

Ministerio de la Educación Superior
Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. Antonio Núñez Jiménez
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia

*Precipitación del sulfuro a partir del licor de II
etapa de lixiviación en la Empresa “Ernesto Che
Guevara”.*

Trabajo de Diploma

En opción al título de Ingeniero Metalúrgico

Bernaldo Columbié Pileta.

Ministerio de la Educación Superior
Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. Antonio Núñez Jiménez
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia

Trabajo de Diploma

En opción al título de Ingeniero Metalúrgico

*Precipitación del sulfuro a partir del licor de II
etapa de lixiviación en la Empresa “Ernesto Che
Guevara”.*

Autor. Bernaldo Columbié Pileta.

Tutores: Ing. Alexander Garcés Rignack, Msc.

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

Moa, 2012

DEDICATORIA

A: Fidel Castro Ruz por dedicar toda su vida a la educación de este pueblo y del mundo.

A: Mis padres que durante toda mi vida me han dado la mejor educación.

A: El claustro de profesores que durante la carrera dieron lo mejor de si para mi aprendizaje

A: Mi esposa e hijos que me dieron tanto apoyo incondicional y son mi fuente de inspiración.

A: Los compañeros de aula y de trabajo que también me dieron su ayuda

AGRADECIMIENTOS

A “Fidel Castro” por ser líder de una revolución socialista con oportunidades para todos, a mis tutores, Dr. Carlos Izaguirre, al Msc. Ing. Alexander Garcés Rigñack y al Ing. Eluberto Espinosa por haberme guiado en la ejecución de esta investigación. Al Colectivo de Profesores del ISMM por su dedicación para que se materializara este sueño. A todos aquellos compañeros que fueron capaces de transmitir sus experiencias para alcanzar este propósito, a todos los que defendieron y lucharon por una causa justa.

RESUMEN

El trabajo aborda la precipitación del sulfuro de níquel y cobalto a partir del licor de II etapa de la Planta de Lixiviación y Lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”. Se realizaron experimentos a escala de laboratorio y a escala industrial que permitieron conocer las características físicas químicas del sulfuro obtenido mediante el empleo del diseño factorial completo para la planificación de los experimentos, se expone además un análisis de los resultados obtenidos a escala industrial con el esquema evaluado.

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

ABSTRACT

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

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

ÍNDICE

PÁG.

INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL.....	5
1.1 INTRODUCCIÓN.....	5
1.2 DESARROLLO DE LA TECNOLOGÍA CARBONATO AMONIACAL.....	5
1.3 ESQUEMAS TECNOLÓGICOS QUE EMPLEAN LA SEPARACIÓN DE COBALTO.....	6
1.3.1 <i>Esquema Sherritt de descobaltización.....</i>	<i>6</i>
1.3.2 <i>Esquema Queensland de separación de los metales.....</i>	<i>7</i>
1.3.3 <i>Esquema Tocantins, Brazil.....</i>	<i>7</i>
1.3.4 <i>Esquema Sered de separación de los metales.....</i>	<i>8</i>
1.3.5 <i>Proceso Nonoc.....</i>	<i>8</i>
1.4 ESQUEMA ACTUAL DE LAS PLANTAS CUBANAS EN OPERACIÓN.....	9
1.4.1 <i>Flujo tecnológico de la planta de separación de cobalto de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara.....</i>	<i>9</i>
1.5 ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN.....	10
1.6 TERMODINÁMICA DE LA PRECIPITACIÓN DE SULFUROS METÁLICOS.....	15
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	18
2.1 MATERIALES Y EQUIPOS.....	18
2.2 OBTENCIÓN DE LAS MUESTRAS DE TRABAJO Y DISEÑO EXPERIMENTAL.....	20
2.3 SELECCIÓN DE LAS MUESTRAS A ESCALA DE LABORATORIO.....	20
2.4 SELECCIÓN DE LAS MUESTRAS A ESCALA INDUSTRIAL.....	21
2.4.1 <i>Equipos de medición de magnitudes físicas.....</i>	<i>22</i>
2.4.2 <i>Análisis químico por el método de espectroscopia de plasma acoplado inductivamente. (ICP).....</i>	<i>23</i>
2.4.3 <i>Análisis químico por el método espectrofotometría de absorción atómica.....</i>	<i>24</i>
2.5 ELEMENTOS PARA LA CONSTRUCCIÓN DE LA INSTALACIÓN EXPERIMENTAL A ESCALA DE LABORATORIO.....	25
2.5.1 <i>Descripción de la instalación experimental a escala de laboratorio.....</i>	<i>25</i>
2.5.2 <i>Datos técnicos del agitador.....</i>	<i>25</i>
2.6 DISEÑO DE INVESTIGACIÓN.....	26
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....	30
3.1 SEPARACIÓN DE METALES POR PRECIPITACIÓN DE COMPUESTOS DIFÍCILMENTE SOLUBLES.....	30
3.1.1 <i>Mecanismo y cinética de la formación de los núcleos de los cristales.....</i>	<i>30</i>
3.2 FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA DEL PROCESO DE PRECIPITACIÓN DE METALES NO FERROSOS.....	31

3.3 EVALUACIÓN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS DURANTE EL AÑO 2011.	33
3.4 RESULTADOS OBTENIDOS A ESCALA DE LABORATORIO CON LA DESCOBALTIZACIÓN SIN INYECCIÓN DE SEMILLA Y ANÁLISIS DE LOS MISMOS.	37
3.5 RESULTADOS OBTENIDOS A ESCALA DE LABORATORIO CON LA DESCOBALTIZACIÓN CON INYECCIÓN DE SEMILLA; ANÁLISIS DE LOS MISMOS.	39
3.6 RESULTADOS OBTENIDOS CON LA EVALUACIÓN A ESCALA INDUSTRIAL APLICANDO PRECIPITACIÓN DE COBALTO AL 20 Y 30 %.	42
3.7 RESUMEN DE PARÁMETROS DE OPERACIÓN DE LA PLANTA ANTES, DURANTE Y DESPUÉS DE REALIZADA LA EVALUACIÓN.	44
CONCLUSIONES.....	47
RECOMENDACIONES	48
BIBLIOGRAFIA.....	49
ANEXOS.....	53

INTRODUCCIÓN

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

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

Cuba, poseedora de grandes reservas de menas lateríticas emplea ambos procesos, la extracción de níquel y cobalto mediante la tecnología ácida a presión en la Empresa “Comandante Pedro Soto Alba”, donde se extraen el 95 y 90 % de estos elementos respectivamente y mediante la tecnología de lixiviación carbonato amoniacal en las Empresas del Níquel “Comandante René Ramos Latour” y “Comandante Ernesto Che Guevara”, donde solo se alcanzan el 80 y 40 % de extracción.

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

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

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

durante la precipitación, pero resulta insuficiente aún por cuanto no se ha logrado optimizar y conocer la influencia de factores que influyen sobre el mismo a escala industrial.

En la práctica las modificaciones introducidas al proceso tecnológico no satisfacen totalmente los objetivos planteados, caracterizado por:

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

Existen varias tecnologías que emplean la separación de cobalto de soluciones amoniacales, tal es el caso del proceso de Queensland, Tocantins, la “Comandante René Ramos Latourt”, Sered y Nonoc (Sherrit). Pero sólo el proceso de Nonoc y la “Comandante René Ramos Latourt” han empleado la separación de cobalto en los licores de la segunda etapa de lixiviación. (León, M. 2008)

En la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara” a partir de Julio de 2009 se instaló un nuevo esquema de precipitación de cobalto (cobalto fase II o segunda etapa), similar al propuesto por Sherrit, donde se trata el cobalto contenido en parte del licor de segunda etapa de lixiviación, el mismo tiene como objetivos:

- Obtener sulfuro seco con relación níquel-cobalto menor de 2.
- Alcanzar valores de precipitación de cobalto en primera etapa por encima del 90 %.
- Incrementar la eficiencia metalúrgica del cobalto en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

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

1. Proceso de ensemillamiento, donde tiene lugar el intercambio de iones de ambos metales contenidos en las dos fases en contacto, sólido y licor; favorecido por la interrelación que se establece entre el sulfuro de níquel y

cobalto obtenidos en la I etapa con menor relación níquel-cobalto en el medio al que se incorpora, el licor de la II etapa de lixiviación.

2. Obtención de un sulfuro en II etapa de menor relación níquel-cobalto, originado porque la relación níquel-cobalto de los licores de segunda etapa es inferior a la que tienen los licores de la primera, la selectividad del cobalto se favorece en la medida que disminuye la relación níquel-cobalto en el licor de entrada, y por otra parte en II etapa se realiza una precipitación no intensiva de cobalto.

Hasta la fecha se ha demostrado el resultado positivo que arroja el nuevo esquema pero no se ha podido establecer la influencia individual de estos factores en las características del producto final.

El nuevo esquema de precipitación de cobalto implementado en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, no ha permitido definir con exactitud las características del sulfuro obtenido a partir de los licores de segunda etapa por lo que establecemos como **problema:**

- Insuficiente conocimiento sobre las características del sulfuro de níquel y cobalto obtenidos a partir de los licores de II etapa de la Planta de Lixiviación y Lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

Objeto de estudio:

- Proceso de precipitación de sulfuro a partir de los licores de II etapa de la Planta de Lixiviación y Lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

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

- Si se caracteriza el sulfuro de níquel y cobalto obtenido a partir del licor de la segunda etapa de la planta de lixiviación y lavado, es posible determinar la influencia de este en el producto final de la planta.

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

- Determinar la influencia de factores en el proceso de precipitación de níquel y cobalto en forma de sulfuro a partir del licor de II etapa de la planta de lixiviación y lavado a escala de laboratorio.

Objetivos específicos:

- Caracterizar la materia prima obtenidas del licor de II etapa de la planta de lixiviación y lavado para un 20 % y 30 % de precipitación de cobalto.
- Caracterizar el sulfuro de níquel y cobalto precipitado a partir del licor de II etapa de la planta de lixiviación y lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara” a escala industrial.

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

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

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL

1.1 Introducción.

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

1.2 Desarrollo de la tecnología carbonato amoniacal.

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

22679,6185 t/año de níquel en 1957. En 1960 la planta fue nacionalizada pasando a ser una de las principales fuentes de divisa para el país, (Garrido, M. 2000).

1.3 Esquemas tecnológicos que emplean la separación de cobalto.

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

1.3.1 Esquema Sherritt de descobaltización.

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

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

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

El esquema Sherritt es utilizado en varios complejos que utilizan la tecnología carbonato amoniacal a nivel mundial: Nonoc, Filipina y en Indonesia. Se caracteriza por su sencillez, permite obtener sulfuros mixtos con una relación

másica de níquel más cobalto aproximadamente de 1,5 a 2,0 y logra una eficiencia de recuperación del cobalto superior al 97 % con precipitaciones de níquel inferiores a 5,0 %, (Garrido, M. y Lovaina O. 2001).

1.3.2 Esquema Queensland de separación de los metales.

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

El licor producto de la planta de lixiviación, inicialmente es tratado para la separación del manganeso y la sílice, luego se somete a calentamiento con el objetivo de eliminar el amoníaco por su influencia negativa en la separación del níquel con el solvente orgánico. Posteriormente la solución es clarificada, enfriada, aireada, filtrada y tratada con peróxido de hidrógeno (H_2O_2), para lograr el paso de los iones cobaltosos remanentes a cobálticos. Este paso minimiza las pérdidas del solvente orgánico, que tiende a formar complejos muy estables de cobalto (II), (García, G. 1998)

El níquel es separado a través de la extracción por solvente y el cobalto es precipitado con hidrógenosulfuro de amonio obteniéndose un sulfuro de cobalto con relación másica de níquel-cobalto igual a 1:40. Posteriormente el níquel es eliminado de la fase orgánica usando un licor fuerte carbonato amoniacal, lográndose concentraciones aproximadas de 75 g/L de níquel que son alimentadas a posteriores etapas de concentración del metal, (Sherritt G, 1992).

Estas características, unidas a varias modificaciones tecnológicas en otras partes del proceso, hacen del complejo metalúrgico Queensland Níquel Inc., el más eficiente entre las tecnologías Caron. (Reid, 1979).

1.3.3 Esquema Tocantins, Brazil.

El proceso de Tocantins, Brasil, ha puesto en marcha otra variante de separación de los metales dentro del proceso Caron, la secuencia tecnológica aplicada a esta planta, hasta obtener el carbonato básico de níquel (BNC), es similar a las llevadas a cabo en los procesos Caron tradicionales, luego el carbonato básico de níquel es redisuelto y pasa al proceso de separación de cobalto, donde este metal

es separado a través de la extracción por solventes y continua a posteriores etapas de electrólisis, mientras que la solución descobaltizada pasa a la planta de electrólisis de níquel, (Sherritt G, 1992).

1.3.4 Esquema Sered de separación de los metales.

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

Como resultado de esta operación el níquel y el cobalto pasaban a formar complejos solubles en el licor y eran sometidos nuevamente a un proceso de precipitación con Na_2S , el recobrado de este proceso estaba en el orden del 70 a 80 % del cobalto y el metal restante era reciclado al proceso. Al sulfuro obtenido es sometido ha una serie de etapas hasta la electrólisis, para obtener como producto final cátodos de cobalto de alta pureza, (Herrera, V y Kasavin, J. 1971).

1.3.5 Proceso Nonoc

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

La tecnología previó la separación del cobalto, en reactores tubulares utilizando el sulfuro de hidrógeno como agente precipitante. Se utilizó como método de separación de cobalto, la precipitación de níquel y cobalto (a presión normal), como sulfuros mixtos, con una proporción de níquel-cobalto de (1,5 a 2), empleando como agente sulfurante, sulfuro de amonio $(\text{NH}_4)_2\text{S}$, con una eficiencia

de recuperación de cobalto superior al 97 % y con una baja precipitación de níquel. Obteniendo como productos finales, níquel en forma de briqueta y polvo, y sulfuro mixto de níquel y cobalto (Sherrit G, 1992).

1.4 Esquema actual de las plantas cubanas en operación.

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

1.4.1 Flujo tecnológico de la planta de separación de cobalto de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara.

Para elevar la calidad de los productos finales de óxido y sinter de níquel, se realizó una modificación al proceso tecnológico carbonato amoniacal, que consiste en disminuir la concentración de cobalto en el licor, (año 1988), para ello es tratada la solución con hidrogeno sulfuro de amonio (NH_4HS), en reactores tubulares a elevadas velocidades lineales del flujo, de 3 a 4 m/s, y bajo tiempo de residencia, no menos de 74 segundos, logra una precipitación selectiva del cobalto (II) en forma de sulfuros; proceso mejorado en el (año 1998) con la incorporación del proceso de recirculación de pulpas ya precipitada, ensemillamiento, que se pone en intercambio inicialmente con la solución a tratar en reactores agitados a baja velocidad y tiempo de residencia no menor a 22 minutos. En el año 2009 se incorporó el tratamiento de parte de los licores de la II etapa de lixiviación funcionando un esquema doble de precipitación.

En el flujo tecnológico de precipitación de cobalto, inicialmente el licor producto procedente de la planta Lixiviación y Lavado se bombea hacia la planta de Recuperación-Cobalto para su filtración, eliminando las partículas en suspensión en filtros de hojas luego se bombea al tanque TK-118 y de aquí hacia los tanque agitadores TK-128, 129 y 130 C, a los que se le adiciona pulpa recirculada en condición de semilla desde el fondo del sedimentador que opere para primera

etapa. En esos tanques con agitación se logra el intercambio iónico del níquel del sulfuro mixto con el cobalto contenido en el licor producto, lográndose la reducción del cobalto (III) a cobalto (II), el que reaccionará con el hidrógeno sulfuro de amonio (NH_4HS), en el reactor tubular donde se produce la reacción de precipitación del cobalto (II) y parte del níquel (II) contenido en el licor, lográndose un sulfuro de níquel y cobalto con una relación másica de níquel:-cobalto de 2,0 a 3,5; el reactor tubular descarga la pulpa en el sedimentador en operación correspondiente para favorecer el proceso de sedimentación se le aplica floculante del tipo Quimifloc A-100, mediante una instalación automática. En el esquema de II etapa se recibe licor procedente del reboso de los sedimentadores de II etapa de lixiviación, clarificado en el sedimentador SD-235 a fin de disminuir el contenido de partículas sólidas en suspensión, en los tanques agitados TK-124, 125, 126 y 127 C, el mismo es tratado con sulfuro mixto procedente del fondo del sedimentador que funciona como primera etapa en calidad de semilla y posteriormente se somete a un proceso de precipitación baja de cobalto con hidrógeno sulfuro de amonio descargando la pulpa obtenida al sedimentador correspondiente donde ocurre la separación de fases, con la ayuda de floculantes, obteniendo un licor clarificado con baja concentración de cobalto que es enviado a los tanques de contacto de lixiviación y la pulpa de fondo, una parte se recircula en calidad de semilla y la otra es bombeada a los filtros de placas para su procesamiento como producto final de este esquema. La torta de sulfuro descargada de los filtros, con una humedad del 50 % se envía al proceso de secado ambiental para su posterior comercialización y el licor efluente de los filtros va a la caja distribuidora que alimenta los sedimentadores, (Manual de operaciones de la UBP Recuperación-Cobalto Sección separación de cobalto, Moa, año 2007).

1.5 Antecedentes de la investigación.

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

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

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

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

Investigaciones en la Empresa "Comandante René Ramos Latourt", realizadas por Hernández, R (1996), comprobó que el ensemillamiento favorece el intercambio de níquel precipitado y la liberación de los iones sulfuros para reducir el cobalto (III) a cobalto (II), precipitar cobre y algo de cobalto, mejorando la calidad del

sulfuro al variar la relación níquel-cobalto de 2,22 a 1,09 y además disminuir el consumo de agente precipitante hasta un 30 %. Los datos experimentales muestran la disminución del contenido de níquel desde 16,89 hasta 8,79 %, sin embargo no logra un incremento significativo del cobalto al variar solo de 7,6 a 8,09 %.

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

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

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

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

A. Precipitación del níquel.

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

B. Precipitación de cobalto.

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

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

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

Al comparar los resultados obtenidos en las investigaciones anteriores con los de esta investigación realizada en la Empresa del níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, no es posible definir las causas que influyen en la efectividad del proceso, pues no se conocen las condiciones experimentales (agitación, temperatura, concentraciones de cobalto (III) y cobalto (II) en licor producto, relación níquel-cobalto en la semilla).

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

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

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

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

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

Herrera F B. (2010), en su trabajo de diploma en opción al título de ingeniero evaluó la efectividad del esquema de precipitación de cobalto fase II, en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, aplicando métodos

comparativos y la interrelación de variables y respuestas del proceso tecnológico a partir de los datos obtenidos de los reportes de contabilidad metalúrgicos, teniendo en cuenta métodos estadístico para la obtención de la base de datos, permitió comprobar, que el nuevo circuito de precipitación de cobalto instalado mejora la relación másica níquel-cobalto en el sulfuro seco, arrojando valores promedios inferiores a 2:1. En el período analizado las operaciones con porcentajes de precipitación del cobalto en el licor de segunda etapa entre un 20 y 30 % y en primera etapa por encima del 90 %, constituye la mejor variante de operación, logrando una concentración promedio de 0,025 g/L de cobalto en el licor descobaltizado sin afectar la relación másica níquel-cobalto en el sulfuro seco ofreciendo una eficiencia metalúrgica de cobalto por encima de 34 %. Pero no caracterizo la composición química del sulfuro precipitado a partir del licor de la II etapa en la planta de lixiviación y lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

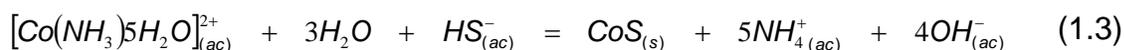
1.6 Termodinámica de la precipitación de sulfuros metálicos.

El análisis termodinámico del proceso de precipitación de sulfuros se basa en las reacciones de precipitación más probables teniendo en cuenta las especies iónicas más estables en el licor carbonato amoniacal.

En el proceso carbonato-amoniaco la especie iónica contemplada para el níquel, corresponde al ión $[\text{Ni}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$ de acuerdo con la literatura (Fiffe, 1985) es la especie más probable. Para el caso del cobalto, se tuvieron en cuenta las especies $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{2+}$, $[\text{Co}(\text{NH}_3)_5\text{H}_2\text{O}]^{2+}$ y $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ consideradas por investigadores (Reyes et al, 1989; Osseo Asare 1979) como las especies que pueden estar presentes en los licores industriales.

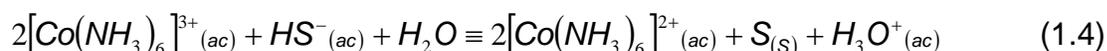
Además para este sistema que emplea como agente precipitante hidrógeno sulfuro de amonio es necesario determinar la especie iónica más probable, el anión sulfuro o hidrógeno sulfuro, para este análisis se construyó el diagrama de Potencial -pH para el sistema azufre, en el cual se comprobó la existencia de varias zonas de estabilidad, cada una de las cuales se corresponde con las especies químicas analizadas. Estas zonas de estabilidad varían en función del

pH de la solución, el sulfuro de hidrógeno es estable a pH inferiores a 8, los aniones hidrógeno sulfuros entre los pH 8 y 12, mientras el anión sulfuro es estable a pH superiores a 12. Conociendo que el pH de las soluciones carbonatos amoniacales es 9, queda demostrado que el mecanismo de precipitación se representa por las reacciones 1.1, 1.2 y 1.3.

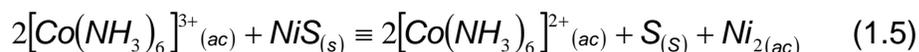


Las aminas de cobalto presentan diferentes estados de oxidación, previéndose una mayor estabilidad para el ion hexamin cobalto (III), $[Co(NH_3)_6]^{3+}$, cuyo contenidos en los licores industriales han sido analizado por diferentes investigadores, se indica hasta el 45 por ciento del cobalto total (Castellanos, 1974; Fiffe, 1985) y en investigaciones posteriores (Garrido y Randys, 2001) han demostrado que el complejo representa más del 90 por ciento del cobalto total en la solución carbonato amoniacal.

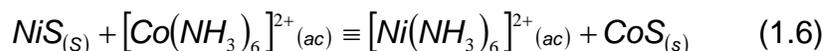
Además la reducción del cobalto (III) a cobalto (II) tiene lugar mediante la reacción (1.4.)



También es posible la reducción del cobalto (III) a cobalto (II), a través de la reacción intercambio con el níquel en forma de sulfuro al adicionar semilla a la solución carbonato amoniacal, tal como se indica en la reacción (1.5)



La obtención del sulfuro de cobalto puede ocurrir a expensas de la reacción de intercambio del sulfuro de níquel en fase sólida y el cobalto en solución, según la ecuación (1.6)



Otro aspecto analizado es la estabilidad de los sulfuros precipitados de níquel, para lo cual se construyó el diagrama potencial-pH para el sistema níquel-azufre.

Conclusiones del capítulo

- Nonoc y la Empresa “Comandante René Ramos Latour” ha sido las únicas plantas de tecnología carbonato amoniacal que han operado con el esquema propuesto por Sherrit para la precipitación selectiva del cobalto a partir de solución carbonato amoniacal con el esquema de precipitación de los licores de segunda etapa de lixiviación.
- Los estudios realizados sobre el proceso de separación de cobalto a partir de soluciones amoniacaes sirven de apoyo para la aplicación del nuevo esquema instalado en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”.

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales y equipos.

La investigación experimental se desarrolla en el Laboratorio Central y la evaluación a escala industrial en la planta de Recuperación-Cobalto, ambas de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara” a partir de los licores de la II etapa de lixiviación y lavado, el esquema del proceso de precipitación de sulfuro se representa en el anexo.

Licor clarificado a descobaltizar: Durante el proceso de lixiviación con carbonato amoniacal, el licor de rebose de la II etapa de lixiviación, en el flujo de operación se envía hacia la sección de tanques de contactos para, ponerlo en contacto con el mineral reducido en la planta Hornos de reducción alimentado a la planta; en este esquema se intercala una etapa de clarificación para su procesamiento posterior en un esquema de separación de cobalto para su envío a la sección de tanques de contactos.

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

En la tabla 2.1 se indican las características fundamentales de las materias primas y productos del proceso de precipitación de sulfuros en su operación actual, el licor de la II etapa de la planta lixiviación y lavado y los sulfuros obtenidos a partir del tratamiento de este licor.

Tabla 2.1. Características de las materias primas y productos del proceso de precipitación de Co II etapa. Por grafico analítico de la empresa.

Materiales		Características							
Licor clarificado a descobaltizar									
Sólido	Concentración (g/L)					Densidad (g/cm ³)			
Ppm	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(NH ₃)	C(CO ₂)				
20	4,0-5,0	0,1-0,34	0,03	>78	>39	1,02			
Licor reboso del sedimentador de la II etapa de descobaltización.									
Sólido	Contenido (%)					Precipitación de Ni	Precipitación de Co		
Ppm	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(NH ₃)	C(CO ₂)	%	%		
20	4,0-5,0	0,1-0,34	0,03	>78	>39	4	20-30		
Sulfuros mixtos de níquel y cobalto de la II etapa de descobaltización.									
Sólido	Contenido (%)							Tamaño	Densidad
%	C(Ni)	C(Co)	C(Fe)	C(Mg)	C(Mn)	C(Zn)	C(Cu)	Mm	g/cm ³
15	<25,0	>6,0	<4,0	<3,5	0,01	<3,5	2,5	0,008	3,5

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

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

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

Operaciones tecnológicas			
Ensemillamiento	Tanque de ensesillamiento		
	Tiempo de retención (min)	Ensemillamiento (%)	Agitación (rpm)
	45	150	80
Precipitación	Reactor tubular		
	Tiempo de residencia (s)	Temperatura (°C)	Relación t NH ₄ HS/t de Ni+Co precipitado
	6	38	0,98
Separación líquido-sólidos	Sedimentador		
	Densidad de la pulpa espesada (g/cm ³)	Sólidos en suspensión (ppm)	Floculantes (g de floculante/t de sólidos a sedimentar)
	1,08	20	150
	Filtro prensa		
	Tiempo de filtrado (min)	Tiempo de lavado (min)	Presión (Pa)
45	5	5,6	

2.2 Obtención de las muestras de trabajo y diseño experimental.

Se recopilan parámetros de proceso de registros de control de la planta durante el año 2011 en la Planta Recuperación-Cobalto de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, para evaluar los resultados obtenidos en este trabajo por método de comparación. Se toman los valores medios por mes de operaciones de las concentraciones de níquel, y cobalto en los licores de entrada y salida para la I y II etapas respectivamente, así como los contenidos de níquel, cobalto, hierro, y cobre obtenidos en los sulfuros durante el mes de operación.

Debemos considerar, que el esquema instalado en la planta de cobalto de precipitar el sulfuro contenido en el licor de II etapa de la planta de Lixiviación y Lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara,” no permite conocer en realidad las Características del sulfuro Precipitado por la interferencia de la semilla de primera etapa.

2.3 Selección de las muestras a escala de laboratorio.

Para realizar los experimentos planificados con vistas a caracterizar el sulfuro del licor de II etapa de la planta de lixiviación y lavado de la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara”, se tomaron muestras de licor de la II etapa de la planta de lixiviación, utilizada normalmente en el proceso industrial.

La muestra de licor clarificada fue tomada en la línea T22-3 por la que se bombea el reboso del sedimentador clarificador SD-235, se tomó un volumen de 20 L de licor en un tanque plástico de 25 litros de capacidad herméticamente cerrado, al mismo tiempo, se toma una muestra del reactivo de precipitación empleado en la operación de la planta, hidrógeno sulfuro de amonio, en un pomo de 250 mL de capacidad.

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

Se realizaron tres pruebas para el 20 % de precipitación y tres para el 30 % de precipitación de Co. Primeramente sin semilla y después se realizó con semilla para un 150 % de recirculación. Se tomaron para los experimentos dos litros de licor de segunda etapa de lixiviación, se utilizó como reactor un recipiente metálico de 3 litros de capacidad, el agitador se ajusta a 1000 rpm y seguidamente se le añade el reactivo de precipitación manteniendo durante un tiempo de 3 minutos la agitación; seguidamente se detiene agitación y se deja en reposo la muestra tratada y al cabo de 20 minutos se procede a la toma de las muestras de licor clarificado para su análisis químico. La concentración del reactivo de precipitación, hidrógeno sulfuro de amonio, utilizado en el experimento fue de 123,54 g/l, para las corridas correspondientes al 20 % de precipitación de cobalto se le adicionaron 2,2 mL y para el 30 % de precipitación 3,5 mL de hidrógeno sulfuro de amonio. Para la toma de las muestras de licor tratados en los experimentos se usan pomos plásticos de 250 mL de capacidad con tapa plástica a presión para todos los casos.

Para la evaluación se utilizó semilla al 150 % se toman nuevas muestras de licor y reactivo, se le realizan análisis químicos y se aplica la metodología descrita anteriormente solo que al poner en funcionamiento el agitador se le adiciona seguidamente la semilla, calculada para un 150 % de semilla con una muestra de pulpa tomada con densidades de 1080 g/L y seguidamente se le adiciona el reactivo correspondiente a la precipitación al 20 y 30 % respectivamente. Se detiene la agitación al cabo de 3 minutos y al cabo de 20 minutos se toma la muestra para análisis químicos.

2.4 Selección de las muestras a escala industrial.

Para realizar el trabajo se le presentó a la Dirección Técnica de la empresa el diseño de experimentos, conocidos los objetivos de trabajos trazados en esta evaluación y en coordinación con los directivos de la planta se acordó independizar los flujos de semilla alimentada a las dos etapas de precipitación a partir de las pulpas obtenidas respectivamente en cada una de estas etapas, la semilla de fase I para fase I de cobalto y semilla de fase II para fase II de cobalto

por espacio de 48 horas. Para la correcta evaluación de este trabajo se procede a la evacuar del sistema fase II de la pulpa de la fase I dentro del sedimentador para evitar interferencias en los resultados la presencia de la semilla de fase I en la fase II, objeto de estudio en este trabajo. Para la II etapa de precipitación se ajustó la precipitación de cobalto para un 20 %, por espacio de 24 horas, al mismo tiempo desde el sedimentador SD-233, fase II, se continuó con las operaciones de filtraciones para poder extraer todo el sulfuro presente en el mismo por espacio de 20 horas. Trascurrido el tiempo previsto, 24 horas, se tomó la primera muestra de pulpa por el fondo del sedimentador para su análisis químico correspondiente a la precipitación al 20 %.

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

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

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

2.4.1 Equipos de medición de magnitudes físicas.

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

Sartorius Basic.

Modelo BP 3100 P

➤ Capacidad de pesada	600 a 3100	g.
➤ Desviación	0,02	g.
➤ Corriente	12 a 30	V.

Se realizaron lecturas de la composición granulométrica a tres muestras de la pulpa utilizada en los experimentos para determinar su composición granulométrica, incluido fracción de mayor tamaño y diámetro medio de las partículas para ello se utilizó el equipo:

Analizador compacto para medir tamaño y distribución de partículas por difracción de rayos láser.

Es una técnica novedosa usada a nivel mundial que da la posibilidad de hacer mediciones de 0,03 a 300 μm , utilizando 62 canales, se emplea para medir polvos, pulpas, suspensiones y coloides con gran afinidad.

2.4.2 Análisis químico por el método de espectroscopia de plasma acoplado inductivamente. (ICP).

La espectroscopia de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) se basa en la vaporización, disociación, ionización y excitación de los diferentes elementos químicos de una muestra en el interior de un plasma.

Las peculiares características del sistema de excitación por plasma hacen de esta técnica una valiosa herramienta universal para el análisis de elementos de la tabla periódica éstas se relacionan a continuación:

- Excitación de las líneas más sensibles para casi todos los elementos.
- Linealidad en un rango de 6 órdenes
- Rango analítico que comprende constituyentes mayoritarios, minoritarios, trazas y ultra trazas. El uso del espectrómetro de masas como detector posibilita la cuantificación de determinados elementos a niveles de pico gramo/litro
- Mínimos efectos matriz
- Posibilidad de corrección de interferencias
- Este es uno de los métodos más modernos, exactos y eficiente por su rapidez y precisión.

Los límites de detección de los análisis por espectrómetro de plasma acoplado inductivamente (ICP), están determinados por el equipo, y permiten alcanzar límites de detección del orden de partes por mil millones.

Este método se aplicó en la determinación de las concentraciones de los elementos metálicos en la solución y en la determinación de los contenidos de algunos elementos en el sulfuro seco.

Equipo utilizado: Espectrómetro de plasma acoplado inductivamente.

Modelo: SPECTRO FLAME MODULA E.

2.4.3 Análisis químico por el método espectrofotometría de absorción atómica.

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

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

- Espectrofotómetro de absorción atómica.
- Lámpara de cátodo hueco de cada elemento.

Los resultados se dan aproximados hasta la milésima.



Figura 2.1. Equipo de Absorción Atómica.

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

En las instalaciones de trabajo para evaluaciones periódicas se admite reactores con volúmenes útiles menores a: 25 dm³ de líquido o pulpa y 5 kg de sólido a procesar. Permite libertad creativa en modelos físicos y sustancias modeladoras (patrones).

2.5.1 Descripción de la instalación experimental a escala de laboratorio.

Para el desarrollo de la investigación se utilizó una instalación a escala de laboratorio formada por un reactor discontinuo con agitación mecánica variable como muestran las figuras 2.2.y 2.3, el recipiente es de 3L de capacidad.



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

2.5.2 Datos técnicos del agitador.

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

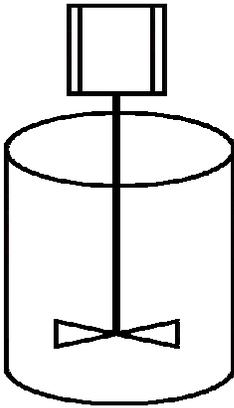


Figura 2.3. Esquema de la Instalación experimental a escala de laboratorio.

2.6 Diseño de Investigación.

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

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

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

El elevado coste de la experimentación y las limitaciones de tiempo obligan a ejecutar sólo los experimentos imprescindibles. Las interacciones suelen ser muy

corrientes y a veces son los efectos más importantes, por lo que conocerlas es imprescindible para comprender el comportamiento de muchos sistemas.

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

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

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

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

En variables de salida:

- Concentración de Ni Y_1
- Concentración de Co Y_2

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

$$N = 2^n$$

Donde;

N – número de experimentos.

n – número de factores.

Aplicando la ecuación anterior se determinó en 4 el número de experimentos a realizar con tres réplicas cada uno para un total de 12 experimentos, la matriz modificada se muestra en las tablas 2.3. Y 2.4

Tabla 2.3 Planificación matemática del experimento

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

Tabla 2.4. Planificación de experimento real.

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

Los niveles de las variables de entradas se indican en la tabla 2.5 y se establecieron basados en investigaciones realizadas con anterioridad, El tiempo de retención de la pulpa dentro del equipo fue de 5 minutos y a una temperatura promedio de 30 °C.

Tabla 2.5. Niveles de experimentación.

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

Determinando las concentraciones finales del cobalto total y níquel en la solución carbonato amoniacal para cada uno de los experimentos planificados se obtuvieron los modelos estadísticos matemáticos, que muestran la correlación de los parámetros tecnológicos escogidos en la eficiencia del proceso de recirculación de sulfuro de níquel y cobalto.

Para realizar la caracterización del sulfuro de fase II se utilizó el licor producto procedente de la planta de Lixiviación y Lavado y la semilla del sedimentador SD-233 que es donde se precipita el sulfuro de la fase II de cobalto.

Conclusiones parciales del Capítulo 2.

Se establece el método de obtención de las muestras de trabajo y diseño experimental, la selección de las muestras para la evaluación a escala de laboratorio e industrial, así como el diseño del experimento a escala industrial; se definen los equipos y técnicas de análisis químico utilizados. La técnica experimental utilizada cumple con los requisitos necesarios para el éxito de la investigación.

CAPÍTULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

3.1 Separación de metales por precipitación de compuestos difícilmente solubles.

Las distinciones en la solubilidad de los compuestos de metales así como la dependencia de la solubilidad del pH y de la composición salina de la solución permiten en una serie de casos realizar la precipitación selectiva del metal básico dejando los metales acompañantes en la solución o depurar la solución, precipitando los compuestos ligeramente solubles de los elementos de las impurezas.

Bajo el término de coprecipitación debe comprenderse la captura de la impureza por el precipitado de la solución no saturada con impureza. En estos casos, cuando la impureza se precipita de una solución sobresaturada con impureza, se habla de la precipitación conjunta de los compuestos.

3.1.1 Mecanismo y cinética de la formación de los núcleos de los cristales.

Antes de que suceda la cristalización visible de la sal de la solución sobresaturada, en ella deben formarse los núcleos de la nueva fase, capaces para el crecimiento espontáneo ulterior.

Los núcleos pueden formarse espontáneamente, entonces se habla de la formación homogénea de los núcleos y de la cristalización homogénea.

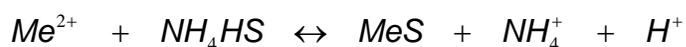
En este caso se habla de la precipitación o cristalización heterogénea. Como núcleo de la cristalización heterogénea pueden servir también partículas sólidas ajenas incluso iones. En el proceso real de cristalización ambos fenómenos pueden transcurrir paralelamente, la parte de cada uno depende de las condiciones de cristalización.

El núcleo de la fase sólida ha surgido en una solución en la cual inicialmente no hay núcleos de la fase sólida que se cristaliza ni partículas sólidas de otras sustancias, lo más probable es que esto en un cristal diminuto con una estructura determinada, característica para el compuesto dado, y que ha alcanzado unas dimensiones a las cuales el es capaz, a las condiciones dadas, para el crecimiento ulterior.

Algunos autores consideran posible otro cambio, la formación de un núcleo amorfo de tales dimensiones que es capaz para su existencia estable, mientras que la formación de la estructura cristalina refiere el período de crecimiento del núcleo. (ZELIKMAN, A. N. 1982).

3.2 Fundamentación teórica del proceso de precipitación de metales no ferrosos.

El proceso de precipitación de los metales no ferrosos, en este caso níquel y cobalto se determina por la reacción fundamental:



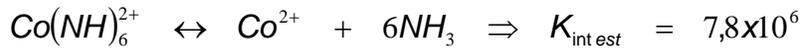
La mayoría de los metales presentes en el licor producto forman sulfuros insolubles, los cuales se rigen por el producto de solubilidad, Pa:

$$Pa = [Me^{+2}]^n [S^{-2}]^m \phi^\pm$$

Se reporta en la literatura el Ps del NiS es de $3 \cdot 10^{-21}$ y el del CoS $5 \cdot 10^{-22}$. Por consiguiente en medio amoniacal debe precipitar preferentemente el cobalto antes que el níquel del licor producto y todo el cobre ya que el Ps de este último es aun menor.

Según diferentes autores, SMIRNOV, I. y otros, el cobalto está presente en el licor producto formando diferentes complejos amoniacales de forma bivalente y trivalente, no así el níquel que se encuentra dentro de sus complejos amoniacales en forma bivalente. La cantidad de cobalto trivalente varía según pruebas realizadas de un 40-60 % (2).

Acorde a la literatura el Co trivalente forma complejos amoniacales mucho mas estables que el bivalente, siendo las constantes de equilibrio de inestabilidad (Kinest.) las siguientes, SAMALEA, G y otros:



De esta forma el más estable en la solución es el Co^{3+} , le sigue el Ni^{2+} y por último el Co^{2+} . Esto explica por que la reacción predominante en la solución amoniacal, será la del Co^{3+} , es decir:



La presencia de Co^{3+} en la solución a tratar implica mayor consumo de reactivo, por una para disminuir este consumo se introduce el proceso de ensemillamiento, tal y como se ha referido anteriormente consiste en la recirculación de una parte del sulfuro ya precipitado y sedimentado al licor a descobaltizar antes de inyectar el reactivo precipitador, hidrógeno sulfuro de amonio; además de los efectos positivos que provoca en el proceso la inyección previa de sólidos ya precipitados, como centro de cristalización, (ZELIKMAN, A. N. 1982) y las reacciones de intercambios entre ambas fases en contacto. Es decir el Co^{3+} presente en la solución pasa a Co^{2+} mediante la disolución del NiS y por consiguiente, cuando se adiciona el reactivo precipitador, el Co^{2+} se precipita como CoS disminuyendo el consumo teórico del reactivo precipitador.

Para evaluar el proceso de precipitación de los sulfuro de níquel y cobalto a partir del licor de II etapa de la Planta de Lixiviación y Lavado de la Empresa del Níquel "Comandante Ernesto Che Guevara se realizaron los experimentos de acuerdo con el diseño de experimento obtenido según el método factorial completo, con las variables independientes escogidas (% de precipitación, % de semilla), obteniéndose una base de datos para la interpretación de los resultados. Se obtuvieron los siguientes resultados.

3.3 Evaluación de los resultados obtenidos durante el año 2011.

En la Tabla. 3.1 se muestran los resultados de las concentraciones de níquel, y cobalto, así como el por ciento de precipitación de níquel y cobalto para el licor producto durante el año 2011 obtenidos de los registros de control diarios de análisis químicos realizados y registrados por el Laboratorio Químico en la IntraNET empresarial CheNET y con los que opera la industria.

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

Tabla 3.1: Principales indicadores del esquema de precipitación de cobalto del licor producto, I etapa.

Meses evaluados		Licor de entrada			Licor de salida			Precipitación de Ni y Co	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
Enero	1	8,581	0,375	22,883	7,685	0,031	247,903	10,442	91,733
Febrero	2	8,779	0,314	27,959	7,811	0,034	229,735	11,026	89,172
Marzo	3	8,666	0,307	28,228	7,811	0,026	300,423	9,866	91,531
Abril	4	8,407	0,309	27,207	7,512	0,029	259,034	10,646	90,615
Mayo	5	8,890	0,342	25,994	8,011	0,028	286,107	9,888	91,813
Junio	6	9,104	0,294	30,966	8,004	0,024	333,500	12,083	91,837
Julio	7	8,341	0,229	36,424	7,434	0,024	309,750	10,874	89,520
Agosto	8	8,870	0,260	34,115	8,000	0,020	400,000	9,808	92,308
Septiembre	9	8,820	0,250	35,280	8,030	0,020	401,500	8,957	92,000
Octubre	10	8,384	0,248	33,806	7,647	0,021	364,143	8,791	91,532
Noviembre	11	8,512	0,266	32,000	7,698	0,025	307,920	9,563	90,602
Diciembre	12	8,597	0,263	32,688	7,769	0,025	310,760	9,631	90,494
Promedio		8,663	0,288	30,629	7,784	0,026	312,565	10,131	91,096

La precipitación en la planta de Recuperación-Cobalto para el licor producto durante el año 2011 se realizó de forma intensiva, valores de 10,131 y 91.096 %

para el níquel y el cobalto respectivamente así se refleja en la tabla 3.1, así como la alta relación níquel-cobalto, 312,565.

La tabla 3.2 contiene similares resultados para el licor de la II etapa durante el año 2011 tomados igualmente de los registros de la IntraNET empresarial CheNET.

Tabla 3.2: Principales indicadores del esquema de precipitación de cobalto del licor de II etapa.

Meses evaluados		Licor de entrada			Licor de salida			Precipitación de Ni y Co	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
Enero	1	4,380	0,310	14,129	4,480	0,210	21,333	-2,283	32,258
Febrero	2	4,610	0,270	17,074	4,640	0,190	24,421	-0,651	29,630
Marzo	3	4,570	0,290	15,759	4,670	0,220	21,227	-2,188	24,138
Abril	4	4,380	0,300	14,600	4,640	0,250	18,560	-5,936	16,667
Mayo	5	4,570	0,290	15,759	4,690	0,210	22,333	-2,626	27,586
Junio	6	4,740	0,240	19,750	4,940	0,170	29,059	-4,219	29,167
Julio	7	4,770	0,180	26,500	4,960	0,130	38,154	-3,983	27,778
Agosto	8	4,240	0,190	22,316	4,430	0,131	33,817	-4,481	31,053
Septiembre	9	4,410	0,190	23,211	4,560	0,130	35,077	-3,401	31,579
Octubre	10	4,440	0,190	23,368	4,580	0,130	35,231	-3,153	31,579
Noviembre	11	4,750	0,230	20,652	4,900	0,150	32,667	-3,158	34,783
Diciembre	12	4,710	0,230	20,478	4,860	0,160	30,375	-3,185	30,435
Promedio		4,548	0,243	19,466	4,696	0,173	28,521	-3,272	28,888

En la II etapa de precipitación de cobalto se alcanzan valores negativos en la precipitación del níquel, que tiene su argumentación técnica y es la razón del desarrollo de este trabajo investigativo, con valores medios de -3,272 % y para el cobalto se logra un valor medio de 28,888 %. Este efecto está dado por la interferencia que provoca la operación de ensemillamiento en el circuito de la II etapa la inyección de pulpa de recirculación como semilla procedente de la I etapa, la masa de níquel contenida en la semilla recirculada desde I etapa hacia la II etapa que, en reacciones de intercambio, se trasfiere desde el sólido hacia el licor de la II etapa se desconoce, en II etapa se precipita una parte del níquel contenido en el licor, pero esta precipitación no se refleja en la práctica porque se compensa con la transferencia de níquel contenido en el sólido de la semilla de la I etapa hacia el licor, pero se desconoce en que proporción está dada esa

transferencia y los resultados prácticos demuestran, el níquel que se transfiere es mayor que el precipitado, de ahí la actualidad del tema objeto de análisis en este trabajo.

En la tabla 3.3 se muestran los resultados del contenido de los sulfuros mixtos durante el año 2011 obtenidos de los Registros Metalúrgicos mensuales de la empresa.

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

		Composición del sulfuro mixto (%)				
Meses evaluados		Ni	Co	Fe	Cu	Ni/Co
Enero	1	15,706	11,208	0,711	2,016	1,401
Febrero	2	17,655	9,648	0,666	2,025	1,830
Marzo	3	17,506	9,717	0,698	2,227	1,802
Abril	4	20,145	8,739	0,520	2,165	2,305
Mayo	5	17,883	10,830	0,399	2,212	1,651
Junio	6	19,272	9,937	0,584	2,390	1,939
Julio	7	20,131	8,395	0,709	2,220	2,398
Agosto	8	16,589	10,700	0,840	2,983	1,550
Septiembre	9	17,525	10,525	0,732	3,050	1,665
Octubre	10	16,686	10,421	0,772	2,731	1,601
Noviembre	11	17,573	10,170	0,629	2,320	1,728
Diciembre	12	16,865	10,004	0,732	2,274	1,686
Promedio		17,795	10,025	0,666	2,384	1,796

En la tabla 3.3 se muestra que independientemente de que en I etapa se aumenta la precipitación de cobalto y con ello la del níquel, se logra en II etapa un producto, con relación níquel-cobalto por debajo de 2,0, valor de 1,796 confirma la eficacia de este proceso.

Para evaluar la interrelación existente entre las variables del proceso, concentraciones de níquel y cobalto en los flujos de entrada y salida de ambas

etapas del proceso con los contenidos de los elementos en el sulfuro mixto se establece un análisis de regresión, resultado que se muestra en la Tabla. 3.4.

Para este análisis de regresión se usa el software Excel y las herramientas de análisis de datos disponible, se determina el coeficiente de regresión entre las variables incluidas en el análisis, se asume que para valores superiores a 0,6 evidencia relaciones fuertes entre las variables como un modo de evaluar con este método la dependencia o no entre ellas para variables obtenidas a escala industriales con mayores complejidades.

Tabla. 3.4: Coeficientes de correlación entre las variables del proceso seleccionadas y los contenidos de metales en el sulfuro mixtos obtenido:

	I etapa						II etapa				Sulfuros mixtos							
	Licor de entrada (g/L)		Licor de salida (g/L)		Precipitación de Ni y Co (%)		Licor de entrada (g/L)		Licor de salida (g/L)		Precipitación de Ni y Co (%)		Sulfuros mixtos (%)					
	Ni	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni	Co	Ni	Co	Fe	Cu	Ni/Co	
I etapa	Ni	1,00																
	Co	0,26	1,00															
	Ni	0,92	0,14	1,00														
	Co	-0,05	0,76	-0,25	1,00													
II etapa	Ni (%)	0,31	0,32	-0,08	0,48	1,00												
	Co (%)	0,47	0,17	0,62	-0,51	-0,31	1,00											
	Ni	-0,03	-0,21	-0,18	0,15	0,36	-0,55	1,00										
	Co	0,09	0,92	-0,04	0,81	0,33	-0,01	-0,08	1,00									
S (Ni+Co)	Ni	-0,08	-0,33	-0,25	-0,01	0,40	-0,48	0,95	-0,16	1,00								
	Co	0,01	0,81	-0,13	0,74	0,35	-0,05	-0,12	0,96	-0,14	1,00							
	Ni (%)	0,16	0,35	0,20	0,47	-0,09	-0,23	0,22	0,25	-0,11	0,05	1,00						
	Co (%)	0,18	-0,21	0,32	-0,29	-0,31	0,15	0,15	-0,47	0,00	-0,70	0,44	1,00					
S (Ni+Co)	Ni	-0,12	-0,23	-0,35	0,05	0,55	-0,41	0,40	-0,03	0,58	0,18	-0,53	-0,64	1,00				
	Co	0,44	0,37	0,63	-0,13	-0,42	0,70	-0,42	0,08	-0,54	-0,12	0,35	0,62	-0,84	1,00			
	Fe	-0,19	-0,50	-0,06	-0,47	-0,35	0,07	-0,28	-0,59	-0,31	-0,63	0,08	0,45	-0,49	0,13	1,00		
	Cu	0,23	-0,61	0,46	-0,88	-0,54	0,57	-0,46	-0,73	-0,36	-0,68	-0,33	0,32	-0,23	0,32	0,50	1,00	
Ni/Co	0,12	0,31	-0,05	0,39	0,45	-0,21	0,39	0,45	0,47	0,54	-0,21	-0,55	0,72	-0,38	-0,96	-0,47	1,00	

Coeficientes de regresión superiores a 0,6 confirman la fuerte correlación que se establece entre las composiciones químicas de las corrientes de entrada y salida de una misma etapa así como los contenidos de cobalto a la salida de la I etapa con las concentraciones de entrada y salida de cobalto en la II etapa, la fuerte dependencia del contenido de cobalto en el sulfuro mixto con las concentraciones de níquel de salida de la I etapa y a su vez con la intensidad con que se precipite tanto en I etapa como en la II etapa.

3.4 Resultados obtenidos a escala de laboratorio con la descobaltización sin inyección de semilla y análisis de los mismos.

Durante todos los experimentos para los análisis químicos de los elementos níquel, cobalto, hierro, manganeso, cobre y zinc se analizan por ICP; el magnesio y el cobalto se analizan por absorción atómica.

En la tabla 3.5 se muestran los resultados de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación a descobaltizar.

Tabla 3.5 Características de las materias primas del proceso de precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación a descobaltizar.

Composición química en el licor de II Etapa de Lixiviación a descobaltizar (g/L)								
Ni	Co	Fe	S	NH ₃	Mg	CO ₂	Zn	Cu
3,74	0,201	0,03	1,44	76	0,05	39	0,0077	0,0018

El licor de la II etapa se caracteriza por tener menores concentraciones de níquel y cobalto, relación níquel-cobalto menores que el licor de I etapa que garantiza mayor selectividad para la precipitación del cobalto. Durante todos los experimentos para los análisis químicos de los elementos níquel, cobalto, hierro, manganeso, cobre y zinc se analizan por ICP; el magnesio y el cobalto se analizan por absorción atómica.

La concentración del hidrógeno sulfuro de amonio, reactivo utilizado como agente de precipitación en la descobaltización licores de II etapa fue de 123,54 g/L.

En la tabla 3.6 se muestran los resultados de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del licor de II etapa de lixiviación para la descobaltización al 20 % de precipitación de cobalto sin ensemillamiento.

Tabla 3.6. Características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del Licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 20 % de precipitación de Co

Composición química del licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 20 % de precipitación de Co sin semilla, g/L												
Experimento	Elementos								Precipitación de Ni y Co			
	Ni	Co	Fe	S	NH ₃	Mg	CO ₂	Zn	Cu	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	3,580	0,162	0,030	1,640	74,000	0,050	37,000	0,008	0,0009	22,099	4,278	19,403
2	3,650	0,165	0,030	1,630	74,100	0,050	37,200	0,007	0,0008	22,121	2,406	17,910
3	3,670	0,158	0,031	1,620	74,300	0,050	37,300	0,008	0,0008	23,228	1,872	21,393
Promedio	3,633	0,162	0,030	1,630	74,133	0,050	37,167	0,007	0,00083	22,483	2,852	19,569

A partir de los resultados analíticos mostrados en las tablas 3.5 y 3.6 se determina que durante la precipitación de cobalto al 20 % la precipitación media que se alcanza es de 2,852 y 19,569 % para el níquel y el cobalto respectivamente y la relación níquel-cobalto alcanzada en el licor de esta evaluación es de 22,483. A partir de los resultados mostrados en la tabla. 3.2 correspondiente al año 2011 se logra valores medios de -3,272 y 28,888 % de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y relación níquel-cobalto media de 27,078, que es reflejo de una mayor profundidad en la precipitación de cobalto. Estas diferencias, favorables durante el año 2011, está fundamentada a la ausencia de semilla de I etapa en esta evaluación, que evidentemente favorece el proceso. Se destaca el azufre que incrementa su contenido en un 13 %, el hierro se mantiene en el mismo valor y el cobre solo precipita un 57 %. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, alcanza 1,872 y 21,393 % de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y mayor relación níquel-cobalto, 23,228.

En la tabla 3.7 se muestran los resultados obtenidos de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del Licor de II Etapa de Lixiviación descobaltizando al 30 % de precipitación de cobalto sin inyección de semilla.

Tabla 3.7. Características de las materias primas obtenida del proceso de precipitación del Licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 30 % de precipitación de Cobalto.

Composición química del licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 30 % de precipitación de Co sin semilla, g/L												
Experimento	Elementos								Precipitación de Ni y Co			
	Ni	Co	Fe	S	NH ₃	Mg	CO ₂	Zn	Cu	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	3,620	0,141	0,030	1,680	74,200	0,050	37,000	0,008	0,0012	25,674	3,209	29,851
2	3,570	0,143	0,029	1,710	74,100	0,050	37,200	0,008	0,0011	24,965	4,545	28,856
3	3,600	0,146	0,030	1,720	74,300	0,050	37,300	0,009	0,0011	24,658	3,743	27,363
Promedio	3,597	0,143	0,030	1,703	74,200	0,050	37,167	0,009	0,00113	25,099	3,832	28,690

Aplicando la precipitación del cobalto al 30 % precipita 3,832 y 28,690 % para el níquel y el cobalto respectivamente, valores superiores a los alcanzados para el 20 % de precipitación de cobalto analizado en la tabla 3.7; la relación Níquel-cobalto en el licor de esta evaluación es de 25,099; aunque se acerca más a los valores que se alcanzan durante el año 2011, Tabla. 3.2, aún son inferiores tal y como se explicaba para el caso de la precipitación para el 20 %. El experimento No. 1 logra mejores resultados, 3,209 y 29,851 % de precipitación de níquel y cobalto respectivamente y mayor relación níquel-cobalto, 25,674.

En este caso el azufre se incrementa en un 18 %, el hierro se mantiene en el mismo valor y el cobre solo precipita un 37,037 %.

3.5 Resultados obtenidos a escala de laboratorio con la descobaltización con inyección de semilla; análisis de los mismos.

En la tabla 3.8 se muestran los resultados de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación a descobaltizar aplicando semilla al 150 %. Este resultado se obtuvo por el método de espectroscopia de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP).

Tabla 3.8 Características de las materias primas obtenida del proceso de precipitación del licor de segunda etapa de lixiviación a descobaltizar al que se le inyectará semilla.

Composición química en el licor de II Etapa de Lixiviación a descobaltizar con la inyección de semilla (g/L)				
Ni	Co	S	Mg	Zn
4,2	0,252	1,44	0,032	0,007

La concentración del hidrógeno sulfuro de amonio, reactivo utilizado como agente de precipitación en la descobaltización licores de II etapa fue de 131,17 g/L.

En la tabla 3.9 se muestran los resultados de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del licor de II Etapa de lixiviación descobaltizado al 20 % de precipitación de Co con inyección de semilla al 150 % del níquel mas cobalto precipitado.

Tabla 3.9. Características de las materias primas obtenida del proceso de precipitación del licor de segunda Etapa de Lixiviación obtenido después de descobaltizado al 20 % de precipitación de Co y se le aplica semilla al 150 %.

Composición química del licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 20 % de precipitación de Co con semilla, g/L								
Experimento	Elementos					Precipitación de Ni y Co		
	Ni	Co	S	Mg	Zn	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	4,400	0,202	1,850	0,042	0,0080	21,782	-4,762	19,841
2	4,300	0,200	1,790	0,043	0,0070	21,500	-2,381	20,635
3	4,350	0,201	1,820	0,042	0,0060	21,642	-3,571	20,238
Promedio	4,350	0,201	1,820	0,042	0,0070	21,641	-3,571	20,238

La precipitación media que se alcanza en esta etapa es de -3.571 y 20.238 % para el níquel y el cobalto respectivamente, la relación níquel-cobalto en el licor de este experimento es de 21,641. Estos resultados se obtuvieron por el método de espectroscopia de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP). Al comparar estos resultados aplicando semilla con los obtenidos sin aplicar semilla para el 20 % de precipitación de cobalto, tabla. 3.6, se destaca la disminución en el por ciento de precipitación de níquel al aplicarle semilla, la concentración de entrada en este caso es inferior a la salida para el caso de níquel, una diferencia

de 6 % al compararlo con la evaluación sin semilla; para el caso del cobalto la precipitación de cobalto es ligeramente superior, 0,669 % y la relación níquel-cobalto es ligeramente inferior en 0,832 que se logra sin la semilla. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, es el que muestra mejor balance entre la precipitación de níquel y cobalto, así como la relación níquel-cobalto en el licor de salida.

En la tabla 3.10 se muestran los resultados de las características de las materias primas y productos del proceso de precipitación del licor de II Etapa de Lixiviación descobaltizado al 30 % de precipitación de cobalto aplicando un 150 % de semilla del níquel mas cobalto precipitado.

Tabla 3.10. Características de las materias primas del proceso de precipitación del licor de II Etapa de Lixiviación obtenido después de descobaltizado al 30 % de precipitación de Co aplicando un 150 % de semilla del níquel mas cobalto precipitado.

Composición química del licor de II Etapa de Lixiviación después de descobaltizar al 30 % de precipitación de Co con semilla, g/L								
Experimento	Elementos					Precipitación de Ni y Co		
	Ni	Co	S	Mg	Zn	Ni/Co	Ni (%)	Co (%)
1	4,200	0,164	1,900	0,046	0,007	25,610	0,000	34,921
2	4,200	0,165	1,820	0,041	0,007	25,455	0,000	34,524
3	4,250	0,163	1,850	0,044	0,008	26,074	-1,190	35,317
Promedio	4,217	0,164	1,857	0,044	0,007	25,713	-0,397	34,921

La precipitación media que se alcanza aplicando 30 % de precipitación para el níquel y el cobalto es de -0,397 y 34,921 % respectivamente; estos resultados se obtuvieron por el método de espectroscopia de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP). Al compararlo con los resultados obtenidos al 30 % sin semilla, tabla 3.7, disminuye la precipitación de níquel en 4,2 % y la del cobalto 6,231, la relación níquel-cobalto es ligeramente superior de 0,631 %. El experimento No. 3 es el de mejores resultados, alcanza una precipitación de cobalto superior, 35,317 %, como efecto de la semilla, el níquel es negativo, -1,190 %; y la relación níquel-cobalto es la mayor con un valor de 26,074.

3.6 Resultados obtenidos con la evaluación a escala industrial aplicando precipitación de cobalto al 20 y 30 %.

La evaluación se inicia el día 5 de junio de 2012, 6:00 AM, se procede tal y como se describe en el epígrafe 2.4 del capítulo 2; se establece la dosificación correspondiente al 20 % de precipitación se independizaron los flujos de semilla y se continúa la operación de extracción desde el fondo del sedimentador a fin de evacuar la pulpa remanente de la I etapa; al cabo de las 20 horas se procede a detener esta operación. A las 24 horas de iniciada la operación se toma la muestra de pulpa, se prepara y entrega para su secado y análisis.

La tabla 3.11 contiene los resultados obtenidos en el análisis de la muestra de sólido durante la operación aplicando un 20 % de precipitación.

Tabla 3.11 Composición química del sulfuro obtenido la pulpa espesada durante la operación después de descobaltizar al 20 % de precipitación de Cobalto.

Contenido del sulfuro obtenido a partir del licor II etapa para el 20 % de precipitación a escala industrial							
Ni	Co	Fe	Mn	Mg	Si	Zn	Cu
8,590	14,470	1,539	0,042	0,367	0,630	0,013	5,180

Los contenidos de níquel y cobalto de 8,590 y 14,470 % reflejan la obtención de un producto con elevado contenido de cobalto, una relación níquel-cobalto de 0,594 no se tiene referencia anterior en esta industria; se descarta error analítico dado a que esta muestra se le aplicó las normas certificadas para la preparación de la muestra, NC 608:2008 MINERALES-SULFUROS DE NÍQUEL Y SULFURO DE NÍQUEL Y COBALTO-MUESTREO y para los análisis químicos la NC 638:2011 MINERALES-SULFUROS DE NÍQUEL Y SULFURO DE NÍQUEL Y COBALTO-ANÁLISIS QUÍMICO; para el caso del níquel se analiza por el método DMG-gravimetric y el cobalto por absorción atómica. Al igual para los resultados obtenido en la tabla 3.13.

La Tabla 3.12 contiene los resultados obtenidos en el análisis de la muestra de sólido durante la operación aplicando un 30 % de precipitación.

Tabla 3.12. Composición química del sulfuro obtenido en la pulpa espesada durante la operación después de descobaltizar al 30 % de precipitación de Cobalto.

Contenido del sulfuro obtenido a partir del licor II etapa para el 30 % de precipitación a escala industrial.							
Ni	Co	Fe	Mn	Mg	Si	Zn	Cu
8,430	14,520	1,538	0,043	0,360	0,620	0,013	5,140

Para la precipitación al 30 % los contenidos de níquel y cobalto de 8,430 y 14,520 % respectivamente, relación níquel-cobalto de 0,580, muestran similar comportamiento al que se logra al 20 % de precipitación a escala industrial. El contenido de níquel mas cobalto es de 23,060 % para el 30 % mientras que para el 20 % es de 22,950 %. Para los últimos 10 lotes, junio 2012, se alcanza un contenido de 17,795 y 10,025 % de níquel y cobalto respectivamente, con una relación níquel-cobalto de 1,796.

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

La tabla 3.13 contiene la composición granulométrica de la muestra de sulfuro sólido obtenido en la II etapa:

Tabla 3.13 Composición granulométrica de la muestra de sulfuro sólido de segunda etapa.

Clases de tamaño [µm]	Retenido %			Promedio
	I	II	III	
> 5	72,28	71,74	72,00	72,01
>10	22,70	23,20	23,09	23,00
>15	4,33	4,22	4,20	4,25
>20	0,58	0,70	0,60	0,63
>25	0,11	0,14	0,11	0,12
>30	0,00	0,00	0,00	0,00

Estos resultados obtenidos durante la evaluación a escala industrial son similares a los obtenidos en etapas anteriores con el esquema normal de operación por lo

que no provoca alteraciones en la composición granulométrica del sulfuro obtenido.

3.7 Resumen de parámetros de Operación de la planta antes, durante y después de realizada la evaluación.

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

Las muestras analizadas se toman cada 2 horas y son analizadas en el Laboratorio Químico por absorción atómica, a partir de las mismas se calcula la relación níquel-cobalto y el por ciento de precipitación de níquel y cobalto. En la Tabla. 3.14 se refleja la estadística descriptiva para cada una de las etapas referidas.

Tabla 3.14 Estadística descriptiva para las concentraciones en las muestras de entrada y salida antes, durante y después de la evaluación realizada a escala industrial.

Etapa de evaluación		Flujo de entrada (g/L)			Flujo de salida (g/L)			Precipitación (%)	
		Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co	Ni/Co	Ni	Co
Antes de la evaluación, 48 horas	Media	4,354	0,211	20,730	4,521	0,149	30,357	-3,857	29,063
	Mediana	4,300	0,208	20,673	4,500	0,150	30,101	-4,598	29,038
	Desviación estándar	0,088	0,014	1,243	0,066	0,007	1,433	2,042	3,313
	Rango	0,300	0,069	5,873	0,300	0,023	4,786	7,143	17,287
	Cuenta	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000	24,000
Evaluación al 20%, 24 horas	Media	4,400	0,207	21,310	4,458	0,162	28,111	-1,297	21,714
	Mediana	4,500	0,209	21,312	4,550	0,168	26,212	-1,087	18,121
	Desviación estándar	0,204	0,008	0,580	0,243	0,028	4,103	1,474	11,565
	Rango	0,600	0,024	2,008	0,700	0,076	11,854	4,348	34,510
	Cuenta	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000
Evaluación al 30%, 24 horas	Media	4,475	0,201	22,237	4,575	0,142	32,389	-2,243	29,588
	Mediana	4,500	0,200	22,141	4,550	0,139	32,616	-2,273	30,482
	Desviación estándar	0,075	0,005	0,588	0,087	0,009	2,060	1,654	4,173
	Rango	0,200	0,017	1,957	0,200	0,030	6,543	4,545	13,037
	Cuenta	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000	12,000
Después de la evaluación, 10 horas	Media	4,527	0,224	20,210	4,627	0,151	31,225	-2,201	32,677
	Mediana	4,500	0,225	20,264	4,700	0,146	31,757	-4,255	37,288
	Desviación estándar	0,065	0,007	0,593	0,179	0,021	4,277	3,431	9,974
	Rango	0,200	0,027	2,463	0,600	0,062	12,206	11,111	27,437
	Cuenta	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000	11,000

Al evaluar los resultados mostrados en la tabla 3.14 se corroboran los obtenidos a escala de laboratorio para las operaciones al 20 y 30 % de precipitación con la inyección de semilla; antes del inicio de las operaciones ensemillando de la I etapa mantiene la precipitación de níquel negativa, -3,857 %, como efecto de la interferencia de la semilla de la I etapa, al iniciarse la operación independizando las semillas de ambas etapas aumenta la precipitación de níquel, a la II etapa se recircula una semilla con una relación níquel-cobalto más baja por tanto el intercambio de níquel sólido-líquido disminuye porque el equilibrio entre ambas fases se hace menor y es evidente que al disminuir el intercambio la precipitación de níquel se ve interferida en menor medida y se refleja en los resultados analíticos de las concentraciones de salida de la planta.

Al comparar la operación establecida para lograr el 30 % de precipitación de cobalto con la etapa antes de iniciar la operación de evaluación la precipitación de

cobalto se mantiene en valores similares, 29,588 y 29,063 % respectivamente, sin embargo al igual que durante la precipitación al 20 % precipita mayor cantidad de níquel. La diferencia en la relación níquel-cobalto se mantiene acorde al comportamiento de las concentraciones en los flujos de alimentación en las diferentes etapas evaluativas.

Conclusiones parciales del capítulo 3.

La precipitación en la Planta Recuperación-Cobalto para el licor producto durante el año 2011 se realiza de forma intensiva, valores de 10,131 y 91.096 % para el níquel y el cobalto respectivamente así lo reflejan. El sulfuro obtenido con relación níquel-cobalto de 1,796 confirma la eficacia del proceso de precipitación en dos etapas.

Los contenidos de níquel y cobalto en el sulfuro obtenido en la evaluación a escala industrial de 8,590 y 14.470 % reflejan la obtención de un producto con elevado contenido de cobalto, una relación Níquel-cobalto de 0,594 no se tiene referencia anterior en esta industria; para la precipitación al 30 por ciento se logra 8,430 y 14,520 % de níquel y cobalto respectivamente y una relación níquel-cobalto de 0,580 confirman los resultados obtenidos durante la etapa al 20 %.

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

CONCLUSIONES

1. Se determino la influencia de los factores porcentaje de precipitación de níquel y cobalto y porcentaje de recirculación de sulfuro en forma de semilla en el proceso de precipitación de sulfuros a partir de licores de II etapa de lixiviación en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara” a escala de laboratorio. Los mejores resultados se obtuvieron para el 30 % de precipitación de cobalto con 150 % de recirculación de semilla.
2. Se caracterizó la composición química y granulométrica del sulfuro de níquel y cobalto obtenido a partir de los licores de segunda etapa de lixiviación a escala industrial. Se obtuvo un sulfuro con una relación níquel-cobalto por debajo de 0,6 como principal diferencia, las propiedades físicas y granulométricas son similares a otros productos obtenidos.
3. Se pudo corroborar tanto a escala de laboratorio como industrial el alto grado de selectividad del cobalto en la precipitación del sulfuro a partir de los licores de segunda etapa de lixiviación, bajo las condiciones de operación analizadas.
4. El proceso de precipitación de cobalto a partir del licor de segunda etapa de lixiviación en la Empresa del Níquel “Comandante Ernesto Che Guevara” influye significativamente en la disminución de la relación níquel-cobalto del producto final obtenido en la empresa.

RECOMENDACIONES

En futuros trabajos a realizar sobre este nuevo esquema tecnológico incluir la influencia del proceso de recirculación de sulfuros de primera etapa en la calidad del producto final de la planta.

BIBLIOGRAFIA

- AKHTAR, K Y I. ul Haq. 2003: Preparation and characterization of uniformly coated particles by homogeneous precipitation (cobalt compounds on nickel compounds). *Advanced Powder Technology*. Vol. 12. N° 3. P 291-456.
- ALPIZAR. J. 1990: Introducción a la elaboración matemática de los resultados experimentales. Universidad de la Habana.
- CASTELLANOS, J. 1974. Metalurgia extractiva de los minerales oxidados de níquel. La Habana.
- CHANG, A. R. y M. Sosa. 1987: Consideraciones sobre la termodinámica del proceso de lixiviación carbonato amoniacal, 2da parte. *Revista Minería y Geología*. Vol. 5 No 1.
- CHAVIANO, J. 2000: Informe técnico. Empresa del Níquel "Comandante Ernesto Che Guevara.
- FIFFE, J. Cinética de la disolución del níquel y el cobalto metálicos en soluciones carbonato-amoniacaes. Tesis de Doctorado, Universidad de Oriente. Santiago de Cuba. 1985.
- GARCIA, G. 1998: Diferencia en los contenidos de sulfuro enriquecido. Informe técnico. Empresa "Comandante René Ramos Latourt.
- GARRIDO, M y M. Slix. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones amoniacaes. Trabajo de Diploma. I.S. M.M. Moa.
- GARRIDO, M. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. Tesis en opción al título de Master en Metalurgia Extractiva. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa. 80 p.
- GARRIDO, M. O. 2000: Lovaina y E. Fernández. Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. *Revista Minería y Geología* No 3-4. Volumen XVII
- GARRIDO, M., Lovaina, O. y Fernández E, 2001: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. *Revista Minería y Geología* No 3-4. Volumen XVIII.

- GONZÁLEZ, L. 1991: Cinética de la precipitación de sulfuros de cobalto de los licores amoniacaes que contienen níquel. Informe técnico. Centro de Investigación del níquel. Moa.
- HERNÁNDEZ, R. 1983: Comportamiento del sulfuro precipitado en la planta de lixiviación para el control del cobalto. Informe técnico. Empresa “Comandante René Ramos Latourt”.
- HERNÁNDEZ R. 1996: Optimización del circuito de precipitación de cobalto en el licor producto utilizando la tecnología de ensemillamiento en reactores con agitación. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- HERRERA, V Y KASAVIN, J. 1971: Separación de níquel y cobalto por el método de formación de sulfuros en las soluciones carbonatos amoniacaes. Informe Técnico. C.I.P.I.M.M.
- HERRERA, V. 1964: Reporte técnico del proceso carbonato amoniacaal. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- KASAVIN, J. 1970: Reporte de investigación. Nicaro, N0 518.
- LEÓN, M. 2008: Evaluación a escala de laboratorio del ensemillamiento para la precipitación de cobalto en los licores de 2da etapa de lixiviación de la Empresa “Comandante René Ramos Latourt”. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- LOBAINA, O. y col. 1998: Pruebas a escala de banco para analizar el uso del sulfuro de sodio en la precipitación de sulfuros. Informe de investigación. C.I.L
- LOBAINA, O. y col. 1994: Reporte técnico. C.I.L
- LÓPEZ, Y E y, SANTANA. 2002: Estudio del circuito de ensemillamiento de Cobalto en la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”. Informe técnico. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- MAGAÑA, M. 2001: Revisión del circuito de precipitación de cobalto de RRL. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- MENÉS, G. 1998. Separación de Níquel y Cobalto por el método de formación de Sulfuros en las soluciones amoniacaes. Informe técnico. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.

- MITROFANOV, S. 1982: Investigación de la capacidad de enriquecimiento de los minerales. Mir. Moscú.
- MUÑOZ, A; A. Columbié y D. Guzmán. 1995. Evaluación del proceso de separación de níquel y cobalto. Revista Minería y Geología. Vol, XII N° I. p49
- OSSEO, A y W. Ashine. Heterogeneous equilibria in ammonia/laterite leaching system. Internacional laterite Simposium. 1979.
- REYES, E y ÁLVAREZ, M. 1989: Comportamiento estadístico de la oxidación de cobalto (II) en licores industriales empleando óxido de níquel. Trabajo de Diploma. Universidad de Oriente.
- RODRÍGUEZ C, GARCÍA A. 1994: Determinación del consumo de varios agentes precipitantes para la separación del cobalto. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- RODRÍGUEZ C, GARCÍA A. 1996: Propuesta para esquema provisional de separación de cobalto. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- RODRÍGUEZ C. 1984: Separación de níquel y cobalto en los licores de la fábrica Cmdte, René Ramos Latourt'. Informe Técnico. Planta Piloto, Nicaro.
- ROMERO, U. 2008: Influencia del aire en la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto en la Empresa Ernesto Che Guevara. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- SAMALEA, G y otros. Separación de cobalto de soluciones amoniacaes con ácido sulfhídrico en reactores tubulares. La minería en Cuba.1974
- SAMALEA, G. 1978: Separación de cobalto en soluciones amoniacaes con H₂S. La Minería en Cuba. Vol 4, N°. IV.
- SHERRIT G. 1992: Caron process study. Technical evaluation.
- SLIX, M. 2000: Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacaes. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.
- SMIRNOV, I. y otros. Extracción de cobalto de los minerales y concentrados de cobre y níquel. Editorial Metalurgia.1970
- SUÁREZ, A. 1998: Análisis del proceso de precipitación de sulfuros a partir de los licores carbonato amoniacaes. Tesis en opción a Master en ingeniería de procesos. Universidad de Oriente.

TORRES, A Y L. CORRALES. 2000: Aumento de la productividad de la planta de separación de cobalto. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa.

ZELIKMAN, A; G.; VOLDMAN Y L. VELIAEVSKAYA. 1982: Teoría de los procesos Hidrometalúrgicos. Editorial Metalurgia. 492p.

----, Corridas de planta piloto del Yacimiento Yagrumaje sur.1997.

----, Manual de operaciones de la UBP Recuperación-Cobalto. Sección separación de cobalto, Moa, año 2007.

ANEXOS

Anexo 1. Diagrama de flujo tecnológico de separación de cobalto en la ECG.

