo de los principales procesos en los hornos metalúrgicos. La Habana: Felix Varela.
- Chang Cardona, A. R., Reynaldo Molina, H., Ernesto Vega, R., & Rivas, M. O. (2003). "Balance enérgetico del calcinador de Carbonato Básico de Níquel con adición de sulfuro de níquel",. Mineria y Geología, 3-4.
- 4. Columbié Navarro, A. (2001). "Modelación matemática del proceso de calcinación del CBNi en el horno tambor rotatorio". Tesis doctoral.
- Columbié Navarro, M. (2000). Modelacion matemática del proceso de calcinación del Carbonato Básico de Níquel en el horno de tambor rotatorio. Revista Mineria y Geologia Vol.XVII, No 2,2000.
- Domínguez, H., & Selva, A. (1977). Informe parcial del trabajo de automatización del horno de calcinación. Empresa "Comandante René Ramos Latour". Informe técnico.
- 7. Durán Santí, D. Q. (2013). Influencia de la carga en el horno de calcinación uno de la empresa "René Ramos Latour".
- Fuentes Díaz, Y. (2009). Empleo de la separación magnética para mejorar las características del polvo de NiO de la planta de la "Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, para su empleo como pigmento cerámico.Trabajo de diploma.
- Gaínza-Delgado, Y., Magaña- Haynes, M. E., Rojas Vargas, A., & Sánchez Guillén, C. (2016). Determinacion del indice de consumo de petroleo del horno de calcinación de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Tecnología Química, p. 407-416.



- García, E. A. (2012). Determinación de la eficiencia metalúrgica de la planta de calcinacion y sinter de la empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Moa.
- 11.(1980). Manual de operaciones del horno de calcinación de la planta de calcinación y sínter de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara de la Serna.
- 12. Molina Fernández, R., & Vega Ramírez, E. (1995). Asimilación y control de la tecnología de adición de sulfuro de níquel al horno de calcinación. trabajo de diploma.
- 13.NC 1061. (2014). Determinación de níquel metálico en óxido de níquel en polvo químico.
- 14.NC 621-2. (2015). Minerales Óxidos de Níquel "Determinación de Hierro", método espectrofotometría de absorción atómica.
- 15.NC 621-3. (2015). Minerales Óxidos de Níquel, Determinación de azufre y Carbono.
- 16.NC -929. (2014). Minerales Óxido de níquel en polvo químico —Muestreo.Cuba.
- 17.NC-858. (2015). Minerales Óxido de níquel en polvo químico Muestreo.
- 18. NC-859. (2015). Minerales del óxido de níquel en polvo Especificaciones.
- 19. NEIB26-03-03. (2014). Método de muestreo del Carbonato de níquel humedo.
- 20.NEIB26-03-04. (2015). Método para la determinación de la densidad del Óxido de Níquel Granular en la descarga del Horno de Calcinación.
- 21.NEIB26-03-08. (2013). Método de muestreo del Óxido de Níquel Calcinado con el propósito de determinarle el contenido de níquel, cobalto, hierro, azufre, cobre, carbono y la composición granulométrica.
- 22.NEIB26–03–17. (2013). Norma de empresa.



- 23.NEIB64-01-01. (2013). Determinación de carbono y níquel metálico en el polvo químico.
- 24. NEIB64-01-11. (2014). Composición química del carbonato básico de níquel.
- 25. Ricardo Riverón, A., & Rojas Vargas, A. (2014). Velocidad de secado del carbonato de níquel. Revista tecnología química, vol.34 no.2 Santiago de Cuba.
- 26. Rodriguez Cabrera, N. (2013). Comportamiento del proceso de calcinación en la "Empresa René Ramos Latour". Trabajo de diploma.
- 27. Romero Ramírez, M. (1991). Cinética de reacciones topoquímicas y la caracterización de productos intermedios de la industria niquelífera. Tesis en opción del grado científico de Doctora en Ciencias Químicas. Habana.
- 28. Romero Ramirez, M. M. (1996). Cinética de la descomposicion de térmica del carbonato básico de niquel industrial impurificado. Mineria y Geología, Vol.XIII,No.3.
- 29. Romero Ramirez, M. M. (2005). Investigación cinética del carbonato básico de níquel industrial purificado. Minería y Geología, v. 21 n. 4.
- 30. Romero Ramírez, M. M., & Llópiz Yurell, J. C. (2010). Discriminación de reacciones simultáneas por espectrometría de masa en la descomposición térmica de carbonatos básicos de níquel y de cobalto. Minería y Geología, p. 35-54.
- 31. Sánchez Samé, J. (2013). Análisis de las no conformidades en la calidad del óxido de níquel de la "Empresa Comandante René Ramos Latour"..Trabajo de diploma.Trabajo de diploma.
- 32. Vargas, G. A., & Amurrio, D. D. (2001). Modelización de un Proceso de Calcinación en un Horno Rotatorio. Acta Nova.
- 33. Yarangoré, B. (2014). "Balances de masa y energía del horno de calcinación de la "Empresa Comandante Ernesto Che Guevara". Trabajo de diploma.



ANEXOS

Anexo A1 Condiciones de operación del horno al reprocesar polvo de sínter

Temperatura 2,	Temperatura 3,	Temperatura 4,	Velocidad de rotación
°C	°C	°C	del horno, rpm
906,44897	574,92706	452,52917	0,70074
925,20313	576,94794	436,55832	0,70127
962,40521	583,55731	458,78333	0,70105
887,60730	515,99481	435,17499	0,70110
842,90936	499,26041	386,99167	0,70093
902,78851	556,30731	439,72501	1,14387
895,83960	549,70831	450,48749	0,70090
895,43127	538,75519	440,10834	0,70122
957,27185	612,34894	487,49582	0,70106
981,64789	626,09894	474,75418	0,70106
963,83435	591,76044	467,18750	0,70086
837,57190	526,07813	458,51666	0,70110

Anexo A2 Condiciones de operación del horno al reprocesar arenilla

Temperatura 2, ºC	Temperatura 3, ⁰C	Temperatura 4, ⁰C	Velocidad de rotación del horno,
			rpm
911,69897	574,09894	451,68750	0,70074
948,36877	591,17706	483,05832	0,70130
953,42914	571,07294	457,54999	0,70106
955,12811	573,72394	486,47916	0,70115
1012,77606	642,20831	490,29999	0,70114
894,70209	525,54688	463,95416	0,70090
887,60730	527,52606	463,37500	0,70134
877,00519	526,94794	418,50418	0,70115
1022,02917	623,05731	472,28751	0,70098
910,29895	534,27081	456,27499	0,70082
862,29065	520,19269	427,37500	0,70114
940,61041	572,51563	447,59167	0,70074



Temperatura 2,	Temperatura 3,	Temperatura 4,	Velocidad de rotación
	-0		
1003,66144	663,52081	500,57501	0,75477
1023,57501	598,45831	442,54166	0,7399
887,47601	512,04169	397,02084	0,59122
1131,87817	658,45313	441,57501	0,70082
937,29272	551,82813	420,75	0,70054
1012,77606	628,69269	465,64999	0,70062
966,32086	621,21875	467,80832	0,79161
954,7854	593,53644	463,29584	0,79172
947,63226	581,29688	459,01251	0,7916
1115,33337	665,68231	463,34167	0,70171
1047,14893	623,54169	448,63751	0,65411
1035,67188	597,58856	436,71249	0,6967

Anexo A3 Condiciones de operación del horno en sin reproceso