



**Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. “Antonio Núñez Jiménez”
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia**

**LIXIVIACIÓN DE LAS INCRUSTACIONES DE
CARBONATO DE NÍQUEL DE LA PLANTA
RECUPERACIÓN DE AMONÍACO DE LA EMPRESA
“RENÉ RAMOS LATOUR”**

Tesis presentada en opción al título ingeniero en Metalurgia

JORGE CARMENATE LÓPEZ

Moa-2013



**Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. "Antonio Núñez Jiménez"
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia**

**LIXIVIACIÓN DE LAS INCRUSTACIONES DE
CARBONATO DE NÍQUEL DE LA PLANTA
RECUPERACIÓN DE AMONÍACO DE LA EMPRESA
"RENÉ RAMOS LATOUR"**

Tesis presentada en opción al título de Ingeniero en Metalurgia

Autor: Jorge Carmenate López

Tutores: Ing. Yosvani Aldana Espinosa

Prof. Asis., Ing. Yunior Correa Cala, MS.c

Moa-2013

PENSAMIENTO



La ciencia no es... ni misterio de iniciados, ni privilegio de los aristócratas de la mente, sino el medio único que tiene el hombre de explicarse las leyes de la vida...

José Martí.

DEDICATORIA

A mi esposa e hijos, que tanto empeño han puesto en que mis sueños sean realizados.

A los 5 héroes prisioneros del imperio, que han llenado de gloria a nuestra patria.

A toda mi familia en general.

AGRADECIMIENTOS

Agradezco de la forma más sincera la colaboración de todos y todas las personas que de una forma u otra han contribuido a la realización de este trabajo, y en especial:

A Fidel Castro Ruz, a la Revolución Cubana por darme la oportunidad de cursar mis estudios y alcanzar el título de Ingeniero.

A mí querido hermano por todo el esfuerzo y el apoyo brindado.

A mi esposa por cuidarme y brindarme todo el apoyo en la realización de este trabajo.

A mis tutores, Ing. Yovany Aldana Espinosa y el MSc Yunior Correa Cala, en general a todos los profesores que me brindaron sus herramientas necesarias para llevar a cabo una buena investigación.

A mis compañeros de trabajo por su colaboración y su apoyo.

A todos muchas gracias.

RESUMEN

La investigación tiene como objetivo determinar la recuperación del níquel contenido en el licor producto mediante la lixiviación de las incrustaciones de carbonato de níquel para su reincorporación al proceso en la planta de Recuperación de Amoniacó de la Empresa Comandante René Ramos Latour. Para llevar a cabo el proceso se aplican una serie de métodos que ayudan a validar los resultados obtenidos, tales como espectrofotométrica por Absorción Atómica, análisis de amoniacó, determinación de níquel por métodos complejométricos y gravimétrico. Primeramente se realizan corridas a escala de laboratorio y luego a escala industrial. Los resultados son buenos en ambos procesos y se determina la reincorporación al proceso de una buena parte del níquel contenido en las incrustaciones.

SUMMARY

The investigation must as objective determine the recovery of nickel contained in the liquor product by means of the leaching of the nickel carbonate incrustations for its restoration to the process in the plant of Ammonia Recovery of the Company Commandant René Ramos Latour. In order to carry out the process a series of methods is applied that help to validate the obtained results, such as espectrofotométrica by Atomic Absorption, ammonia analysis, nickel determination by complejométricos methods and gravimetric. Firstly bullfights on scale of laboratory and soon on industrial scale are made. The results are good in both processes and the restoration to the process of a good part of nickel contend in the incrustations is determined.

ÍNDICE	PÁG.
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL.....	4
1.1. Aspectos generales sobre la recuperación de níquel	4
1.2. Fundamentos teóricos sobre la lixiviación	6
1.3. Investigaciones realizadas sobre la lixiviación.	7
CAPÍTULO 2. MATERIALES Y METODOS.....	13
2.1. Características de las incrustaciones de carbonato de níquel.....	13
2.1.1. Características del licor de los precondensadores.	13
2.2. Métodos analíticos utilizados.....	14
2.3. Instalación utilizada para el procesamiento de las arenillas	23
2.3.1. Proceso de operación de la instalación	25
2.3.2. Características de los equipos utilizados en la instalación.	25
CAPÍTULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....	27
3.1. Características químicas de la materia prima.....	27
3.2. Resultados experimental con cuatro muestras de arenillas.	28
3.3. Corridas a escala industrial en los tres meses de experimentación	32
3.4. Resultado de la operación.....	35
3.4.1. Comparación entre método anterior y nueva propuesta	35
3.5. Valoración económica	36
3.6. Impacto ambiental	36

CONCLUSIONES	38
RECOMENDACIONES	39
BIBLIOGRAFÍA	40
ANEXOS	

INTRODUCCIÓN

El níquel es un elemento químico muy valioso, aproximadamente el 65 % de su producción se emplea la fabricación de acero inoxidable austenítico, un 12 % en superaleaciones de níquel y el resto en otras aleaciones, además en baterías, catálisis, acuñación de monedas, recubrimientos metálicos y la fundición. Para su obtención a partir de minerales lateríticos, se aplican las Tecnología de Lixiviación Carbonato Amoniacal y Lixiviación Ácida a Presión.

Los mayores productores de níquel en el mundo en la actualidad son Rusia, Filipinas, Indonesia, Canadá. Cuba ocupa el noveno puesto con volúmenes que superan las 73 000 toneladas anuales. Asimismo, por sus reservas, Australia con más de 20 millones de toneladas ocupa el primer lugar en cuanto a volumen disponible, seguido por Cuba, Rusia y Canadá (Barrios, 2013).

En Cuba, a partir del año 1943, comenzaron las primeras producciones de níquel al fundarse en Nicaro, la primera industria del mundo con tecnología CARON, que tras su nacionalización con el Triunfo de la Revolución en 1959, adoptó el nombre de empresa “René Ramos Latour” (RRL). En Moa operan otras dos empresas productoras: “Pedro Soto Alba” (PSA) con tecnología ácida, puesta en operación en 1959 y “Ernesto Che Guevara” (ECG), proceso CARON, que opera desde 1986 (Oramas, 2003).

La industria niquelífera cubana, constituye actualmente un rubro muy importante en la economía nacional. Ante las tendencias actuales que caracterizan el valor del producto final, que se obtiene a partir de la tecnología carbonato amoniacal y al continuo incremento de los precios de sus insumos principales, no resulta difícil reflexionar y concluir la necesidad de aprovechar las potencialidades que brinda la reincorporación de las incrustaciones de carbonato de níquel al proceso.

Durante el proceso de destilación del licor producto que se lleva a cabo en la planta de Recuperación de Amoníaco, se crean incrustaciones en las diferentes

partes de las torres de destilación, las incrustaciones están formadas entre otros componentes por el carbonato de níquel, cuyo contenido sobrepasa el 30 %.

Existen diversas variantes para minimizar la formación de las incrustaciones, pero al final de cada campaña de operación en cada una de las torres hay que retirarlas, pues provocan la disminución considerable de la capacidad de las mismas.

En cada limpieza se extraen del interior de cada torre entre 2 y 3 t de níquel contenido en forma de carbonato de níquel (arenillas), nombre asociado a las incrustaciones después de retiradas. Está determinado además el alto contenido de hierro, pues el mismo precipita durante el proceso de destilación.

Obligatoriamente las arenillas hay que reincorporarla al proceso para recuperar todo el níquel contenido en ellas, una de las variantes utilizadas es transportarlas en camiones para un depósito, luego se embasa y se dosifica a través del calcinador. Otras de las variantes lo constituye la utilización del rastrillo que recibe una pulpa de arenillas y agua, separando el sólido del líquido, el último se retorna al sedimentador de carbonato y el primero hacia la alimentación del calcinador.

Independientemente de lo complejo que resulta la utilización de las variantes, la fundamental dificultad radica en el contenido de hierro, pues se corre el riesgo de introducir serias afectaciones a la calidad del producto final. Es por ello que el presente trabajo muestra una variante para recuperar el níquel contenido en las incrustaciones de carbonato de níquel, utilizando la lixiviación como método fundamental.

En tal sentido se plantea como **Situación problemática**: La necesidad de establecer un método eficaz para el tratamiento de las incrustaciones de carbonato de níquel y lograr su reincorporación al proceso.

Problema: La no existencia de un método eficaz que permita incorporar al proceso nuevamente las incrustaciones del Carbonato de Níquel que se forman durante la destilación de licor sin afectar la calidad del producto final.

Objeto de la investigación: Las incrustaciones de carbonato de níquel que se forman durante la destilación de licor en la planta de recuperación de amoníaco.

Hipótesis: Si se evalúa la disolución de níquel contenido en las incrustaciones obtenidas en la destilación del licor en la planta de recuperación de amoníaco a

través de la lixiviación entonces se podrá reincorporar al proceso sin que se afecte la calidad del producto final.

Objetivo general: Determinar la recuperación del níquel contenido en el licor producto mediante la lixiviación de las incrustaciones de carbonato de níquel para su reincorporación al proceso.

Objetivo específicos:

1. Caracterizar las incrustaciones de carbonato de níquel y el licor de los precondensadores que se forman en las torres durante el proceso de destilación.
2. Valorar el porcentaje de disolución de las incrustaciones de carbonato de níquel.

Campo de acción: Las transformaciones químicas que ocurren durante la lixiviación de las incrustaciones de carbonato de níquel.

CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL

Unas de las plantas fundamentales del proceso tecnológico en la Empresa Comandante René Ramos Latour es la de Recuperación de Amoniaco, que se encarga de recuperar por el método de destilación el amoniaco contenido en las colas y en el licor producto, proveniente de la planta de Lixiviación, así como obtener el carbonato básico de Níquel para enviarlo a la planta de Calcinación.

1.1. Aspectos generales sobre la recuperación de níquel

Elemento químico de símbolo Ni, perteneciente al grupo 1a de la tabla periódica, de número atómico 28 y masa atómica 58,75. Se presenta como un metal blanco plateado duro, dúctil y maleable. Presenta ferromagnetismo por debajo de los 345° C. Químicamente es un elemento poco reactivo. Reacciona suavemente en contacto con el aire. Es estable en contacto con el agua y las bases; es atacado por los ácidos no oxidantes y se pasiva con los ácidos oxidantes. Se usa principalmente en la preparación de aleaciones y en la fabricación de pilas, monedas y catalizadores, y como revestimiento protector de otros metales. Entre los compuestos químicos que presentan níquel en su estructura se pueden mencionar al carbonato, los cloruros y los óxidos.

El carbonato de níquel, NiCO_3 , es un sólido cristalino verde, higroscópico, se descompone a bajas temperaturas; se usa en la preparación de colorantes y como catalizador en la industria petroquímica. El cloruro de níquel es un sólido amarillo verdoso que se usa como mordiente de fibras textiles. El óxido de níquel, NiO es un sólido cristalino de color verde oscuro, insoluble, que se usa en la preparación de aleaciones, vidrios, cerámica, pilas y baterías. Clínicamente su toxicidad produce ataques de asma, bronquitis crónica y salpullidos. Su inhalación puede causar cáncer pulmonar.

La extracción de níquel a partir de menas oxidadas por vía hidrometalurgia es la que mayor desarrollo presenta en los últimos años, debido principalmente a las

grandes reservas de esta materia prima, las altas extracciones de dicho elemento y los bajos costos de producción.

El proceso Caron en comparación con otras tecnologías hidrometalúrgicas, además de la baja extracción de níquel y cobalto posee como desventaja relativa, el alto consumo de energía y combustible, involucrado mayoritariamente en el secado, reducción y sinterización como proceso pirometalúrgico. (Chang, 2000; Kokoev, 1975).

La tecnología carbonato amoniacal está en desventaja ante el resto de las plantas de tratamiento de menas lateríticas que producen actualmente, tanto por los bajos niveles de recuperación de níquel como por los elevados costos de producción, en particular en el aspecto energético. Los pronósticos del precio de este metal a largo plazo amenaza seriamente la existencia de esta tecnología.

A pesar de lo justificado de la estrategia de la diversificación de los productos de níquel la situación de las actuales fuentes energéticas por otra mas barata y la introducción de los cambios tecnológicos correspondientes, los costo de producción bajaran hasta tal límite que será imposible competir si no se transforma conceptualmente el modo de operar la reducción y la lixiviación para superar las extracciones de 90% de níquel con un menor costo de producción.

Esta necesidad acarreará como consecuencia en cualquiera de sus variantes de implementación un sustancial crecimiento del contenido de hierro metálico y oxido de hierro que pasará a solución durante la lixiviación, lo cual traerá consigo, por una parte el incremento de la temperatura de la pulpa al ser oxidado el hierro metálico por el oxígeno disuelto lo que elevará la pérdida de níquel por hidrólisis si no se realiza una inversión para garantizar el enfriamiento requerido. Por otro lado el manejo de una considerable masa de hierro en licor en los tanques de contacto necesita de un procedimiento para precipitar dicha masa con la finalidad de evitar crisis de sedimentación y reducir al mínimo las pérdidas de cobalto.

Las actividades de I+D para dar una respuesta futura a dichos problemas han disminuido en la presente década, lo que se manifiesta en una pobre producción científica en forma de publicaciones periódicas. Los recursos se han concentrado en la recuperación de níquel a partir del licor producto y en la diversificación de sus productos lo que da un resultado económico más rápido.

La respuesta de los inversionistas ante esta situación a sido la de no financiar proyectos para construir nuevas plantas con tecnología carbonato amoniaco en su parte inicial.

Las razones expuestas ameritan la discusión científica de las posibles alternativas de realización industrial de un procedimiento de lixiviación para condiciones actuales y futuras de reducción de menas lateríticas partiendo de un resumen de los principales aspectos teóricos y prácticos publicado en el mundo que permitan fundamentar nuevas direcciones de investigación y desarrollo para eliminar unas de las limitaciones históricas de la tecnología carbonato amoniaco que impide alcanzar las elevadas metas de extracción de níquel.

1.2. Fundamentos teóricos sobre la lixiviación

La lixiviación es un proceso en el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido. Lixiviación es la eliminación de una fracción soluble, en forma de solución, a partir de una fase sólida permeable e insoluble a la cual está asociada.

La separación implica, normalmente, la disolución selectiva, pero en el caso extremo del lavado simple, consiste sólo en el desplazamiento de un líquido intersticial por otro, con el que es miscible. El constituyente soluble puede ser sólido o líquido y estar incorporado, combinado químicamente o adsorbido, o bien mantenido mecánicamente, en la estructura porosa del material insoluble. El sólido insoluble puede ser másico y poroso. Debido a su gran variedad de aplicaciones y su importancia para diferentes industrias antiguas, la lixiviación tiene otros nombres, entre los que se encuentran en la ingeniería química están la extracción, la extracción de sólido-líquido, la percolación, la infusión, el lavado y la decantación por sedimentación.

Una cuestión previa de suma importancia es la descripción del proceso de lixiviación que requiere de la preparación adecuada y responsable del área donde se va a realizar la acción de lixiviar. Para ello, los trabajos de acondicionamiento velan por no generar impactos negativos al ambiente y al mismo tiempo lograr que el proceso sea eficiente. Entre los trabajos que se realizan, cabe mencionar

los estudios previos de suelo, agua y aire, que brindan información valiosa para el diseño y seguimiento del proceso. La lixiviación, o extracción sólido-líquido, es un proceso en el que un disolvente líquido pasa a través de un sólido pulverizado para que se produzca la disolución de uno o más de los componentes solubles del sólido.

Otro efecto del proceso natural se produce cuando determinadas concentraciones de sustancias y componentes tóxicos que se encuentran en el suelo, al entrar en contacto prolongado con el agua, se difunden al medio y lo agreden.

1.3. Investigaciones realizadas sobre la lixiviación.

En la década del 70 se realizaron algunos trabajos respecto a la lixiviación de las lateritas con soluciones residuales de sulfato de hierro (II) en condiciones de autoclaves a elevadas temperaturas y la inyección de oxígeno (Colectivo de autores, 1968). Demostrándose posteriormente por un grupo de especialistas cubanos y alemanes de la Academia de Ciencia la posibilidad de tratamiento y las posibles formas en que se pueden encontrar las combinaciones de manganeso, níquel y cobalto, aunque los resultados obtenidos fueron satisfactorios desde el punto de vista de las extracciones del elemento de interés, la materia prima empleada para la investigación no fue un residual sino mineral laterítico, la instalación fue una autoclave y se hizo con inyección de oxígeno, lo cual trae consigo la necesidad de crear condiciones especiales en el equipamiento para poder lograr los parámetros de trabajo y con ello los resultados esperados.

Del Toro, 2001 estudia la lixiviación de las colas de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara", utilizando el sulfato de hierro (II) como agente reductor y ácido sulfúrico para lixiviar, en este caso se obtienen extracciones de cobalto superiores a 90 %, se considera que las altas extracciones estuvieron dadas por los valores de temperatura logrados en el proceso, 95 °C. A pesar de que se realizó a altas temperaturas que favorecen la extracción de cobalto, no se trabajó con el equipamiento adecuado, ya que no poseía una buena hermeticidad del reactor, lo que trae consigo altas evaporaciones que influyen en los resultados de las altas extracciones.

En investigaciones realizadas sobre la recuperación de cobalto por medio de la lixiviación ácida de los escombros lateríticos (Palacios, 2001) demuestra que la

influencia de las variables es en orden descendiente de la forma siguiente: temperatura, concentración inicial del ácido sulfúrico, contenido de sólido, cantidad de azufre elemental añadido, agitación y granulometría de las partículas. El trabajo se desarrolla a altas temperaturas, donde se obtienen extracciones de cobalto superiores a 93 % con contenidos de sólidos de 45 y 48 %, la temperatura de trabajo no debe superar los 220 °C ya que podrían disolverse otros elementos presentes en la materia prima y con ello una contaminación de la solución lixiviada. En la investigación aunque se obtienen altas extracciones de cobalto, la materia prima que se emplea son los escombros lateríticos, además el equipamiento que se emplea es complejo y se utiliza el azufre como agente reductor, el cual requiere de condiciones especiales para el trabajo; el contenido de sólido es alto, así como también la concentración de ácido sulfúrico, lo cual está dado por el proceso empleado.

Trabajos de laboratorio (Peláez, 2002) con las colas de la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” se realizan por el método de lixiviación con ácidos orgánicos, donde se obtuvo extracciones de cobalto de 60 %, la temperatura de trabajo es de 27 °C y el tiempo de retención de 3 días, aunque se obtienen altas extracciones de cobalto y la temperatura a la cual se logran los resultados es baja, se tiene el inconveniente del tiempo de retención el cual es alto, además de que se emplean ácidos que son necesarios adquirirlos mediante la compra en el mercado internacional, los precios de los mismos son elevados, lo que encarece el proceso, la instalación en que se desarrolla la investigación es sencilla y fácil de manipular pero no es todo lo idónea para lograr los resultados esperados.

En la patente desarrollada por Hatch en 1983, se propone un procedimiento para mejorar la recuperación de metales valiosos no ferrosos a través de un mineral laterítico, especialmente níquel y cobalto, a partir de minerales lateríticos, el níquel y el cobalto son solubilizados a partir de minerales con alto contenido de magnesio, lixiviando el mineral con una solución acuosa de ácido sulfúrico, mientras se añade a la solución un agente reductor, para mantener el potencial redox de la solución en un valor entre 200 y 400 milivoltios, medido contra el electrodo de calomel saturado, en este procedimiento se logran altas extracciones de níquel.

Jones en el 2000, describe un procedimiento para la extracción de valores de Ni/Co a partir de mena o concentrado, para obtener un licor conteniendo valores de esos metales provenientes de la suspensión resultante de oxidación por presión; posteriormente somete el licor a un tratamiento de precipitación selectiva para obtener un sólido que contenga hidróxido de Ni/Co y someterlo a una etapa de lixiviación con una solución de amonio para producir una solución que contenga valores de Ni/Co y un residuo.

Di Yorio *et. al* (1999) se basa en la lixiviación dinámica de lateritas níquelíferas con ácido sulfúrico y cítrico para extraer por vía hidrometalurgia: níquel y cobalto. Posterior a la lixiviación, se busca la precipitación selectiva de níquel y cobalto en ambas disoluciones ácidas, se utiliza una relación de pulpa del 20 % en peso y una variación de temperatura entre 60 y 80 °C. Se obtuvo a 80 °C una recuperación de níquel de 73,4 % en ácido sulfúrico y de 20,29 % en ácido cítrico, mientras que en cobalto se obtuvo 46,29 y 38,88 % en sulfúrico y cítrico respectivamente, en 4 horas.

Palacios & Lovaina (2003), comprueban que a temperatura de aproximadamente 368 K, concentración inicial de ácido sulfúrico de 120 g/L, contenido de sólido de 40% y concentración inicial de sulfato de hierro (II) de 0,5 g /L, se puede alcanzar eficiencia de extracción de 38% de níquel, 60% de cobalto y 35% de manganeso contenido en las colas, además de obtener el modelo cinético que explica las regularidades del proceso en función de los parámetros de estudio.

Palacios & Lores (2004), trabajan la Lixiviación de cobalto en columnas de lecho estático. Alcanzaron eficiencia de extracción de 57% (0,06g/l) para el cobalto y 62,77% (0,55g/L) para el manganeso a temperatura aproximadamente de 318 K, concentración inicial de ácido sulfúrico de (15,2 g/L) contenido de sólido 2% y concentración inicial de sulfato de hierro (II) de (3,3 g/L). Y a temperatura de 298 K, la misma concentración de ácido sulfúrico, contenido de sólido de (1,3 g/L) alcanzaron eficiencia de extracción de 47,45 % (0,11 g/L) para el níquel. Además obtuvieron los modelos cinéticos de la extracción de cobalto, níquel y manganeso.

Rodríguez & Peláez (2002); analizan la influencia del porcentaje de sólido, concentración de ácido, el flujo de solución y la temperatura, sobre la recuperación de metales para cinco días de lixiviación por percolación con ácido

tartárico; los niveles mínimos y máximos a analizar fueron 2 y 3 %, 0,1 y 0,2 mol/L, 75 y 100 mL/min y temperatura ambiente y 50 °C, respectivamente. Lográndose los mayores valores de recuperación para 2 % de sólido, concentración de ácido de 0,2 mol/L, flujo de solución 100 mL/min y temperatura ambiente, porque los fenómenos de coprecipitación de cobalto lixiviado son marcados a mayores temperaturas, aunque aparecen para todas las variables estudiadas. Las mayores extracciones de cobalto fueron de 76,7 % al segundo día, las de níquel de 64,9 % al tercer día y las de Mn de 61,1 % al cuarto día de lixiviación.

A partir de los resultados anteriores se continuaron las investigaciones y se corroboró por Ramírez en el 2002 que el agente lixivante con mejores resultados para la solubilización del níquel y cobalto es el ácido tartárico a las siguientes condiciones experimentales: concentración de ácido de 0,2 mol/L, flujo de solución de 100 mL/min y temperatura de 28 °C). En el diseño experimental se determinaron de acuerdo a las variables estudiadas los siguientes niveles máximos y mínimos: relación de ácido oxálico - tartárico 1:3 y 3:1, temperatura a 28 y 50°C, flujo de solución de 65 y 130 mL/min. Resultando las mejores condiciones experimentales para la mezcla de ácidos, la relación de ácido 1:3 oxálico-tartárico, temperatura ambiente y 130 mL/min de flujo de solución, logrando un 57 % de extracción de cobalto.

Aún cuando las condiciones experimentales empleadas en las lixivaciones favorecen las máximas extracciones del níquel y el cobalto presente, las mismas tienen como limitante que no ha sido considerada cual resulta la mejor opción teniendo en cuenta las menores recuperaciones del hierro.

Ariza *et al* (2004), desarrollan variantes experimentales que le permitieran seleccionar las mejores condiciones de lixiviación. La investigación se desarrolló en dos partes: una primera dirigida a estudiar el comportamiento de las extracciones de níquel y cobalto teniendo en cuenta las variables granulometría, relación líquido - sólido y concentración de ácido en condiciones estáticas. Y una segunda parte dirigida fundamentalmente a trabajar con los mejores resultados de la primera etapa, pero esta vez se estudió la lixiviación a diferentes temperaturas y con agitación en cortos períodos de tiempo. Los mejores resultados en el caso de las condiciones estáticas fueron obtenidos para el menor tamaño de partícula

y la mayor relación líquido - sólido. La cinética realizada demostró que con nueve días de lixiviación estática se extraen más del 95 % del total a extraer de Co y en el caso del Ni a los quince días. Los resultados obtenidos a partir de las condiciones con agitación demostró que en cortos períodos de tiempos, tres horas aproximadamente y a temperatura ambiente se logran valores de extracción de Ni y Co de 45 y 60 % respectivamente.

Velásquez (1962), realiza estudio sobre la lixiviación de las colas nuevas y viejas de Nicaro en medio ácido con FeSO_4 a una temperatura de trabajo de 90°C por espacio de una hora, alcanzándose extracciones de 24,5% de níquel y 82,9% de cobalto en las recién formadas, así como el 15% de Ni y el 62,3% de Co en las colas viejas, obteniéndose los mejores resultados a partir de las colas nuevas; esto se debe al fenómeno de envejecimiento de dichas colas y al realizarse las pruebas con estas en forma de terrones.

Velásquez & Samalea (1986), realizan un estudio exhaustivo sobre la lixiviación de las colas de la Tecnología Carbonato–Amoniacal en medio ácido con SO_2 y H_2SO_3 a temperatura de trabajo 30°C y tiempo de 90 minutos, concluyéndose en la posibilidad de tratamiento de esta materia prima con dichos reactivos, lográndose extracciones de 80% de níquel y 90% de cobalto, pero dicha solución posee una alta concentración de hierro, siendo de un 25% con respecto al inicial.

Bosecket (1988), emplea en sus investigaciones 15 ácidos orgánicos en la lixiviación de diferentes yacimientos lateríticos para la recuperación del níquel, reportando que el ácido cítrico fue el más efectivo, más del 68% del níquel fue lixiviado durante 20 días con una concentración de 0,5 M, una densidad de pulpa de 10g/100mL de disolución y la granulometría de 300 μm . Además el autor en sus estudios pudo comprobar que la disolución de los metales se lleva a cabo por el desplazamiento de estos de la matriz mineral por los iones hidronios en disolución, formando sales complejas, fundamentalmente en forma de quelatos.

Brugueras *et al.* (1999), analizan en sus investigaciones la lixiviación de una mena de serpentina niquelífera del yacimiento Punta Gorda con ácidos orgánicos a temperatura ambiente, mostrando las posibilidades de lixiviar al Cobalto y al Níquel presentes en el mineral. Los ácidos utilizados fueron el oxálico, cítrico, tartárico, acético, tánico, silícico, y el ácido sulfúrico fue empleado como reactivo

de control; obteniéndose más del 90% de Níquel y alrededor del 85% del Cobalto con el ácido cítrico.

Trujillo (1997), realiza estudio sobre la identificación del carbonato básico de níquel producido en los alambiques de la planta de recuperación de amoníaco, aunque no se determinan todas las características inherentes al carbonato durante el proceso de destilación del licor.

Mateo (1982), Investiga la gran solubilidad del carbonato de níquel en el licor producto y fresco, pero no determinó la solubilidad del carbonato con respecto a la temperatura y a la relación líquido – sólido.

Hernández. (1984), Determina los niveles de disolución del carbonato básico de níquel de alto contenido de níquel y cobalto con licor amoniacal que se localizaba en la planta de recuperación de amoníaco, con el objetivo de introducirlo nuevamente al proceso de lixiviación, aunque no se determinan otros métodos de disolución del carbonato ni se tiene en cuenta la distancia entre el patio de carbonato y la planta de lixiviación.

Rodríguez (1988). Identifica las propiedades físico- químicas del carbonato de níquel, además experimenta que esta propiedades no sufren alteraciones en el rango de temperatura de 100 a 200 °C., además investiga que la disolución del carbonato básico de níquel con ácido clorhídrico y ácido sulfúrico permanece constante siendo un aspecto importante para su comercialización, también investiga que el contenido de azufre puede reducirse en mas del 50% por un repulpeo de carbonato de sodio y el contenido de hierro se reduce mejorando la calidad de la filtración.

Conclusiones del capítulo

1. En las investigaciones analizadas en su mayoría solo se tienen en cuenta los minerales lateríticos.
2. En los trabajos estudiados sobre el carbonato básico de níquel se identifica la gran solubilidad del mismo en soluciones amoniacaes.

CAPÍTULO 2. MATERIALES Y METODOS

Durante el desarrollo del trabajo se utilizan varios equipos y métodos analíticos que permiten llegar a la variante más factible, para a través del empleo de la lixiviación lograr la disolución del níquel contenido en las arenillas y reincorporarlo al proceso productivo sin afectar la calidad del producto final. Además se investiga las características de las incrustaciones de carbonato de níquel y del licor de los precondensadores.

2.1. Características de las incrustaciones de carbonato de níquel.

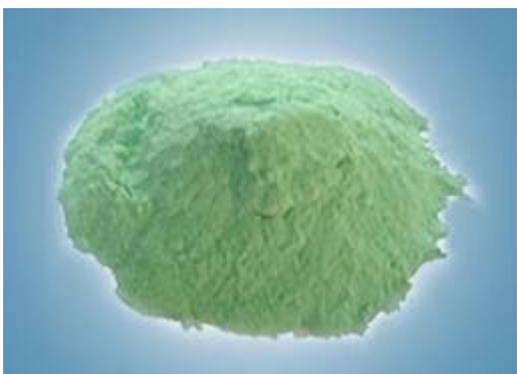


Figura. 2.1. Materia prima empleada en la investigación. (Carbonato de níquel)

El carbonato de níquel, NiCO_3 , es un sólido cristalino verde, higroscópico, se descompone a bajas temperaturas, con un peso volumétrico de $1,24 \text{ t/m}^3$.

Su composición química es la siguiente. Traba & Nissan. (2011)

- Contenido de Níquel: 49–51 %
- Contenido de Hierro: 0,8–1,6 %
- Contenido de Cobalto: 0,7–1.0 %
- Contenido de Humedad: 44,5-45.,6 %
- Contenido de Magnesio: 0,25-1,0 %
- Contenido de Azufre: 1,8-3,2 %.

2.1.1. Características del licor de los precondensadores.

Se toma el licor de los precondensares ya que el mismo cumple con las exigencias técnicas para la realización del proceso, o sea para la disolución de las

incrustaciones de carbonato de níquel. Se tiene como ventaja que es el más cercano a la instalación. El mismo cuenta con las siguientes características.

- Concentración de amoníaco: 160–200 g/L.
- Temperatura: 80 °C

2.2. Métodos analíticos utilizados.

El empleo de los métodos de investigación resultan de gran importancia a la hora de obtener un resultado científico, a continuación se muestran los métodos analíticos que se utilizaron en la presente investigación.

Análisis de amoníaco: Basado en método volumétrico por valoración directa con ácido clorhídrico. Consiste en la determinación del amoníaco en los licores.

La porción de ensayo se toma directamente de la muestra del laboratorio, la misma debe encontrarse a temperatura ambiente, el método establece el análisis químico de los licores amoniacaes. La muestra se pipetea y se transfiere a un Erlenmeyer que contiene agua con indicador metil naranja y se valora con una solución de ácido clorhídrico de concentración conocida.

El contenido de amoníaco expresado en g/L se calcula mediante la siguiente formula.

$$NH_3 = \frac{V \cdot N \cdot 0,017 \cdot 1000}{V_1}; \text{ g/L} \quad (2.1)$$

donde:

V: ácido clorhídrico consumidos en la valoración; mL

N: normalidad del ácido clorhídrico.

0,017: miliequivalente del amoníaco.

V1: volumen de la muestra expresada; mL

Determinación de Níquel. Método gravimétrico, se emplea para determinar la concentración de níquel en muestras de pulpa, con alto contenido del elemento.

La porción de ensayo se disuelve en una mezcla de ácido clorhídrico, nítrico y perclórico. Las sales resultantes son removidas por adición de solución de ácido clorhídrico (1:1). Se toma la porción de ensayo, se adiciona ácido cítrico o ácido

tartárico para eliminar la interferencia de hierro, aluminio y otros metales, luego se alcaliniza ligeramente y se precipita el níquel con Dimetilglioxima de sodio.

Reactivos empleados:

- Solución de Dimetilglioxima de sodio al 1,45 %, en medio básico (NaOH).
- Hidróxido de amonio ($\rho = 0,90 \text{ g/cm}^3$) al 28 %.
- Solución de ácido tartárico al 25 %.
- Piro sulfato de potasio.

Equipos y utensilios.

- Cristalería Ordinaria de Laboratorio.
- Bomba para la filtración al vacío.
- Crisoles de cristal de fondo fritado con porosidad media No. 3
- Pipeta de 50 mL de capacidad.
- Frasco Volumétrico de 500 mL de capacidad.

Procedimientos:

Se toma una porción alícuota de 50 mL en un vaso de precipitado con capacidad para 400 mL, luego se aumenta el volumen con agua destilada hasta 150 mL y se añaden 25 mL de la solución de ácido cítrico o ácido tartárico. Finalmente se agrega hidróxido de amonio hasta obtener $\text{pH}=7$.

Se calienta solución aproximadamente a $700 \text{ }^\circ\text{C}$, se alimenta con agitación moderada 25 mL de la solución de dimetilglioxima y se cubra el vaso de precipitado con un vidrio reloj y se deja el precipitado en reposo durante un tiempo de una hora.

Después se filtra mediante una bomba de vacío la solución que contiene el precipitado, a través de un crisol de vidrio, previamente secado y tarado. Se lava el precipitado varias veces con agua caliente neutra.

Finalmente se coloca en una estufa a temperatura de $105 \text{ }^\circ\text{C}$ durante una hora y se enfría en una desecadora y se pesa. La expresión matemática que se emplea para su determinación es la siguiente:

$$Ni = (m_1 - m_2) \cdot 20,32); \% \quad (2.2)$$

donde:

m: masa de la porción de ensayo en la porción alícuota; g

m₁: masa del crisol más el precipitado; g

m₂: masa del crisol; g

20,32: factor gravimétrico; %

Por este método se determinan además el cobalto e hierro.

Determinación de Níquel. Método espectrofotométrico por Adsorción Atómica.

La medición espectrofotométrica del níquel se realiza a una longitud de onda de 232,0 nm. La concentración del mismo se determina midiendo la absorción del espectro emitido por la lámpara de cátodo hueco, después que la radiación característica ha pasado a través de una población de átomos libres, los cuales han sido llevados a su estado fundamental por una fuente de energía como es la llama.

La muestra de ensayo es tratada con mezcla de ácidos (HCl + HNO₃), luego de reducir el volumen se transfiere cuantitativamente a un matraz aforado de 250 mL, se enrasa y se homogeniza, filtre. La determinación de níquel y cobalto se realiza directamente de la muestra filtrada.

Reactivos empleados.

Mezcla de ácidos (HCl + HNO₃)

Equipos y utensilios.

- Espectrofotómetro de absorción Atómica.
- Lámpara de cátodo hueco de níquel y cobalto.
- Quemador de aire-acetileno, con una ranura de 10 cm. de largo.

Preparación de la muestra.

La muestra de ensayo debe pulverizarse hasta una granulometría no mayor de 0,074 mm, secándose por un período no menor de dos horas a una temperatura de 107 ± 3 °C.

Procedimiento.

- Pesar $0,5000\text{g} \pm 2 \times 10^{-4}$ de la muestra.
- Transferir cuantitativamente a un vaso de precipitado de 250 ml de capacidad.
- Añadir 30 ml de mezcla de ácidos (HCl + HNO₃).
- Disolver en la plancha hasta que quede en el vaso de precipitado un volumen de ± 5 ml de solución.
- Enfriar y transferir cuantitativamente a un frasco volumétrico de 250 mL, lave bien el vaso de precipitado, enrasar con agua destilada y homogeneizar.
- Filtrar con papel cualitativo.

Nota: La determinación de níquel y cobalto se realiza directamente de la muestra filtrada.

Se toma las alícuotas y se realiza los análisis guiándose por la siguiente tabla.

Tabla 2.1. Determinación de las alícuotas

<u>Elementos</u>	<u>Alícuotas</u>
Níquel	0,5/250 mL
Cobalto	0,5/250 mL

Donde es de suma importancia cumplir con los parámetros de las alícuotas para no introducir errores en la determinación de los resultados.

Medición espectrofotométrica por Absorción Atómica.

La Espectrofotométrica por Absorción Atómica se emplea para determinar el níquel y cobalto, las condiciones instrumentales se muestran en la siguiente tabla.

Tabla 2.2. Condiciones instrumentales de los patrones

Elementos	STD1(mg/L)	STD2(mg/L)	STD3(mg/L)	STD4(mg/L)	STD5(mg/L)
Ni	3,00	6,00	9,00	12,00	15,00
Co	3,00	6,00	9,00	12,00	15,00

Tabla 2.3. Condiciones instrumentales del equipo.

Equipo	Elementos	
Espectrofotómetro	Ni	Co
Longitud de onda (nm)	232,0	240,7
Corriente de lámpara (MA)	10	10
Altura del quemador (mm)	8	7
Flujo de aire (mL/min.)	5000 (35)	5000 (35)
Flujo de acetileno (mL/min.)	1300 (22)	1200 (21)
Paso de banda (nm)	0.2	0.2
Nebulizador de impacto	Si	Si
Computadora		
Tiempo de integración (s.)	2	2
Número de lectura	3	3
Expansión de escala	No	No
Valor del último Standard (mg)	15.00	15.00
Número de Standard	5	5

La expresión matemática que se emplea para su determinación es la siguiente:

$$\% Ni = mg / L \cdot 0,1; \% \quad (2.3)$$

mg/L= Lectura del instrumento

0,1= Factor de cálculo

$$\frac{0,5}{250} = \frac{250}{0,5 \cdot 10^4} = 0,05 \dots \text{ Factor de dilución} \quad (2.4)$$

Factor de cálculo x ppm de la última Standard.

$$0.05 \times 15,00 = 0,750; \% \quad (2.5)$$

Cobalto

$$\% \text{ Co} = \text{mg/L} \times 0,05; \% \quad (2.6)$$

mg/L = Lectura del instrumento

0,05 = Factor de cálculo

$$\frac{0,5}{250} = \frac{250}{0,5 \cdot 10^4} = \frac{25}{500} = 0,05 \quad \text{Factor de dilución} \quad (2.7)$$

Factor de cálculo x ppm de la última Standard

$$0,05 \times 15,00 = 0,750 \text{ -----} \rightarrow \text{factor para el equipo en \%}. \quad (2.8)$$

Determinación de níquel por método complejométrico con la sal disódica EDTA.

Este método ha sido elaborado para el análisis de control de licores amoniacales cuyo contenido de níquel varía entre 6,0 g/L y 12,3 g/L.

Fundamento del método:

En medio fuertemente alcalino el níquel y el cobalto son valorados cuantitativamente con solución de sal disódica del EDTA, empleando murexide como indicador.

Reactivos.

- Amoníaco
- Indicador murexide
- Versenato de sodio 0,0425 N

Procedimiento.

- Tomar con pipeta 5 mL de la muestra y transferirla a un erlenmeyer de 500mL.
- Añadir 20 mL de amoníaco. Aumente el volumen hasta unos 200 mL con agua destilada.
- Añadir $\pm 0.1\text{g}$ de indicador.
- Valorar con solución disódica del EDTA (0.0425 N) hasta viraje del indicador a violeta.

Nota: El amoníaco forma el medio alcalino, el agua ayuda a la visión en la valoración, el indicador murexide indica la zona de viraje. Se trabaja en medio alcalino ya que en este medio el níquel es valorado cuantitativamente.

Determinación gravimétrica de óxido de silicio en muestras sólida.

La muestra se descompone y deshidrata con ácido clorhídrico y el óxido de silicio se determina gravimétricamente por diferencia de pesada, luego de volatizarlo como tetrafluoruro de silicio.

Reactivos utilizados.

- Ácido clorhídrico (1:1)
- Ácido sulfúrico (1+1)
- Ácido fluorhídrico (d =1,15)
- Mezcla de ácidos (HCl + HNO₃)

Equipos y utensilios

- Balanza analítica capaz de determinar masas con una aproximación de 0,0002g.
- Crisoles de platino.

Procedimiento

Pesar 1 gramo de la muestra

Transferir a un beaker de 400 mL.

Añadir 40 mL de HCl (1:1), evaporar hasta sequedad. Mantener por espacio de 1 hora a la orilla de la plancha.

Disolver con 15 mL de mezcla de ácido.

Filtrar en volumétrico de 250 mL con papel poco poroso.

Lavar una vez con HCl 1:1 y seguir lavando con agua destilada varias veces hasta eliminar todo el ácido, probar con papel pH neutro.

Pasarle al vidrio reloj $\frac{1}{4}$ de papel de filtro y echarlo dentro del beaker, pasarle el policia, echar ese papel dentro del embudo.

Llevar todo el papel a un crisol de platino, incinerar en una mufla por espacio de tiempo de 1 h.

Enfriar en desecadora y pesar.

Volatilizar añadiendo unas gotas de agua destilada, 4 ó 5 gotas de H₂ SO₄ 1:1 y 10 mL de ácido fluorhídrico, llevar a la plancha hasta eliminar los vapores.

Llevar a la mufla por espacio de 15 minutos.

Enfriar en desecadora y pesar.

Método de cálculo.

El contenido de sílice expresado como por ciento se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$\% SiO_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100; \% \quad (2.9)$$

donde:

m_1 ----- peso del crisol de platino después de la primera calcinación.

m_2 ----- peso del crisol de platino después de la segunda calcinación.

m ----- peso de la muestra total.

Determinación de sólido en suspensión o residuo no filtrante en licor producto.

Método gravimétrico.

El método se establece para determinar la concentración de los sólidos en suspensión presentes en el licor producto, conocida también como residuo no filtrable.

Fundamento del método.

La materia suspendida se determina por filtración a través de una capa de asbesto en un crisol gooch.

Este método puede utilizarse para concentraciones de sólidos en suspensión que de lugar como mínimo a un depósito de 2,5 mg en el filtro, cuando se filtra un volumen adecuado de muestra.

Aparatos y utensilios.

- Crisol Gooch de 25 mL preparado según el procedimiento habitual o crisoles de cristal de fondo fritado con porosidad media No.3

Aparato de succión.

Reactivos.

Solución de asbesto: Coloque 2,5 g de asbesto libre de ácido, finamente dividido en un matraz aforado de 1 litro, añada 900 ML de agua bidestilada y agite bien.

Procedimiento.

Preparación del filtro.

Conecte el crisol gooch con un kitasato a una trampa de vacío con 25 mL de la solución de asbesto o más, suficiente para recubrir bien el fondo, (esto se hace con el vacío aplicado).

Con el vacío puesto todavía añada agua bidestilada hasta que no pasen fibras de asbesto a través del filtro.

Seque en estufa a 105⁰ C hasta peso constante, colocar en desecadora. Pese cuidadosamente.

Se puede dejar toda la noche en la estufa a 105⁰ C para evitar la necesidad de comprobar el peso constante.

Determinación.

Conecte de nuevo el crisol gooch (o crisol de vidrio) con kitasato al vacío.

Mezcle bien la muestra hasta lograr su homogenización. Mida 100 ml (si la materia en suspensión es poca use una muestra mayor) utilizando una probeta.

Con el vacío puesto filtre la porción de muestra a través del gooch y lave la probeta con varias porciones de agua bidestilada hasta estar seguro de que toda la materia en suspensión sea transferida al crisol. Coloque el crisol en estufa a 105⁰ C hasta peso constante.

EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Método para los cálculos.

El contenido en sólido en suspensión o residuo no filtrable se calcula según la siguiente expresión:

Sólido en suspensión,

$$S = \frac{(P_1 - P_0) \cdot 10^6}{V}; \text{ ppm} \quad (2.10)$$

donde:

P_1 ----- peso del crisol después del filtrado y secado; g

P_0 ----- peso crisol antes del filtrado; g

V ----- volumen de muestra filtrada; mL.

2.3. Instalación utilizada para el procesamiento de las arenillas

La instalación que se emplea para el procesamiento de las arenillas se muestra en la figura 2.1. La misma cuenta con un sedimentador de 15 m³ de capacidad para realizar el proceso de lixiviación, un agitador con un motor de 22 kW y 1800 rpm que se encarga de realizar la agitación, un pequeño elevador de cangilones de 5 m de altura para suministrar las arenillas al sedimentador, con capacidad para transportar 7 m³/h; además de un sistema de bombeo para trasladar el licor enriquecido en níquel hacia el tanque de licor producto de la planta de recuperación de amoníaco. La pulpa con alto contenido de hierro que queda en el fondo del sedimentador es descargado en el turbo mixer 101-A de la planta de lixiviación.

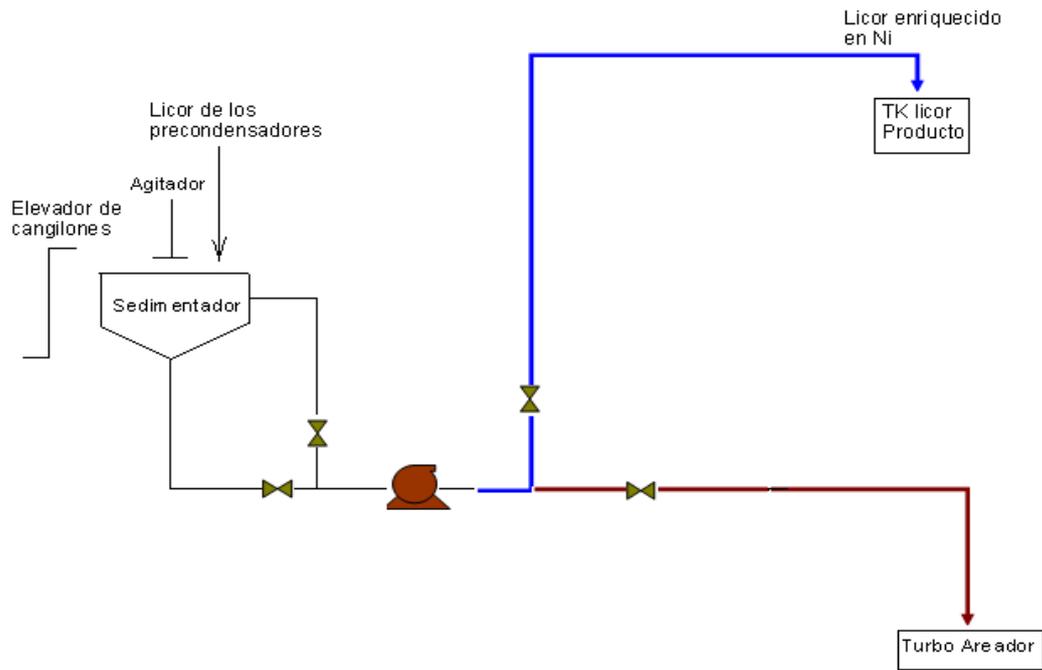


Figura 2.1. Instalación empleada para la lixiviación de las arenillas

2.3.1. Proceso de operación de la instalación

Con el tanque totalmente limpio y vacío, se procede a alimentar 12 m³ de licor proveniente del colector de los precondensadores de los alambiques de licor. Con estas condiciones se arranca el agitador y posteriormente el elevador y se comienza la alimentación de las arenillas hasta completar no más de 5600 kg en base húmeda, posteriormente se para el elevador y se tapa el tanque siempre manteniendo la agitación, posteriormente se para el agitador y se deja en reposo por un tiempo de 8 horas para lograr la sedimentación y la clarificación del licor.

Transcurrido este tiempo se abre la válvula de descarga superior y se arranca la bomba para hacer llegar el licor enriquecido de níquel hasta el tanque de licor producto que se encuentra en operación en la planta de recuperación de amoníaco, el tanque está provisto de un toma muestra que permite realizar los análisis pertinente al licor, el cual alcanzará una concentración entre 40-90 g/L de níquel, siempre dependiendo de la cantidad de arenillas que se alimente. Después de culminada la operación se cierra la válvula de salida superior y se abre la inferior para con la utilización de la misma bomba enviar lo que queda en el fondo del tanque que representa una pulpa con alto contenido de hierro cuyo valor alcanza hasta un 14% hacia la planta de lixiviación específicamente para el turbo mixer 101-A donde están creadas las condiciones para este fin.

Luego de esta operación la instalación se encuentra en condiciones para repetir nuevamente el ciclo.

2.3.2. Características de los equipos utilizados en la instalación.

Las características de los equipos empleados en la instalación para la lixiviación del carbonato de níquel son las siguientes:

- Volumen total del sedimentador: 15 m³.
- Potencia motor: 22 kW
- Velocidad de rotación del agitador: 80 rpm.

Elevador de cangilones

- Número de cubos: 19
- Capacidad: 7,0 m³/h

- Potencia motor: 2,2 kW

Sistema de bombeo.

- Capacidad: 150 m³/h
- Potencia motor: 22 kW

Conclusiones del capítulo

1. Los métodos analíticos utilizados fueron aplicados a los resultados obtenidos en el proceso.
2. Se caracteriza la instalación para la realización de las corridas a escala industrial.

CAPÍTULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Teóricamente es conocida la gran solubilidad del carbonato de níquel en soluciones amoniacales y que varía en dependencia de la concentración de amoníaco. Este fue el punto de partida y desde ahí buscar en la planta de recuperación de amoníaco un fluido que reuniera las mejores características para lograr la disolución del carbonato de níquel (arenilla), almacenado en la parte baja de las torres de destilación de licor y en el patio de carbonato.

3.1. Características químicas de la materia prima

Las características de las incrustaciones de carbonato de níquel se analizaron a través de diversos métodos analíticos, las mismas se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 3.1. Composición química de las incrustaciones de carbonato de níquel

Elementos	Ni	Fe	Co
Contenido, %	45	1,0	0,7

Donde se obtiene un alto valor del contenido de níquel, no siendo de esta manera para el hierro y cobalto.

Se determina además la humedad de las incrustaciones de carbonato de níquel con un valor de 45 %.

Las características del licor de la salida de los precondensadores de los alambiques de licor es la siguiente:

Concentración de amoníaco: 180 g/L.

Temperatura del licor: 80 °C.

3.2. Resultados experimental con cuatro muestras de arenillas.

Corrida experimental a escala del laboratorio.

Para poder realizar una descripción inicial del proceso fue necesario llevar a cabo una serie de experimentos y análisis con el objetivo de determinar los parámetros fundamentales. En la tabla 3.2 se muestra los datos y los análisis realizados con cuatro muestras de arenilla tomada en la parte inferior de los alambiques de licor y disueltas en diferentes cantidades de licor.

Transcurrido 5 minutos se toma una muestra de cada una de ellas y después de las 3 horas se toma otra. Visualmente se podía apreciar una disolución total a las 3 horas de trabajo, quedando en el fondo en forma de precipitado un sólido de color marrón que forma parte del hierro que se disuelve y luego precipita.

Tabla 3.2. Resultados de la corrida experimental para evaluar el comportamiento del níquel.

Muestras	Masa (g)	Humedad (%)	Ni (%)	Ni Sólido (g)	V (mL)	L/S	NH ₃ (g/L)	T (°C)	Ni Sol (g/L) 5 min	Ni Sol (g) 5 min	Disol. %	Ni Sol (g/L) 3 h	Ni Sol (g) 3 h	Disol. %
M1	100	40,2	49,0	29,3	320	1/5,4	130	45	40,9	13,1	47,4	75,8	24,3	82,9
M2	100	40,2	49,0	29,3	460	1/7,7	170	79	34,3	15,8	53,9	61,0	28,1	92,9
M3	100	40,2	49,0	29,3	500	1/8,4	180	80	34,0	17,0	58,0	55,6	27,8	94,9
M4	100	40,2	49,0	29,3	600	1/10	190	80	32,3	19,4	66,2	46,7	28,0	95,6

Como se puede apreciar en la tabla 3.2 en la corrida experimental se analizaron cuatro muestras, la M1 se prepara con licor fresco y menor concentración de amoníaco con respecto a las tres restantes muestras, donde se utiliza licor de los precondensadores con una mayor concentración de amoníaco y mayor volumen, buscando una mayor relación líquido-sólido.

Cada una de las muestras contiene 29,3 g de níquel y se disolvieron en 5 min entre el 47,4 y el 66,2 %, es decir a mayor relación líquido-sólido mayor disolución. La temperatura tiene una influencia positiva ya que al incrementarse la misma se favorece la disolución corroborando los resultados anteriores. Al transcurrir tres horas se alcanzan valores de disolución entre 82,9 y 95,6 % en las muestras analizadas.

En el gráfico 3.1 se representa el comportamiento del porcentaje de disolución del carbonato de níquel con relación a la concentración de amoníaco a los cinco minutos después de haber comenzado las pruebas a escala del laboratorio.

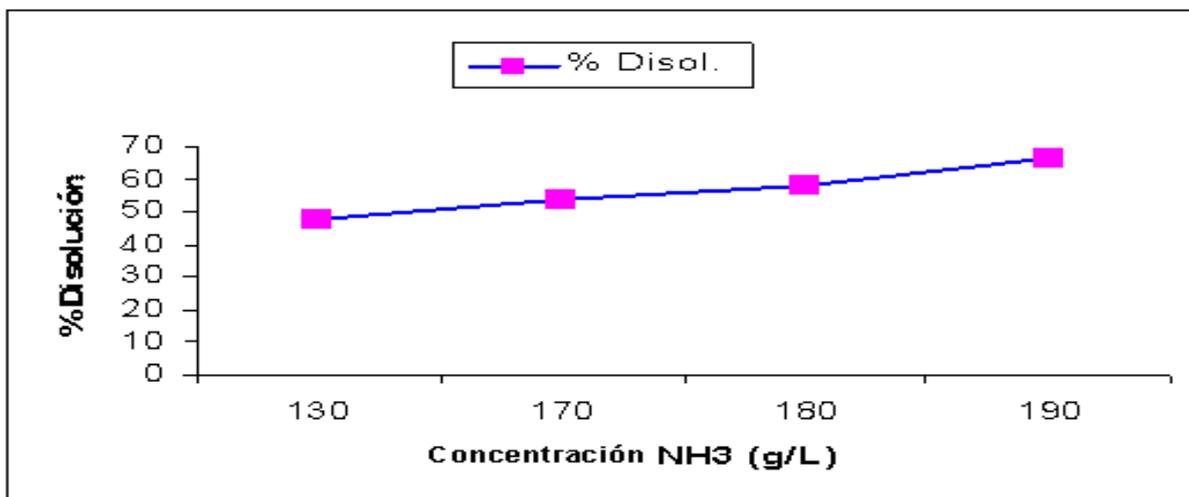


Figura 3.1. Comportamiento del porcentaje de disolución con relación a la concentración de amoníaco a los 5 minutos.

La figura muestra la corrida experimental a los cinco minutos del comienzo de las pruebas de laboratorio, arrojando como resultado un aumento del porcentaje de disolución a medida que aumenta la concentración de amoníaco, para una concentración de 130 g/L existe una disolución de 47,4 % y al aumentar la concentración a 190 g/L se alcanza valores de 66,2 %.

En la figura 3.2 se representa el comportamiento del porcentaje de disolución con relación a la concentración de amoníaco a la tres hora de operación.

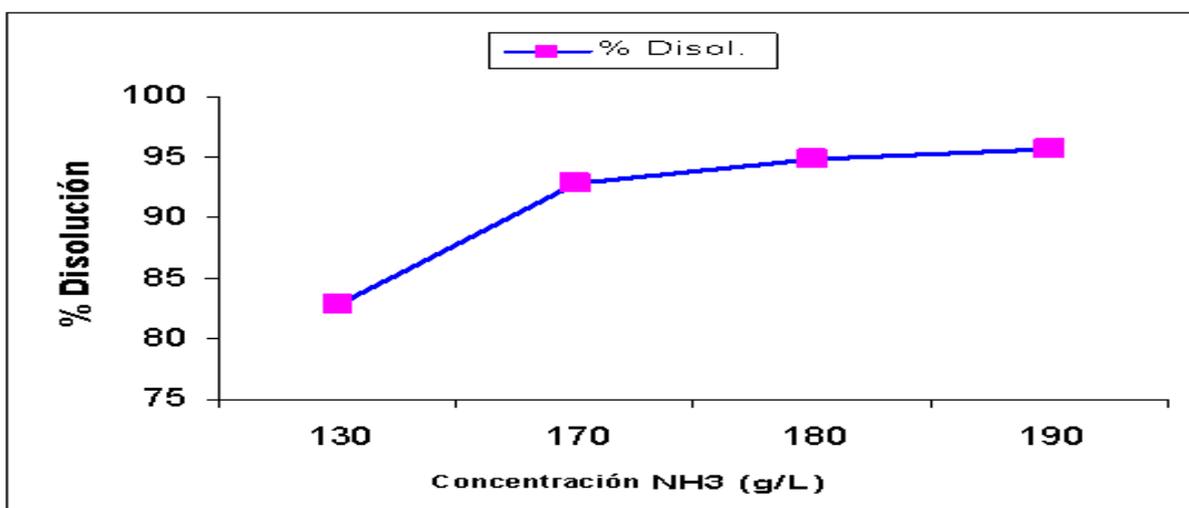


Figura 3.2. Comportamiento del porcentaje de disolución con relación a la concentración de amoníaco a las 3 horas.

En la figura se muestran los resultados experimentales a las tres horas de operación, arrojando como resultado un aumento del porcentaje de disolución a medida que aumenta la concentración de amoníaco, para una concentración de 130 g/L existe una disolución de 82,9 % y al aumentar la concentración a 190 g/L se alcanza valores de 95,6 %.

Tabla 3.2. Resultados analíticos del licor enriquecido de níquel después de efectuar la lixiviación en la primera decena de operación.

Muestras	Concentración de Níquel, (g/L)	Sólido en suspensión; (ppm)	Densidad, g/cm ³	Concentración de Hierro; (ppm)	Concentración de amoníaco; (g/L)
M-1	50	80	1050	40	130
M-2	50	80	1100	40	140
M-3	50	80	1130	45	130
M-4	70	80	1050	50	140
M-5	60	80	1050	40	140
M-6	70	40	1100	40	130
M-7	80	40	1100	50	130
M-8	80	80	1050	40	130
M-9	90	80	1100	40	140
M-10	80	80	1130	40	140

La siguiente tabla recoge los resultados obtenidos a escala industrial de la primera decena de operación estable de la instalación diseñada para reincorporar al proceso productivo el licor enriquecido de níquel hacia los tanques de licor producto de la planta de recuperación de amoníaco.

Los resultados están en el rango siguiente.

Licor enriquecido de Níquel a los Tanques de licor producto.

- Contenido Níquel: 50–90 g/L
- Sólidos en Suspensión: 40- 80 ppm.
- Densidad:1050-1130 g/L
- Contenido de Hierro: 40-50 ppm.
- Contenido de Amoníaco: 130-140 g/L.

Tabla 3.3. Resultados analíticos de las pulpas con alto contenido de hierro después de efectuar la lixiviación en la primera decena de operación.

Muestras	Concentración de Hierro; (%)	Concentración de Silicio; (%)	Concentración de Níquel; (%)	Concentración de Magnesio; (%)
M-1	6,0	2,1	2,6	12,5
M-2	9,2	2,6	2,6	12,4
M-3	8,3	2,3	2,6	12,4
M-4	12,0	2,4	2,5	12,4
M-5	8,5	2,2	2,7	12,4
M-6	9,8	2,1	2,4	12,4
M-7	10,5	2,3	2,8	12,5
M-8	11,9	2,2	2,6	12,3
M-9	10,4	2,3	2,6	12,3
M-10	8,8	2,3	2,6	12,3

La tabla muestra los resultados obtenidos a escala industrial en la primera decena de operación de la instalación diseñada después de efectuada la lixiviación para reincorporar al proceso la pulpa obtenía con alto contenido de hierro.

Los rangos de los resultados obtenidos se muestran a continuación:

Pulpa a trasladar hacia la planta de lixiviación.

- Fe en sólido ----- 6,0-12 %
- Si en sólido ----- 2,1-2,4 %
- Ni en sólido ----- 2,4-2,8 %
- Mg en sólido ----- 12,3–12,5 %

3.3. Corridas a escala industrial en los tres meses de experimentación

En el anexo 1 aparecen reflejados los principales resultados obtenidos durante los tres primeros meses de operación.

La figura muestra el comportamiento de la concentración y cantidad de níquel recuperado en el primer mes de operación.

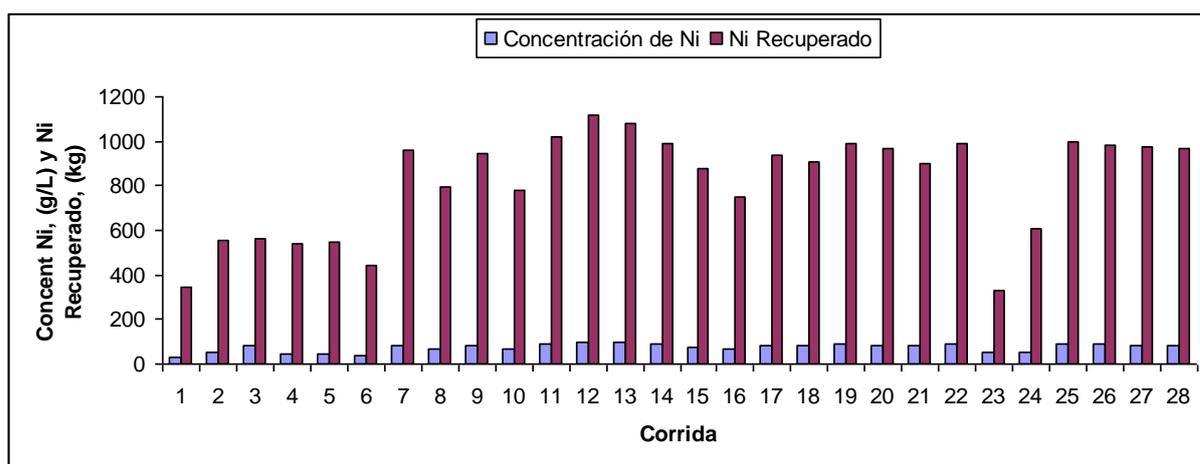


Figura 3.3. Comportamiento de la concentración de níquel y cantidad de níquel recuperado en el primer mes de operación.

En la figura se muestran los resultados obtenidos a escala industrial en el primer mes de operación de la instalación, mostrando una proporcionalidad entre la concentración de níquel y la cantidad recuperada, en la primera decena se obtienen resultados relativamente bajos de recuperación de níquel, excepto el día 10 donde se alcanza el valor de 959,36 kg. Para la segunda decena se alcanzan los mejores resultados con valores entre 753,54 y 1119,26 kg respectivamente. Para la tercera decena se observan valores estables entre 903,23 y 996,33 kg; exceptuando los días 26 y 27. En cuanto a la concentración de níquel en la

primera decena de trabajo se encuentra bastante baja con valores entre 26,37 y 49,10, exceptuando los días 6 y 10 donde se alcanzan resultados de 85,50 y 84,60 g/L. Para la segunda decena de trabajo se obtienen los mejores resultados con valores entre 68,63 y 98,70 g/L. Para la tercera decena los resultados oscilaron entre 50,00 y 87,86 g/L.

La figura 3.4 muestra el comportamiento de la concentración de níquel y la cantidad de níquel que se recupera en el segundo mes de operación.

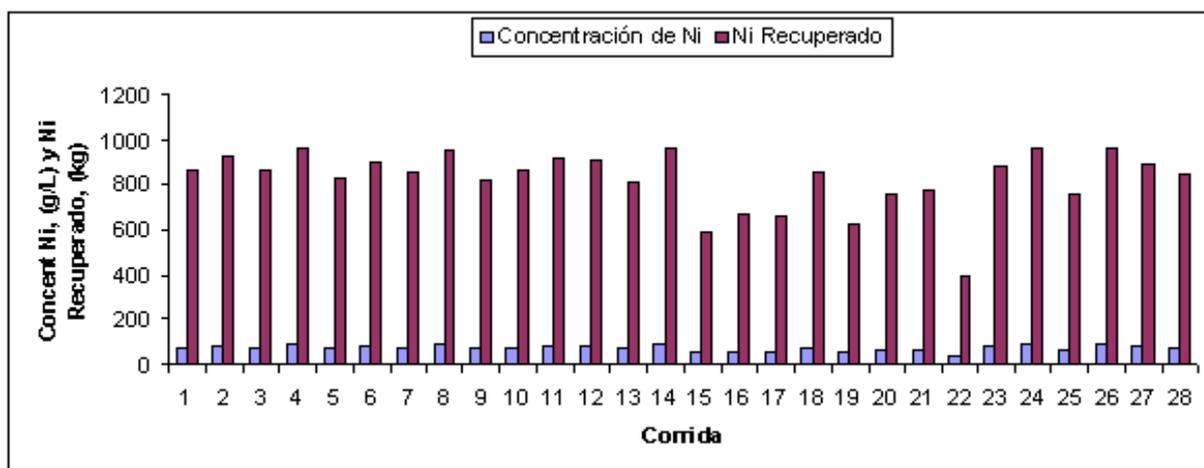


Figura 3.4. Comportamiento de la concentración de níquel y cantidad de níquel recuperado en el segundo mes de operación.

En la siguiente figura se pueden observar los resultados obtenidos a escala industrial en el segundo mes de puesta en marcha de la instalación, observándose en la primera decena la mejor estabilidad en el proceso lográndose valores de níquel recuperado entre 828,30 y 968,00 kg. Para la segunda decena la cantidad de níquel que se recuperan se encuentran entre 590,15 y 959,75 kg y para la tercera decena aunque la productividad fue buena, hay que señalar que el día 22 se obtuvo la menor cantidad de recuperación de níquel.

En cuanto a la concentración de níquel en la primera decena se mantuvo bastante estables con valores entre 77,4 y 88 g/L; en la segunda decena una mayor variación en cuanto a la concentración oscilando entre 53,65 y 87,25 g/L y para la tercera la concentración del elemento no fue estable al igual que en la segunda con valores de 36,00 y 88,20 g/L respectivamente.

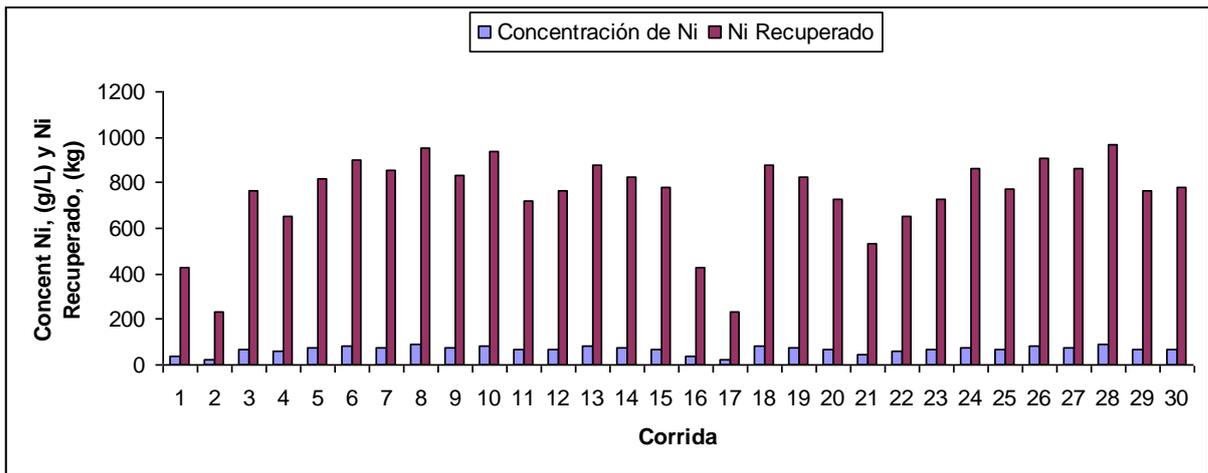


Figura 3.5. Comportamiento de la concentración de níquel y cantidad de níquel recuperado en el tercer mes de operación.

En la figura se muestran los resultados obtenidos a escala industrial en el tercer mes de operación de la instalación, como se puede apreciar no existe un comportamiento estable en ninguna de las tres decenas de trabajo en cuanto al níquel recuperado, para la primera decena se obtienen resultados que varían entre 235,40 y 937,20 kg, en la segunda decena el comportamiento de la recuperación de níquel oscilaron entre 235,40 y 881,10 kg y en la tercera decena se obtiene una recuperación de níquel de 960,45 kg el día 27. En cuanto a la concentración de níquel en la primera y tercera decena fueron bastante estables y para la segunda influyen negativamente los días 16 y 17 con bajos valores de 38,70 y 21,40 g/L respectivamente.

En la figura 3.6 se muestra la cantidad de níquel recuperado en los tres meses de operación de la planta.

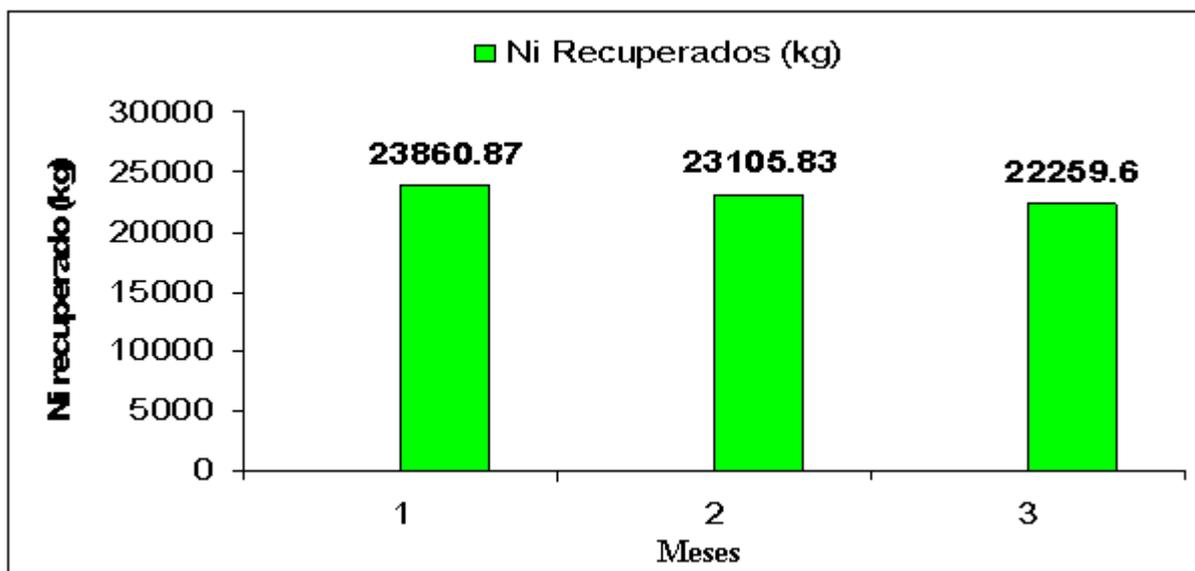


Figura 3.6. Comportamiento de la cantidad de níquel recuperado en los tres meses de operación.

La figura representa una buena estabilidad operativa de la instalación ya que los valores de níquel recuperado se mantienen por encima de 20 000 kg en los tres meses de prueba.

3.4. Resultado de la operación

Las pruebas a escala industrial de los tres meses de operación arrojaron los siguientes resultados.

Se alimentaron 246 510 kg de arenillas.

- Se obtienen 938,92 m³ de licor enriquecido, cuya concentración de níquel oscila entre 50 y 90 g/L.
- La pulpa obtenida durante la disolución tiene un contenido de hierro, cuyo valor oscila entre 6 y 12 %.
- Se logra reincorporar al proceso en los tres meses de prueba un total de **69,22 t** de níquel a los tanques de licor producto y a la planta de Lixiviación.

3.4.1. Comparación entre método anterior y nueva propuesta

El método anterior que se llevaba a cabo consistía en trasladar las arenillas que se encontraba debajo de las torres de destilación hacia el depósito de carbonato que se encontraba en el área de calcinación en camiones, luego se envasaba en

saco y se alimentaba dosificándolo directamente al horno de calcinación, esto provocaba serias afectaciones al producto final por las impurezas que poseen estas incrustaciones, alto contenido de hierro y de silicio entre otras.

El método actual consiste en el diseño de una instalación para lixiviar estas arenillas y reincorporarlas al proceso productivo sin introducir afectaciones al producto final a pesar de las impurezas de las arenillas.

3.5. Valoración económica

Con los resultados obtenidos a escala de laboratorio se logra diseñar una instalación que se puso en operación a escala industrial, obteniéndose resultados operativos que ayudaron con la situación financiera de la empresa ya que por el método anterior el producto final se afectaba y había que reprocesar lotes completos de níquel.

A continuación les brindamos los resultados económicos.

- La fabricación de la instalación representa un gasto de 3055,081 CUC.
- Por concepto de energía y combustible se ahorran 2797,75 CUC.
- Por concepto de utilización de la fuerza de trabajo y equipos se ahorran 387,35 CUP.
- Por concepto de disminución de un 0,5 % de los costos de la planta de recuperación de amoníaco se ahorran 66661,02CUC.

Se cuenta además con aval económico emitido por la Empresa René Ramos Latour.

3.6. Impacto ambiental

La planta de níquel “René Ramos Latour”, durante más de seis décadas de explotación ha ocasionado gran impacto sobre el medio ambiente. Desde su inicio ha sido un alto consumidor de energía y reactivos, los cuales durante el proceso generan gases y residuos sólidos que afectan directamente al hábitat.

A escala industrial se vierten al medio una gran cantidad de residuales sólidos, líquidos y gaseosos que afectan al medio ambiente y a la salud de las personas. El carbonato de níquel es un compuesto que reacciona suavemente en contacto con el aire. Clínicamente su toxicidad produce ataques de asma, bronquitis

crónica y salpullidos. Su inhalación puede causar cáncer pulmonar (Kazantzis 1975).

Tal compuesto aumentan cada día con el avance de la explotación de los yacimientos mineros. En la planta de Recuperación de Amoniaco anteriormente existía una gran acumulación de incrustaciones de carbonato de níquel en forma de arenillas, las que afeaban el entorno laboral y brindaba malas condiciones de trabajo a los obreros que ahí operaban.

Con la instalación propuesta se demuestra la posibilidad de proponer una vía eficaz y eficiente para el tratamiento de estas incrustaciones y la disminución de las mismas, se disminuye la contaminación ambiental, ya se cuenta con un sedimentador de forma cerrada, monitoreo constante en el elevador de cangilones ya que la materia prima que se derrama se vuelve a reincorporar al mismo, el sistema de bombeo y las líneas de alimentación se encuentran en buen estado técnico, sin salideros.

Culminada la operación se para la planta y se deja en reposo por un tiempo de 8 horas y de esta forma no se vierte al medio contaminación alguna.

Conclusiones del capítulo:

- Se pudo comprobar experimentalmente la solubilidad del carbonato de níquel en una solución amoniacal y se favorece con el incremento de la concentración de amoníaco y la temperatura.
- Se determina experimentalmente la relación líquido-sólido más factible para garantizar una disolución total (1/10 g/L), así como un tiempo de agitación de 3 horas.

CONCLUSIONES

Se determina la recuperación del níquel contenido en el licor mediante la lixiviación de las incrustaciones de carbonato de níquel arrojando los siguientes valores:

- Mes 1: 23 860,87 kg;
- Mes 2: 23 105,83 kg;
- Mes 3: 22 259,60 kg.

La composición química de las incrustaciones de carbonato de níquel son las siguientes: Ni. 45 %; Fe. 1,0 %; Co. 0,7 %.

- Las características del licor de la salida de los precondensadores de los alambiques de licor es la siguiente:
- Concentración de amoniaco: 180 g/L.
- Temperatura del licor: 80 °C.

El porcentaje de disolución total de las incrustaciones de carbonato de níquel son:

- 82,9; 92,9; 94,9 y 95,6 %.

RECOMENDACIONES

- Aplicar la investigación en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara por contar con la misma tecnología.

BIBLIOGRAFÍA

1. ARIZA, S.; SALAZAR, Y.; CAPOTE, N. & BREFFE, J. (2004): Lixiviación química de colas producto del proceso carbonato amoniacal con ácidos orgánicos. Revista Tecnología Química 24(3): 24-36.
2. BOSECKET, S.(1988): Investigación la lixiviación de diferentes yacimientos
3. BROWN, G. G. (1980): Operaciones básicas de la ingeniería química. Traducción al español. 629 p.
4. BRUGUERAS N. (2005): Evaluación del proceso de recuperación del cobalto mediante la lixiviación con ácidos orgánicos de las menas lateríticas fuera de balance. Tesis en opción al grado científico de Doctor en Ciencias Técnicas. Moa, ISMM.
5. DEL TORO, A. (2003): Consideraciones sobre la posible recuperación del cobalto contenido en las colas de la tecnología carbonato amoniacal. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. 56 p.
6. DI YORIO C “et al”. (1999): [Lixiviación dinámica de Ni y Co a presión atmosférica de laterita utilizando ácido sulfúrico y cítrico con posterior precipitación selectiva.](http://www.cdc.fonacit.gob.ve/cgiwin/be_alex.exe?Palabra=N%CDQUEL&No_mbrebd=fonacit) <http://www.cdc.fonacit.gob.ve/cgiwin/be_alex.exe?Palabra=N%CDQUEL&No_mbrebd=fonacit> [consulta: 04 febrero 2009].
7. DOBROJOTOV. (1986): Como extraer mas cobalto sin afectar níquel en la lixiviación carbonato amoniacal de menas lateríticas reducidas en Medio ácido.
8. GARBEY A. (2005): Lixiviación orgánica de las colas de la Empresa Ernesto Che Guevara para la recuperación de cobalto (2da parte). Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico. 70 p.

9. GARCÍA, E. (2011): Extracción de cobalto por lixiviación ácida de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal. Tesis de Maestría. Instituto Superior Minero Metalúrgico. 72 p.
10. HATCH "et al". (1983). Acid *leaching* of nickel from serpentinitic laterite ores. United States Patent. 4,410, 498.
11. HERNÁNDEZ, C. M. (2011): Recuperación de Níquel, Cobalto y Hierro a partir del residuo sólido de la empresa "Ernesto Che Guevara. Tesis de Maestría. Instituto Superior Minero Metalúrgico. 65 p.
12. HERNANDEZ, G. (1984): Identificación de los niveles de disolución del carbonato básico de níquel con alto contenido de níquel.
13. JANSZ, J. J. C. (1984): Hydrometallurgy. Vol. 12, pp. 225-243. Miller P.C and Errington, M.T.
14. JONES D. (2000): Procedimiento para la extracción de valores de níquel/cobalto a partir de mena o concentrado, que comprende someter la mena a oxidación a presión, someter el licor obtenido a un tratamiento de precipitación y someter el precipitado a una etapa de lixiviación.
15. JORGE, R. (2012): Tesis sobre Influencia de las características del carbonato de níquel de la empresa René Ramos Latour sobre la resistencia y humedad del filtrado.
16. MATEO, T. (1982): Solubilidad del carbonato básico de níquel en licor producto y licor fresco en medio ácido con sulfato de hierro a temperatura de 90 °C por espacio de una hora.
17. OLAYA, A. (1999): Avances en el Sistema de Lixiviación de Oro con Tiocianato.
18. PALACIOS A. (2001): Recuperación de cobalto por medio de la lixiviación ácida de los escombros lateríticos. Tesis en opción al grado de Doctor en Ciencias Técnicas. Moa. ISMM.
19. PAVLOV, K. F. (1981): Problemas y ejemplos para el curso de operaciones básicas y aparatos en tecnología química. Moscú, MIR. 340 p.

20. PELÁEZ, R. (2002): Influencia de la lixiviación con ácido orgánico para la extracción de cobalto.
21. RAMÍREZ Y. (2002). Recuperación de cobalto a partir de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal empleando mezclas de ácidos orgánicos oxálicos y tartáricos. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
22. RODRÍGUEZ, A & PELÁEZ, R. (2002): Influencia del porcentaje de sólido, concentración de ácido, el flujo de solución y la temperatura, sobre la recuperación de metales.
23. RODRIGUEZ, H. (1988): Identificación de las propiedades químicas del carbonato básico de níquel.
24. SOHN, H.Y., & WADSWOTH, M.E. (1986): Cinética de los Procesos de Tecnólogos de Procesos.
25. Manual de operaciones de la planta de Recuperación y Sínter de Nicaro: (2010)
26. TRABA, y & NISSAN, J. (2011): Manual de operaciones de la planta de recuperación y Sínter.
27. TRUJILLO, P. (1997): Identificación del carbonato básico de níquel producido en los alambiques de la planta de recuperación de amoníaco.
28. VELÁZQUEZ, A & SAMALA, G. (1986): Estudio sobre la lixiviación de las colas.
29. VELÁZQUEZ, L. (1962): Estudio sobre la lixiviación de las colas de Nicaro.

ANEXOS

ANEXO 1. Corridas llevadas a cabo en la instalación

Mes enero						
Corridas	Vol. Total	Vol. A TLP	Masa.	T.Agit.	Conc. (Ni)	Ni Recuperado en licor
	(m ³)	(m ³)	(kg)	(min)	(g/L)	(kg)
1	12,50	9,00	495	185	26,37	237,33
2	14,74	11,30	1170	180	44,45	502,29
3	10,00	6,60	1125	180	37,80	249,48
4	14,74	11,34	1125	180	30,70	348,14
5	14,74	11,34	1170	120	49,10	556,79
6	10,00	6,60	1170	180	85,50	564,30
7	14,74	11,34	1485	180	47,30	536,38
8	14,74	11,34	1485	150	48,40	548,86
9	14,74	11,34	1485	180	39,10	443,39
10	14,74	11,34	2250	180	84,60	959,36
11	14,74	11,34	3825	180	70,10	794,93
12	14,74	11,34	3825	180	83,60	948,02
13	14,74	11,34	2025	180	68,63	778,26
14	14,74	11,34	3600	180	90,10	1021,73
15	14,74	11,34	3600	180	98,70	1119,26
16	14,74	11,34	4500	180	95,40	1081,84
17	14,74	11,34	3600	180	87,34	990,44

18	14,74	11,34	2925	180	77,14	874,77
19	14,74	11,34	2250	180	66,45	753,54
20	14,74	11,34	3150	180	82,60	936,68
21	14,74	11,34	3150	180	80,00	907,20
22	14,74	11,34	3150	180	87,43	991,46
23	14,74	11,34	3150	180	85,28	967,08
24	14,74	11,34	2700	180	79,65	903,23
25	14,74	11,34	3150	180	87,50	992,25
26	10,00	6,60	2250	120	50,00	330,00
27	14,74	11,34	2700	120	53,80	610,09
28	14,74	11,34	3150	180	87,86	996,33
29	14,74	11,34	3150	180	86,59	981,93
30	14,74	11,34	3150	180	85,68	971,61
31	14,74	11,34	3150	180	85,00	963,90
Total		300.92	79110			23860.87

Mes febrero

Corridas	Vol. Total	Vol. A TLP	Masa.	T.Agit.	Conc. (Ni)	Ni Recuperado en licor
	(m ³)	(m ³)	(kg)	(h)	(g/L)	(kg)
1	12,00	11,00	2250	3	78,18	866,80
2	12,00	11,00	2250	3	84,60	930,60
3	12,00	11,00	2250	3	78,20	860,20
4	12,00	11,00	2250	3	88,00	968,00
5	12,00	11,00	2250	3	75,90	834,90
6	12,00	11,00	2250	3	81,60	897,60
7	12,00	11,00	2250	3	77,4	851,40
8	12,00	11,00	2250	3	86,70	953,70

9	12,00	11,00	2250	3	75,30	828,30
10	12,00	11,00	2250	3	78,60	864,60
11	12,00	11,00	2250	3	84,1	925,10
12	12,00	11,00	2250	3	82,70	909,70
13	12,00	11,00	2250	3	73,77	811,47
14	12,00	11,00	2250	3	87,25	959,75
15	12,00	11,00	2250	3	53,65	590,15
16	12,00	11,00	2250	3	60,56	666,16
17	12,00	11,00	2250	3	60,09	660,99
18	12,00	11,00	3150	3	77,43	851,73
19	12,00	11,00	3150	3	57,50	632,50
20	12,00	11,00	3150	3	68,60	754,60
21	12,00	11,00	3150	3	71,20	783,20
22	12,00	11,00	3150	3	36,00	396,00
23	12,00	11,00	3150	3	80,20	882,20
24	12,00	11,00	3150	3	87,20	959,20
25	12,00	11,00	3150	3	68,58	754,38
26	12,00	11,00	3150	3	88,20	970,20
27	12,00	11,00	3150	3	81,20	893,20
28	12,00	11,00	3150	3	77,20	849,20
Total		308.00	72900			23105,83
Mes marzo						
Corridas	Vol. Total	Vol. A TLP	Masa. Arenilla	T.Agit.	Conc. (Ni)	Ni Recuperado en licor
	(m ³)	(m ³)	(kg)	(min)	(g/L)	(kg)
1	15,00	11,00	3150	3	38,70	425,70
2	15,00	11,00	3150	3	21,40	235,40

3	15,00	11,00	3150	3	69,80	767,80
4	15,00	11,00	3150	3	59,60	655,60
5	15,00	11,00	3150	3	74,20	816,20
6	15,00	11,00	3150	3	81,60	897,60
7	15,00	11,00	3150	3	77,40	851,40
8	15,00	11,00	3150	3	86,70	953,70
9	15,00	11,00	3150	3	75,60	831,60
10	15,00	11,00	3150	3	85,20	937,20
11	15,00	11,00	3150	3	65,20	717,20
12	15,00	11,00	3150	3	69,80	767,80
13	15,00	11,00	3150	3	80,10	881,10
14	15,00	11,00	3150	3	75,20	827,20
15	15,00	11,00	3150	3	70,60	776,60
16	15,00	11,00	3150	3	38,70	425,70
17	15,00	11,00	3150	3	21,40	235,40
18	15,00	11,00	3150	3	80,10	881,10
19	15,00	11,00	3150	3	75,20	827,20
20	15,00	11,00	3150	3	66,20	728,20
21	15,00	11,00	3150	3	48,30	531,30
22	15,00	11,00	3150	3	59,20	651,20
23	15,00	11,00	3150	3	66,20	728,20
24	15,00	11,00	3150	3	78,20	860,20
25	15,00	11,00	3150	3	70,00	770,00
26	15,00	11,00	3150	3	82,20	904,20
27	15,00	11,00	3150	3	78,20	860,20
28	15,00	11,00	3150	3	88,20	970,20
29	15,00	11,00	3150	3	69,60	765,60

30	15,00	11,00	3150	3	70,80	778,80
Total		330.00	94500		67,45	22259,60