



**REPÚBLICA DE CUBA**  
**MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR**



**INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO DE MOA**  
**" Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ "**  
**FACULTAD DE METALÚRGIA – ELECTROMECAÁNICA**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERIA METALÚRGIA**

**DETERMINACIÓN DE LOS FACTORES QUE INFLUYEN EN EL INCUMPLIMIENTO  
DE LAS NORMAS DE CALIDAD DEL SULFURO MIXTO DE NÍQUEL MÁS COBALTO**

*Tesis presentada en opción al título de Ingeniero Metalúrgico*

**MAITE SOLER DOMINGUEZ**

Moa

2013



**REPÚBLICA DE CUBA**  
**MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR**



**INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO DE MOA**  
**“ Dr. ANTONIO NÚÑEZ JIMÉNEZ ”**  
**FACULTAD DE METALÚRGIA – ELECTROMECAÁNICA**  
**DEPARTAMENTO DE INGENIERIA METALÚRGIA**

**DETERMINACIÓN DE LOS FACTORES QUE INFLUYEN EN EL INCUMPLIMIENTO  
DE LAS NORMAS DE CALIDAD DEL SULFURO MIXTO DE NÍQUEL MÁS COBALTO**

*Tesis presentada en opción al título de Ingeniero Metalúrgico*

**Autor: MAITE SOLER DOMINGUEZ**

**Tutores:**

**Prof. Tít. Ing: Mercedes Sosa Martínez, Dr.C.**  
**Ing. Amancia García Pérez**

Moa 2013  
Año 55 de la revolución

## **Declaración de Autoridad**

**Yo: Maite Soler Domínguez.**

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

---

*Autora: Maite Soler Domínguez*

## **Tutores**

---

Ing. Amancia García Pérez

---

Ing. Mercedes Sosa Martínez, Dr.C.

## **Pensamiento**

No podemos resolver problemas usando el mismo tipo de pensamiento que usamos cuando los creamos.

[Albert Einstein](#)

## **AGRADECIMIENTOS**

Para triunfar en la vida se requiere de mucho esmero, dedicación y apoyo de personas sinceras y respetuosas, es por eso que agradezco en primer lugar a:

- A la revolución, por permitirme forjarme como profesional en estos tiempos de lucha y sacrificios.
- A mi esposo por su dedicación y ayuda en mis estudios
- A mis padres Santiago Soler y Josefina Domínguez que han dado todo para obtener el triunfo y objetivo de mi vida.
- A mis compañeros de estudio que me brindaron su amistad.
- A mis tutores por no escatimar tiempo ni esfuerzo en este trabajo de diploma.

**A todos de Corazón**

**Muchas Gracias**

## **DEDICATORIA**

Una obra que se realiza con tanto amor, merece ser dedicada a personas que posean un verdadero sentido de amistad, cariño y respeto, con estas frases quisiera dedicar este Trabajo de Diploma a las personas que supieron ayudarme en todo momento, a mi familia, compañeros y tutores.

## **Resumen**

El propósito de esta investigación fue la determinación de los factores que influyen en el incumplimiento de las normas establecidas para la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto en la Empresa René Ramos Latour, para realizar este trabajo se utilizó el sulfuro mixto obtenido a partir de los licores de la primera y segunda etapa del proceso de lixiviación el cual presentaba contenidos de cobalto por debajo de la norma, y desviaciones correspondientes a los contenidos de níquel, cobalto, hierro, amoníaco y la relación Ni/Co, se tuvo en cuenta el comportamiento de la calidad de los lotes de sulfuro mixto desde el año 2008 hasta mayo del año 2011, partiendo de datos estadísticos del muestreo realizado del cono de los sedimentadores de la precipitación de los licores de la 1ra y 2da etapa, 201B y 111, se pudo observar que el producto final que se obtiene en la empresa, no cumple con algunos aspectos de las normas de calidad establecidas, como son, altos sólidos de suspensión en los licores a la precipitación y contenidos de níquel, cobalto y amoníaco en el licor producto a precipitar.

### ***Abstract***

The purpose of this research was to determine the factors influencing non-compliance with the quality standards established for mixed sulphide nickel and cobalt in the Company René Ramos Latour, for this work we used the mixed sulphide obtained from liquors of the first and second stage of the leaching process which cobalt content presented below the norm and deviation corresponding to the contents of nickel, cobalt, iron, ammonia, and the Ni / Co, was taken into account behavior of the quality of batches of mixed sulfide since 2008 until May of 2011, based on statistical sampling cone made the settlers of precipitation liquors 1st and 2nd stage, 201B and 111, is was observed that the final product is obtained in the company, does not meet the established quality standard.



<b>ÍNDICE</b>	<b>Pág.</b>
Introducción General.....	1
<b>CAPÍTULO 1. MARCO TEÓRICO - METODOLÓGICO DE LA INVESTIGACIÓN.</b>	
1.1 Investigaciones sobre la separación de las especies níquel y cobalto en los sulfuros mixtos, en medio amoniacal.....	4
1.2 Factores que influyen sobre el proceso de precipitación de sulfuros mixtos de níquel y cobalto a partir de licores carbonato amoniacales.....	5
1.2.1 Efecto del gasto del agente precipitante.....	5
1.2.2 Efecto de la temperatura sobre el proceso de precipitación de sulfuros metálicos.....	6
1.2.3 Influencia de la concentración inicial de níquel en el licor sobre el proceso de precipitación de sulfuro.....	7
1.2.4 Influencia de la concentración inicial de cobalto en los licores sobre el proceso de precipitación de sulfuros mixtos.....	7
1.2.5 Influencia del grado de oxidación sobre el proceso de precipitación de Sulfuros mixtos.....	8
1.2.6 Influencia de la velocidad de adición del agente precipitante.....	8
1.2.7 Influencia del contenido de sólidos en suspensión en los sedimentadores.....	9
1.2.8 Influencia de la adición de aire en la salida del reactor tubular.....	9
1.3 Aspectos teóricos relacionados con la investigación.....	10
1.3.1 Teoría de los procesos de precipitación de sulfuros metálicos.....	10
1.3.2 Características físico químicas del licor carbonato amoniacal.....	11
1.3.3 Características físico químicas del hidrogeno sulfuro de amonio.....	13
1.3.4 Características físico química de los sulfuros mixtos de níquel y cobalto.....	13
1.3.5 Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica.....	15
1.3.6 Método gravimétrico por precipitación.....	16
1.3.7 Métodos de análisis volumétricos por neutralización.....	16
1.4 Conclusiones parciales.....	16
<b>CAPÍTULO 2. MATERIALES Y MÉTODOS</b>	
2.1 Características del sulfuro mixto de níquel más cobalto y licores de lixiviación.....	17
2.2 Selección de la muestra de estudio.....	18

2.3 Descripción de la Planta de precipitación de cobalto.....	20
2.4 Métodos de muestreo del sulfuro de níquel más cobalto.....	21
2.5 Descripción de reactivos, equipos, materiales y procedimientos.....	23
2.5.1 Equipos.....	23
2.5.2 Reactivos y materiales.....	23
2.5.3 Descripción de los métodos de análisis químicos.....	24
2.5.3.1 Determinación de níquel. Método gravimétrico.....	24
2.5.3.2 Método de determinación de amoníaco por valoración con ácido clorhídrico previa destilación.....	26
2.5.3.3 Determinación de contenidos de hierro y cobalto.....	26
2.5.3.4 Determinación gravimétrica de humedad.....	27
2.6 Procedimiento para análisis de los factores que inciden en el incumplimiento de la norma de calidad.....	28
2.7 Medidas a tomar para prevenir una crisis de sedimentación.....	29
2.8 Procedimiento para el repulpeo del sulfuro mixto de níquel más cobalto a filtrar. Para períodos de licores con alto contenido de amoníaco.....	30
2.9 Conclusiones parciales.....	30
<b>CAPÍTULO 3. ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS</b>	
3.1 Análisis sobre las características del sulfuro mixto de níquel más cobalto.....	31
3.2 Análisis de los factores que inciden en el incumplimiento de la calidad del sulfuro mixto de níquel y cobalto.....	31
3.2.1 Selección de la muestra de estudio y su análisis.....	31
3.2.2 Análisis del contenido de níquel y cobalto en los licores a precipitar.....	33
3.2.3 Análisis del contenido de hierro en el sulfuro precipitado.....	35
3.2.3.1 Análisis para prevenir la crisis de sedimentación.....	39
3.2.4 Análisis de los contenidos de $\text{NH}_3$ en el sulfuro seco y envasado.....	39
3.2.5 Prueba de repulpeo.....	42
3.3 Valoración económica.....	43
3.3.1 Cálculo de las pérdidas de níquel y cobalto por el reproceso.....	43
3.3.2 Cálculo de las pérdidas de bolsos por el reproceso.....	43

3.3.3 Cálculo de las pérdidas por el reproceso del sulfuro mixto por alto contenido de sólidos en el proceso de lixiviación.....	43
3.3.4 Cálculo de pérdidas por vender 8 lotes con más de 3 % de hierro.....	44
3.4 Valoración ambiental.....	44
3.5 Conclusiones del capítulo.....	45
Conclusiones.....	46
Recomendaciones.....	47
Bibliografía	
Anexos	

## **Introducción**

El noreste de la provincia de Holguín, es el territorio donde se hallan enclavadas las dos fábricas importantes productoras de níquel y cobalto con proceso de lixiviación carbonato amoniacal (CARON). Una de ellas es la Empresa CMDTE “René Ramos Latour”, en Nicaro y la otra es la Empresa “CMDTE Ernesto Che Guevara”, en Moa.

Actualmente se realizan esfuerzos para lograr un producto comercializable, que permita explotar el potencial de cobalto de los yacimientos y proyectar el producto final que se adecue a las exigencias del mercado.

Varias son las entidades extranjeras a las que les interesa la compra del sulfuro mixto de níquel más cobalto, todas lógicamente demandan ciertas características que aseguran la calidad, tanto del producto final como del proceso tecnológico que utilizan y para los cuales, este no es más que una materia prima.

De manera análoga, existen otras regiones en el mundo donde el cobalto se obtiene principalmente como satélite del níquel o del cobre. Hasta el momento, no existe una tecnología para la extracción del cobalto como elemento principal, no obstante, sus usos lo colocan como un metal estratégico en la industria metalúrgica contemporánea, de ahí la gran importancia de obtener valiosos elementos.

En la actualidad la precipitación del sulfuro mixto de níquel mas cobalto en la Empresa René Ramos Latour se realiza de los licores rebosos de la primera y segunda etapa de lixiviación y aunque dependiendo de la calidad de la precipitación se obtiene un licor con un contenido de cobalto con menos de 0,05 g/L, cuando se precipita el licor en la segunda etapa, se incrementan las extracciones en un 15 % aproximadamente, así como se mejora la relación níquel/cobalto en el sulfuro precipitado.

Los bajos niveles productivos que han caracterizado la operación de la Empresa en los últimos tiempos, las violaciones de la disciplina tecnológica, que traen aparejado el

deterioro de las condiciones de operación de la planta, bajos perfiles de amoníaco, sólidos acumulados en el transverso de los sedimentadores, han conllevado a la obtención de un sulfuro mixto de níquel más cobalto con un contenido de cobalto por debajo de la norma 6,0 %, alteraciones en el contenido de hierro. La inestabilidad en la alimentación, trae aparejado el incremento de las pérdidas de amoníaco, por lo que es bajo el perfil en el sistema de lixiviación, lo que influye negativamente en la eficiencia del proceso de lixiviación, tanto del níquel como del cobalto.

**Situación problemática actual:**

En la actualidad se obtiene un sulfuro mixto de níquel más cobalto en la precipitación de los licores de primera y segunda etapa de lixiviación con contenidos de níquel, cobalto, hierro y amoníaco fuera de norma, lo que trae como consecuencia la necesidad de reprocesarlo, provocando grandes pérdidas de especies metálicas y por tanto a la economía de la empresa y el país.

**Problema de la investigación:**

Necesidad de establecer los parámetros técnicos que garanticen la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto obtenido en la precipitación de los licores de la primera y segunda etapa de lixiviación, para obtener un producto final que cumpla con las normas establecidas en la Empresa René Ramos Latour.

**Objeto de estudio:**

Sulfuro mixto de níquel más cobalto de la Empresa René Ramos Latour.

**Campo de acción:**

Planta de precipitación de sulfuro mixto de níquel más cobalto de la Empresa René Ramos Latour.

**Hipótesis:**

Si se realiza la precipitación del sulfuro mixto de níquel más cobalto con recirculación de semilla en un 100 – 150 %, partiendo de licores con concentraciones de níquel y de cobalto por encima de 8 y 0,280 g/L, respectivamente y se controlan los contenidos de sólidos en suspensión, se lograría obtener un producto final con los parámetros adecuados en cuanto a relación níquel/cobalto, contenidos de hierro y amoníaco.

**Objetivo general:**

Determinar los factores que influyen en el incumplimiento de las normas establecidas para la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto en la Empresa René Ramos Latour.

**Objetivos específicos:**

1. Analizar el estado del arte y los aspectos teóricos relacionados con la investigación.
2. Determinar y evaluar la influencia de los principales factores que afectan el cumplimiento de las normas de calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto precipitado de los licores de la primera y segunda etapas de lixiviación.
3. Proponer medidas para el control de los parámetros de operación que permitan el cumplimiento de las normas de calidad en los sulfuros mixtos de níquel más cobalto, precipitados como producto final.
4. Realizar una valoración económica sobre las afectaciones de la calidad del producto final.

## **CAPÍTULO 1 Marco teórico de la investigación**

El objetivo del presente capítulo es exponer los trabajos precedentes realizado por varios autores sobre las especies metálicas en el medio amoniacal de los sulfuros mixtos.

### **1.1 Investigaciones sobre la separación de las especies níquel y cobalto en los sulfuros mixtos, en medio amoniacal**

En los trabajos de /Caron, 1967/ se establece que bajo determinadas condiciones de la destilación fraccionada en las soluciones carbonato – amoniacaes, se puede obtener carbonato básico de níquel con un contenido bajo de cobalto. Según el autor una de las principales condiciones para la eficiencia de separación entre estas especies, es la formación de complejos estables de pentamin cobalto (II) que limitadamente pasan al precipitado con descomposición posterior de los complejos de níquel. Este método permite la obtención de carbonato de níquel con una relación de Ni: Co=700:1 y el carbonato de cobalto con una relación de Ni: Co de 170:1, en soluciones que contienen 12-13 g/L de níquel y 0,5-0,6 g/L de cobalto.

En otros trabajos /Roy, 1953; Dobrojtov, 1956/ se establece que se pueden obtener polvos metálicos de gran calidad, por reducción con hidrógeno de las especies de níquel y cobalto a partir de soluciones amoniacaes en un rango de presión de 36 a 40 atm y temperatura entre 175 y 180 °C. La reducción de las especies de níquel ocurre en presencia de sulfato de hierro (II) como catalizador, mientras que para el cobalto, se utiliza una mezcla de sulfuros y cianuros de sodio. En ambos casos es necesario adicionar productos de superficies activas para evitar las incrustaciones en el interior de los reactores. Las extracciones resultaron superiores al 99 % del níquel y menores de 0,4 % para el cobalto.

El método de separación selectiva de las especies metálicas /Herrera y col, 1971/ en soluciones amoniacaes, directamente por adición controlada de un agente precipitante

y formación de sulfuros mixtos insolubles, ha sido sugerido en varios trabajos. Se han realizado pruebas a escala de laboratorio, con utilización de sulfuro de hidrógeno como agente precipitante, las mismas han demostrado la efectividad del método, se logra separar el 90 - 97% del cobalto, con bajos contenidos de níquel y obtener un sulfuro con relaciones másicas níquel /cobalto (Ni: Co) =1- 3: 1.

Las investigaciones realizadas en la extinta URSS /Guiproníquel, 1977/, sobre la precipitación de las especies metálicas en medio amoniacal, reportó la posibilidad de obtener concentrados de sulfuro con relación másica níquel/cobalto de 3,04 y recuperaciones del 93 % del cobalto y 1,12 % de níquel. Las relaciones másicas Ni/Co en los licores son de 400:1. Bajo estos criterios se planteó la factibilidad de introducir el método en la Industria Cubana del Níquel.

Otros autores /Lovaina, 1994; Suárez, 1997/ en investigaciones realizadas a escala de banco con licores industriales de la lixiviación, y como agente precipitante el hidrogenosulfuro de amonio, han demostrado que es posible lograr extracciones de más del 85% de cobalto con precipitaciones de níquel menores de un 5%, manteniendo la relación másica de Ni/Co en el sulfuro entre 2- 4.

La extracción por solventes /Ritcey, 1973/, ha sido probada para la separación de níquel y cobalto directamente en licores amoniacales sintéticos a escala de laboratorio, los resultados muestran la factibilidad de esta técnica; con extracciones por encima de 99 % de cobalto. Sin embargo plantea la necesidad de resolver múltiples problemas que se generan al trabajar con licores industriales, dicha técnica no ha sido posible aplicarlas en Cuba, ya que los solventes requeridos son de transnacionales con acciones de EE.UU.

Los resultados de las investigaciones mencionadas, han propiciado el surgimiento de variantes tecnológicas con el fin de extraer de forma parcial, los contenidos de cobalto presentes en los licores de lixiviación en el proceso Caron.

A continuación se exponen una serie de investigaciones que analizan los factores que influyen sobre el proceso de precipitación.



## **1.2 Factores que influyen sobre el proceso de precipitación de sulfuros mixtos de níquel y cobalto a partir de licores carbonato amoniacales**

### **1.2.1 Efecto del gasto del agente precipitante.**

En investigaciones realizadas a escala de laboratorio se utiliza sulfuro de hidrógeno como agente precipitante /Herrera, 1964/ con diferentes volúmenes del mismo, y se establece que este factor no ejerce influencia sobre los niveles de extracción de níquel y cobalto en licor. En todos los casos el gasto garantiza alcanzar concentraciones suficientes en la solución para la precipitación total del sulfuro de cobalto.

En trabajos posteriores /Kasavin y col, 1971/ se observan similares resultados, pero se establece que si existe influencia del gasto de agente precipitante sobre el producto sólido de la reacción, aumenta el mismo y la relación Ni/Co en el precipitado. Estos resultados se explican por la formación de zonas de sobresaturación de la solución del agente precipitante, donde las reacciones de precipitación de níquel y cobalto disminuyen a medida que la solución de cobalto se agota.

Otras investigaciones desarrolladas /Muñoz, 1995/ utiliza el hidrogenosulfuro de amonio como precipitante, donde destaca una disminución de la concentración residual del cobalto en los licores, a medida que aumenta el gasto de agente precipitante.

### **1.2.2 Efecto de la temperatura sobre el proceso de precipitación de sulfuros metálicos**

En pruebas realizadas /Kasavin y col, 1971/ para demostrar el efecto de la temperatura sobre la cinética de precipitación de los sulfuros metálicos a partir de licores carbonato amoniacales se comprobó, que en el intervalo experimentado (27°C-70°C), el tiempo total del proceso de precipitación disminuye con el aumento de la temperatura. Esta investigación mostró la significativa influencia que posee este efecto sobre la calidad del precipitado obtenido; Manteniendo la eficiencia de precipitación en el orden del 99 a 100% y la relación másica Ni/Co en el precipitado varió desde 1,5 a 4,8 al aumentar la temperatura desde 30 °C hasta 70 °C. Otro elemento influenciado con la temperatura, fue el consumo del agente precipitante, el cual disminuyó con el aumento de la temperatura, en el intervalo mencionado anteriormente, la relación H<sub>2</sub>S/Co varió desde

4 a 2,5 en todos los casos. Este comportamiento, según los autores, se debe al incremento de la actividad iónica al aumentar la temperatura de la solución.

### **1.2.3 Influencia de la concentración inicial de níquel en el licor sobre el proceso de precipitación de sulfuro**

Algunos autores /Herrera, 1964; Kasavin y col., 1971/ han observado, que durante el proceso de precipitación de sulfuros mixtos, la concentración inicial de níquel en los licores carbonato amoniacaes, no manifestaba una influencia apreciable sobre la cinética de formación del sulfuro de cobalto, hecho justificado por los valores de las constantes de inestabilidad de los complejos amoniacaes de níquel y cobalto que determina su prioridad en este medio. Por otro lado la variación de la concentración de níquel, trae como consecuencia el aumento o disminución de la relación Ni/Co en los licores sometidos a la precipitación y esto demuestra que manteniendo constante la concentración de cobalto en los licores y variar la concentración de níquel, se obtengan variaciones de la relación Ni/Co en el producto sólido de la reacción. En sus experimentos /Kasavin y col., 1971/ muestran que al variar la concentración desde 6 a 11 g/L de níquel en el licor a descobaltizar, se incrementa la relación Ni/Co de 0,5 a 1,5. En todos los casos la eficiencia de precipitación fue aproximadamente del 96% y la concentración inicial de cobalto permaneció constante e igual a 0,4 g/L.

### **1.2.4 Influencia de la concentración inicial de cobalto en los licores sobre el proceso de precipitación de sulfuros mixtos.**

En pruebas de descobaltización de licores amoniacaes con diferentes concentraciones de cobalto, manteniendo constante la concentración de níquel, se utilizó el sulfuro de hidrógeno como agente precipitante /Kasavin, 1970/ y se observa, que a partir de licores con bajas concentraciones de cobalto (aproximadamente 0,1g/L), era imposible obtener relaciones Ni/Co en el sulfuro mixto menores de 8, mientras que al aumentar el contenido de éste, se evidencia una acción retardadora de la coprecipitación del níquel que permite obtener relaciones Ni/Co en el sulfuro mixto aproximadamente igual a 2, con extracciones de cobalto por encima del 90 %.

### **1.2.5 Influencia del grado de oxidación sobre el proceso de precipitación de sulfuros mixtos**

Varios han sido los trabajos /Herrera y col., 1971; Suárez, 1997. / en los cuales ha sido imposible reproducir los resultados de la reacción de precipitación partiendo de licores con iguales concentraciones de sus elementos y en igualdad de condiciones experimentales, este fenómeno se le atribuye a la influencia significativa del grado de oxidación del cobalto en los complejos que forman los licores /Kasavin y col. ,1971/. La influencia se basa en el aumento de la velocidad de precipitación de sulfuro de cobalto al aumentar la relación Co (II)/Co (III) del licor a descobaltizar, donde el mismo en estado oxidado (Co(III)), tiene que ser reducido antes de su precipitación en forma de sulfuro /Capote, 1996/ y esta etapa es más rápida o lenta dependiendo de la cantidad de Co(III) que exista en solución.

Otros investigadores sobre el tema /Herrera, 1964; Kasavin y col., 1971/ solo se limitan a aceptar la influencia de este factor sobre la selectividad de la reacción pero no muestran resultados que corroboren esta afirmación.

El grado de oxidación también posee influencia sobre el consumo de agente precipitante /Kasavin y col., 1971; Samalea, 1978 /, mientras mayor es la relación Co (II)/Co (III), menor es el consumo de sulfuro de hidrógeno reportados en las pruebas. Este hecho se debe a la existencia de la reacción de reducción, previa a la precipitación, que provoca un consumo adicional del agente precipitante.

### **1.2.6 Influencia de la velocidad de adición del agente precipitante**

En investigaciones bajo régimen hidrodinámico de difusión/González ,1990/ afirma, que la velocidad de adición del reactivo precipitador posee influencia sobre el proceso. Principalmente en la selectividad de la reacción, la que resulta alterada para velocidades de adición alta, este fenómeno se asocia a la formación de zonas de sobresaturación donde precipitan el sulfuro de cobalto con el níquel. La disminución de esta velocidad por debajo de ciertos niveles provoca el mismo efecto en la selectividad de la reacción. Las causas de este fenómeno se basan en la transformación del ión

sulfuro, a través de las reacciones de reducción del ión cobalto (III) a azufre elemental, tiosulfatos, sulfitos con lo cual pierde sus propiedades precipitantes en el medio.

### **1.2.7 Influencia del contenido de sólidos en suspensión en los sedimentadores**

En el año 2003, en la Empresa René Ramos Latour posterior a una crisis de sedimentación ocurrida, que llevó a la parada de la fábrica para limpiar de sólidos el transversal, se confeccionó un reglamento para prevenir y mitigar las crisis. En este documento se define de forma completa la forma de actuar ante condiciones del proceso que puedan conducir a problemas serios de sedimentación. Dentro de los aspectos tratados en el mismo están los siguientes:

Se conoce como crisis de sedimentación una situación anormal del proceso caracterizada por baja velocidad de sedimentación de los sólidos y presencia de altas concentraciones de sólidos en los rebosos, la que puede producirse por el procesamiento de minerales con malas características de sedimentación, problemas operativos tanto en la molienda y reducción como en la lixiviación del mismo provocando en este último caso incrementos simultáneos de los amperajes de los sedimentadores de primera etapa, combinación de un conjunto de factores operativos negativos que disminuyen la velocidad de sedimentación o afectan la clarificación ocasionando rebosos sucios y sólidos a diferentes alturas de los sedimentadores, exceso de procesamiento de mineral por lo que hay déficit de las áreas de sedimentación instaladas.

### **1.2.8 Influencia de la adición de aire en la salida del reactor tubular**

En experimentos realizados /Romero, 2008/ a escala industrial se inyectó aire en la salida del reactor tubular, variando el flujo de aire desde 158 m<sup>3</sup>/h hasta 500 m<sup>3</sup>/h. Se comprobó experimentalmente utilizando el método comparativo una disminución de la precipitación del sulfuro de níquel desde 16.95% hasta 11.92% incrementando la relación Ni/Co en el licor amoniacal, y una disminución del consumo del agente precipitante. Estos resultados demuestran que la adición del aire favorece la eficiencia en la planta de precipitación de cobalto.

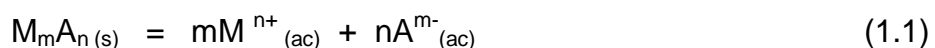
### 1.3 Aspectos teóricos relacionados con la investigación

#### 1.3.1 Teoría de los procesos de precipitación de sulfuros metálicos

En la industria del níquel y el cobalto son conocidos diferentes métodos tanto por vía ácida /Roy, 1961/ como amoniacal /Sherritt, 1992/ , con dos fines esenciales:

- Precipitación de sulfuros a partir de las soluciones pobres, para lograr concentrar las especies metálicas.
- Precipitación selectiva de las especies metálicas con el fin de separarlas.

En ambos casos, y de forma general, el proceso se caracteriza por establecer un equilibrio disolución - precipitación entre el sólido precipitado y sus iones en disolución, el cual se presenta a continuación /Capote, 1996/:



Un aspecto importante a tener en cuenta en la precipitación de sulfuros, es que conociendo el pH de precipitación y su correspondiente valor de la Kps se puede valorar si es o no posible realizar una precipitación escalonada de sulfuros de metales. En esto también hay que tener presente el medio en que se realiza la precipitación. Tomando como ejemplo, los sulfuros de níquel y cobalto se tiene que sus valores de la Kps, se corresponden a:

$$Kps_{NiS} = c(Ni^{2+}) c(S^{2-}) = 3,2 \cdot 10^{-21} \quad (1.2)$$

$$Kps_{CoS} = c(Co^{2+}) \cdot c(S^{2-}) = 10^{-27} \quad (1.3)$$

A partir de la similitud que presentan los valores de las Kps de ambos sulfuros, se observa que existe poca posibilidad de realizar en condiciones normales, la precipitación selectiva de sulfuros mixtos de níquel y cobalto en medio amoniacal. La situación puede variar al introducir el criterio de inestabilidad de los complejos (valor de la constante de estabilidad de los mismos). Es decir, la precipitación de los sulfuros de níquel y cobalto en las soluciones amoniacaes depende considerablemente de las propiedades de los compuestos complejos formados y su estabilidad en el medio, o sea

su tendencia a disociarse en ión central y ligando, en el medio correspondiente. Teniendo en cuenta estos criterios, se ha establecido un orden de estabilidad entre los complejos en base a su comportamiento, tal y como se muestra a continuación para elementos presentes en los licores amoniacales:

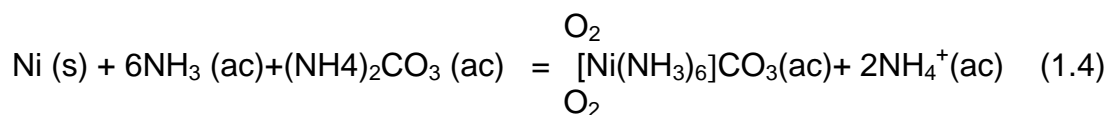
Complejos de Co(II) < Complejos de Ni(II) < Complejos de Co(III).

Este orden es conocido en la literatura como fila de Ewint-Williams./Herrera y col., 1971/.

De lo anteriormente planteado, se puede concluir que para obtener resultados satisfactorios en el proceso de separación selectiva de cobalto, es necesario dirigir el proceso hacia aquellas condiciones donde coexistan simultáneamente los complejos menos estables de cobalto y más estables de níquel.

### 1.3.2 Características físico químicas del licor carbonato amoniacal

Durante el proceso de lixiviación en la tecnología carbonato amoniacal /Hernández y col., 1974/, los contenidos de níquel y cobalto presentes en el mineral reducido son extraídos por el proceso de disolución de los valores metálicos en soluciones carbonato amoniacal, en presencia de aire según las ecuaciones de las reacciones siguientes:



Se ha demostrado que en este proceso, el níquel es oxidado completamente a níquel (II) a diferencia del cobalto que es oxidado a cobalto (II) y luego a cobalto (III), en presencia de un exceso de aire /Fiffe, 1996/ dando lugar a una solución azul oscura que evidencia la presencia de los complejos de níquel, cuya intensidad varia en función de la concentración de este elemento en solución y con una densidad ligeramente superior al agua.

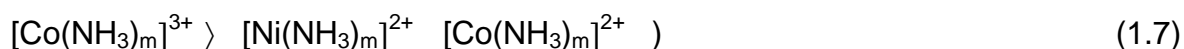
El níquel que se encuentra en estado de valencia (II) se presenta fundamentalmente como hexammin níquel (II), el cual es muy estable según se reporta / Latimer, 1952/:



Por otra parte, los diagramas de fase representados en la literatura /Osseo Asare, 1980/ muestran que el cobalto se presenta en la solución amoniacal acuosa como una variedad de amminocomplejos de cobalto (III) y cobalto (II), cuyas concentraciones y estabilidades relativas son una función de la temperatura, pH, contenido del metal, concentración amonio-amoniacal, el tipo y concentración del anión y el grado de equilibrio.

A diferencia del níquel, en estos licores se ha demostrado /Fiffe, 1985; Capote, 1996/ que los compuestos estudiados presentan diferentes estados de oxidación, previéndose una mayor estabilidad para el ión hexammin cobalto (III),  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}$ , cuyo contenido en los licores industriales puede alcanzar hasta el 45% del cobalto total. Los restantes iones complejos de cobalto identificados en estos licores son: los iones hexammincobalto (II) y acuapentammincobalto (III) /Fiffe, 1996/.

Es conocido que en los licores carbonato amoniacales /Smirnov y col., 1988/, los amminocomplejos de cobalto (III) son más estables que los amminocomplejos de níquel (II) y estos a su vez, son más estables que los amminocomplejos de cobalto (II); debido a esto, se establece el siguiente orden de estabilidad:



En reportes técnicos analizados /Sherritt, 1992/, se muestra que los datos de equilibrio para los sulfuros de níquel, cobalto y para el ión hexamminíquel (II) y para el ión hexammincobalto (II) en solución con un exceso de amoniaco indican que el cobalto puede ser recobrado casi cuantitativamente antes que ocurra una precipitación cuantitativa del níquel, por el contrario el cobalto (III) puede ser recobrado solo después de su reducción a cobalto (II).

### **1.3.3 Características físico químicas del hidrogenosulfuro de amonio**

El actual agente precipitante se obtiene como resultado de la absorción del sulfuro de hidrógeno en una solución amoniacal al 25%, donde su solubilidad es muy alta. Las características de la mezcla esta altamente influenciada por las propiedades de las sustancias que la componen. Como característica típica tenemos su coloración amarillo

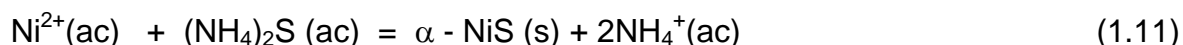
negruzco y olor peculiar que denota su presencia. El hidrógenosulfuro de amonio, a pesar de haber demostrado sus potencialidades para la precipitación de sustancias en medios ácidos y básicos, caracteriza al proceso cualitativamente de crítico, por el peligro que engendra, para la vida humana. Los riesgos críticos que ofrece, a los procesos donde es utilizado, se debe al sulfuro de hidrógeno, que como es conocido, es un gas incoloro y combustible de densidad relativa al aire de 1,189.

#### 1.3.4 Características físico química de los sulfuros mixtos de níquel y cobalto

El producto de la reacción de precipitación de cobalto a partir de licores amoniacaes, lo constituye una mezcla de sulfuros de níquel y cobalto a la que comúnmente se le denomina sulfuro mixto. Según los datos de la literatura /Latimer, 1954/ es posible la existencia de tres formas de sulfuros de níquel con los siguientes valores de constantes de solubilidad:



Se conoce de la literatura /Blanco, 1982/ que el  $\alpha$ -NiS, sólido amorfo, precipita por adición de disoluciones de sulfuro de amonio, a las sales acuosas de Ni (II), según la ecuación de reacción:



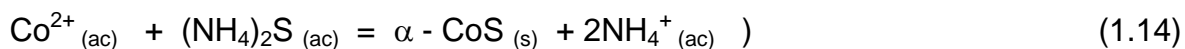
Para el caso de los sulfuros de cobalto, la literatura plantea que en medio amoniacal se tienen evidencias de la formación de dos tipos de sulfuros: la modificación  $(\alpha)$  y  $(\beta)$ , pero es mayormente probable obtener la modificación  $(\beta)$  en este medio.



Según se reporta el alfa sulfuro de cobalto (II),  $\alpha$ -CoS se halla en la naturaleza como Seyeporita. Se forma como precipitado amorfo cuando las soluciones acuosas de



sulfuro de amonio son añadidas a soluciones acuosas de sales de cobalto (II) como se muestra en la ecuación de reacción siguiente:



El precipitado obtenido es prácticamente insoluble en agua, pero se disuelve en ácidos diluidos, incluido el ácido acético. Cuando el precipitado está fresco corresponde al  $\alpha$ -CoS. Mientras el  $\alpha$ -CoS es amorfo, el  $\beta$ -CoS es de estructura hexagonal, el cual es obtenido más fácilmente por métodos secos calentando el cobalto en polvo a 7000 °C en una corriente de sulfuro de hidrógeno y posteriormente calentando a 750 – 8000 °C en alto vacío.

Otros investigadores han reportado /Remy, 1972; Capote, 1996/ que el sulfuro de cobalto (II) es solamente homogéneo cuando contiene un cierto exceso estequiométrico de azufre en la relación másica 1,05:1. Su red cristalina es estable solo cuando una cierta proporción de sitios de la red perteneciente a los átomos de cobalto se mantienen sin ocupar.

También se reporta /Durrant, 1962; Capote, 1996/ que el sulfuro de cobalto (III) precipita al pasar sulfuro de hidrógeno a través de una solución acuosa de una amina de cobalto (III), pero su relativa inestabilidad hace que calentando cambie a una mezcla de sulfuro de cobalto (II), CoS, y polisulfuro de cobalto, CoS<sub>2</sub>.

Por otra parte, las características de filtración de los sulfuros mixtos son malas debido fundamentalmente a las peculiaridades de las partículas obtenidas durante el proceso de precipitación (partículas muy pequeñas). Las pruebas de filtración realizadas /Sinkko y col., 1997/, han demostrado que de todas formas el producto final queda con una alta humedad hasta del 50 %. Además se sabe que cuando son secados en exceso, se oxidan violentamente en contacto con el aire, o se inflaman, logrando altas temperaturas en el interior del material.

Se ha reportado en la literatura /Acevedo, 1985 y Capote, 1996/ que los sulfuros obtenidos en medio básico, experimentan alteraciones inmediatas y pasan a formas casi insolubles en ácidos débiles, demostraron que los sulfuros de níquel (II), cobalto (II) y cobalto (III) obtenidos en estas condiciones en ausencia de aire tienen la siguiente

composición Ni (SH)<sub>2</sub>, Co (SH)<sub>2</sub> y Co (SH)<sub>3</sub>. Secados en atmósfera inerte pierden H<sub>2</sub>S dando NiS, CoS y Co<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. Su disolución en ácidos es con evolución de H<sub>2</sub>S y muestran un envejecimiento en el tiempo que los hace menos solubles.

La oxidación de los sulfuros obtenidos en medio básico es gradual o violento, en dependencia de la temperatura de contacto con la superficie activa del precipitado. En pruebas realizadas en el laboratorio, el producto seco (en atmósfera inerte a 60<sup>0</sup>C) era capaz de arder en contacto con el aire, dando una oxidación completa a sulfato en toda su superficie/Capote, 1996/.

### **1.3.5 Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica**

La absorción atómica es el proceso que ocurre cuando átomos de un elemento en estado fundamental absorben energía radiante a una longitud de onda específica. La cantidad de radiación absorbida aumenta al hacerlo el número de átomos del elemento presentes en el camino óptico, utilizándose esto con fines analíticos cuantitativos. La técnica permite la determinación de, al menos, unos 70 elementos en cantidades tan bajas como 10<sup>-14</sup> g con razonable selectividad, pequeña manipulación y mínimo tamaño de muestra. Aunque inicialmente se utilizó solo para la determinación de elementos metálicos, se han desarrollado métodos indirectos que permiten la cuantificación de una gran variedad de aniones y de compuestos orgánicos. En la práctica, las muestras se vaporizan y se convierten en átomos libres, proceso denominado atomización. Sobre el vapor atómico originado se hace incidir la radiación electromagnética que será absorbida parcialmente por el analito, donde en muchas ocasiones el proceso de atomización se consigue mediante una llama.

### **1.3.6 Método gravimétrico por precipitación**

En un análisis gravimétrico el componente que se va a determinar se separa de los demás componentes de la muestra en forma de una fase pura, que puede ser el componente mismo ó un compuesto de composición conocida y definida, de la masa obtenida de este último se calcula la masa del componente deseado ó buscado.

En el método por precipitación, el componente que se va a separar de la muestra se precipita en forma de un compuesto muy poco soluble al que se le llama forma precipitada. En la mayoría de los casos la forma precipitada tiene que someterse a algún

tratamiento para convertirlo en una sustancia adecuada a la cual se le llama forma pesada.

### **1.3.7 Métodos de análisis volumétricos por neutralización**

Los métodos volumétricos en su desarrollo experimental incluyen tres aspectos que se deben tener en cuenta:

- a).- Los volúmenes de reactivos reaccionantes deben medirse con precisión.
- b).- Para realizar las valoraciones se deben utilizar disoluciones patrón ó estándar.
- c).- Deben realizarse los cálculos de los resultados analíticos.

En el análisis volumétrico, las concentraciones de las disoluciones se expresan en diferentes formas.

El objetivo del análisis volumétrico es determinar la concentración exacta de una sustancia, antes de efectuar cualquier determinación es necesario conocer la concentración exacta de las disoluciones con las que se va a trabajar como agentes valorantes. Se valora la disolución con una sustancia estándar ó patrón primario y se calcula la concentración exacta de la misma.

## **1.4 Conclusiones parciales del capítulo**

- 1- Se analiza el estado del arte y los aspectos teóricos relacionados con la investigación.

## CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS

El objetivo de este capítulo es caracterizar el sulfuro mixto de níquel más cobalto según lo establecido por las normas cubanas, además de seleccionar la muestra para la realización de este estudio donde se definen los principales métodos del muestreo y análisis para los diferentes elementos contenidos en el sulfuro.

### 2.1 Características del sulfuro mixto de níquel más cobalto y licores de lixiviación

Para el desarrollo de la investigación se utiliza el sulfuro mixto de níquel más cobalto obtenido a partir de los licores de la primera y segunda etapa del proceso de lixiviación de la Empresa René Ramos Latour, el cual presenta como principales características físicas las siguientes: Es un sólido de color gris negruzco, en forma de terrones de aspecto heterogéneo.

La calidad del producto final se controla por la Norma Cubana NC 607- 2008, los contenidos de las especies químicas según la misma aparecen en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Características del sulfuro mixto de níquel más cobalto (%). (NC 607 - 2008)

	Concentraciones máximas y mínimas admitidas para las especies químicas (%)									
Especies químicas	Ni	Co	Fe	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	Zn	Cu	Mn	SiO <sub>2</sub>	CaO
Valor	25,0 Max	6,0 Min	3,0 Max	4,0 Max	10,0 Max	0,05 Max	3,0 Max	0,09 Max	4,0 Max	0,10 Max

El sulfuro de níquel más cobalto que se obtiene en la empresa como producto final no cumple con la norma de calidad en algunos aspectos, como se muestra en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Características promedio del sulfuro mixto de níquel más cobalto precipitado (%).

	Concentraciones máximas y mínimas para las especies químicas (%)									
Especies químicas	Ni	Co	Fe	NH <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O	Zn	Cu	Mn	SiO <sub>2</sub>	CaO
Valor	12,11 – 27,50	5,17 – 11,08	1,75 – 4,29	1,63 – 5,79	0.10 – 2,63	0,05 Max	3,0 Max	0,09 Max	4,0 Max	0,10 Max

## 2.2 Selección de la muestra de estudio

Para seleccionar el período de evaluación, se tuvo en cuenta el comportamiento de la calidad de los lotes de sulfuro mixto de níquel más cobalto desde el año 2008 hasta mayo del año 2012. En la tabla 2.3, se muestran la cantidad de lotes producidos y los reprocesados en cada año, donde se observa, en los dos primeros años del periodo, un alto porcentaje de lotes reprocesados por contenidos de cobalto por debajo de la norma, mientras el hierro se mantiene por encima de los rangos permisibles. En el 2010 y el resto de los años, el comportamiento de la producción presenta mejorías, con un total de 7 lotes reprocesados solamente.

Tabla 2.3 Comportamiento del número de lotes producidos y reprocesados

Años	Lotes producidos	Contenidos de las especies Fuera de norma (%)					Lotes reprocesados (%)
		Co	Fe	NH <sub>3</sub>	Otros	Total	
2008	76	17	2		1	20	26,3
2009	112	9	12		1	22	19,6
2010	106	4	3			7	6,6
2011	167	1	9	23		33	19,8
may-12	68	3				3	4,4
Total Periodo analizado	235	4	9	23		36	3,4

Debido a las variaciones que experimenta el producto final, como se muestra en la tabla 2.3, se toma para la realización del trabajo, los resultados de la producción obtenida entre enero del 2011 y mayo del 2012. El período analizado, de 17 meses, se considera

una muestra representativa, de acuerdo al comportamiento mantenido por los sulfuros mixtos durante todo el tiempo sometido a estudio.

En los meses analizados se producen 235 Lotes de producto final en total, de los cuales se reprocesan 8 lotes para un 96,59 % de cumplimiento de la calidad.

Los lotes reprocesados presentan alteraciones en cuanto a los contenidos de amoníaco, hierro y cobalto, como se muestra en la tabla 2.4.

Tabla 2.4 Lotes Reprocesados

Cantidad de lotes reprocesados	Causas
3	Por alto contenido de $\text{NH}_3$
4	Por bajo contenido de Co
1	Por alto contenido de Fe

En el trabajo se analizan las desviaciones correspondientes a los contenidos de níquel, cobalto, hierro, amoníaco y la relación Ni/Co. El resto de los elementos por regla general cumplen con sus valores normados, por lo que no serán objeto de estudio.

Las características del producto final en cuestión, dependen de la materia prima, en este caso, el licor de reboso de la primera y segunda etapas de lixiviación, de la calidad del agente precipitante y las condiciones reales de la instalación donde se desarrolla el proceso.

Durante el período analizado, las características promedio de los licores utilizados como materia prima, se reflejan en la tabla 2.5.

Tabla 2.5 Características de los licores de la 1ra y 2da etapas de lixiviación

Materia Prima	Parámetros de trabajo				
Licor a precipitar	Temperatura: 42 – 45 °C				
	Contenidos (g/L)				
Especies químicas	Ni	Co	Fe	$\text{CO}_2$	$\text{NH}_3$
	7,69	0,268	0,003	32,1	58
Hidrogenosulfuro de amonio	125,6				
Sólidos en suspensión	80 ppm				

### **2.3 Descripción de la Planta de precipitación de cobalto (Anexo 5 figura 1 Esquema de precipitación del sulfuro mixto)**

Parte del reboso de los sedimentadores de 1ra etapa de lixiviación 104 y 110D, con concentración de cobalto de alrededor de 0.250 – 0,350 g/L, es acumulado en el tanque CT– 56, de donde es bombeado al bloque de turboaeradores de ensemillamiento (113 –114 y 115 C) donde se le recircula pulpa procedente del fondo del sedimentador 201 B, como semilla. A la salida del último turboaerador (115C), se le dosifica a la pulpa el reactivo precipitante, hidrogenosulfuro de amonio, en dosis correspondiente a un consumo específico de 0,85 t / t de sulfuro de níquel más cobalto precipitado.

Este reactivo es almacenado en los tanques 176 A y B para ser dosificado al proceso. Su concentración es controlada por dilución con agua hasta 60 – 80 g/L, para hacer más selectiva la reacción de precipitación para el cobalto.

Inmediatamente después, el licor tratado con reactivos pasa a un reactor tubular, el cual descarga al tanque sedimentador 201 B, donde se separan las fases; el licor clarificado, con menos de 40 ppm de sólidos en suspensión, es bombeado hacia la Planta de Recuperación de Amoníaco, como licor producto, con un contenido de cobalto tal, que el pronóstico para el producto final (Sínter) sea menor de 0.70 %. El cono del sedimentador, una pulpa espesada con una densidad entre 1040 – 1080 g/L se recircula como semilla a la precipitación de 1ra y a la precipitación de los licores de 2da etapa de lixiviación.

El licor de reboso de la segunda etapa de lixiviación, procedente de los sedimentadores 116 D y 201C, con una concentración de 0,18 – 0,22 g/L de Co, se envía hacia el tanque de almacenaje 250, y de ahí es bombeado hacia los reactores de ensemillamiento 140 A y B, donde se recircula pulpa del fondo del sedimentador 201 B, siguiendo un proceso similar al de los licores de 1ra etapa. El licor clarificado del sedimentador 111, licor de 2da etapa, con una concentración de 0.180 – 0.140 se envía hacia el tanque CT22, y de ahí a los tanques de contacto.

El cono del sedimentador 111, la pulpa espesada con una densidad entre 1050 – 1080 g/L se envía hacia el Tanque 04, y de ahí es filtrado en un filtro prensa.

El sulfuro de níquel más cobalto húmedo, que se descarga de la prensa, es trasladado a la nave de secado, la que está dividida en 9 zonas: A, B, C, D, E, F, G, H, I, donde se

mantiene hasta lograr un humedad menor de 10 %. El secado se produce por las características de piroforismo que posee el sulfuro, el que al ponerse en contacto con el aire se incendia, aportando el calor para su secado.

La prensa instalada actualmente, opera por ciclos, cada uno de los cuales consta de las siguientes operaciones: filtración, secado con aire, lavado con agua y limpieza.

Actualmente se ejecutan 2 ó 3 ciclos por día.

O sea el tratamiento se realiza al licor producto y al procedente de la segunda etapa de lixiviación, a los cuales se le inyecta hidrogenosulfuro de amonio para la precipitación del níquel y el cobalto en forma de sulfuros. Esta operación se efectúa después que ambos licores son tratados con un sulfuro mixto de níquel más cobalto de recirculación, llamado semilla.

#### **2.4 Métodos de muestreo del sulfuro de níquel más cobalto (NC 608:2011)**

El muestreo se realizará de acuerdo con lo establecido en la norma cubana NC 608:2011, se muestra en forma de flujograma (Anexo 6 figura 2)

El procedimiento que se describe a continuación, El Lote de sulfuro de níquel más cobalto está conformado por 20 big bag, con un peso neto de 1000 Kg.

El muestreo se realiza de la siguiente forma:

- Se separa el Lote en 4 grupos de 4 big bag cada uno.
  - Las muestras se toman en el centro y los extremos de las diagonales del cuadro de los 5 big bag que conforman cada grupo, destapando cada envase a través del tubo central de la cajuela y se introduce la barrena en la masa de sulfuro, haciendo girar la misma con un taladro eléctrico, tomando la precaución de que no toque el fondo. La barrena se sacará girando, lo cual facilitará la recogida de la muestra en la cajuela.
  - Las muestras obtenidas en la cajuela, de aproximadamente 5 – 7 Kg, se depositan en una bolsa de polipropileno homogeneizándose durante 2 – 3 minutos.
  - Mediante 2 divisiones sucesivas en un divisor, se obtiene una muestra de 1 – 2 Kg aproximadamente



- La muestra obtenida en de cada grupo (4 en total), se une en una bolsa de polipropileno para formar una muestra bruta del Lote de 4 – 10 Kg de muestra, la que se homogeniza durante 2 – 3 minutos.
- La muestra homogenizada se divide en un divisor, obteniendo una nueva muestra de 2 – 5 Kg de peso, que se hecha en una bolsa de polipropileno.
- De esta muestra se toman aproximadamente 100 g para determinar el contenido de amoníaco, depositándose en un frasco hermético.
- A la muestra que queda en la bolsa, se le extrae el máximo de aire, y se cierra para que no exista contaminación, identificándose con el número del lote, fecha de muestreo y se traslada para el laboratorio.
- De la muestra se toman 3 porciones de 200 g aproximadamente para determinar humedad. Las muestras secas se unen para el análisis químico.
- La muestra seca se pulveriza en un molino o manualmente, y se pasa a través de un tamiz de 0,149 mm, y se homogeniza durante 20 minutos.
- De la muestra homogenizada se toman 100 g para análisis químico, 100 g para la muestra testigo y 100 g para la muestra de concordancia entregada al cliente. Todas son envasadas en frascos herméticos y se colocan nuevamente en la estufa de vacío, manteniendo atmósfera inerte a una temperatura de  $65 \pm 5$  °C y un vacío de 300 mm de Hg, por espacio de 3 horas.

Para la toma de la muestra del Lote, se deben tomar las siguientes medidas:

- Usar respiradero, guante y traje para evitar el contacto directo con el material.
- Ver que no esté lloviendo ni este nublado para que no se moje la muestra.
- Evitar que la barrena llegue hasta el fondo que pueda dañar el big bag.
- Tratar de sacar la cantidad de muestra necesaria en cada incremento.
- Evitar que se derrame fuera de la bolsa plástica, y que el mismo no esté mojado ni sucio.
- Homogenizar la muestra el tiempo necesario.
- Evitar que se contamine la muestra.
- Cuartear manualmente tantas veces sea necesario hasta obtener la cantidad de muestra representativa

- Trasladar al laboratorio en el menor tiempo posible para evitar que adhiera humedad.
- Cerrar bien la bolsa plástica para evitar la entrada de aire para que no cree humedad.

## **2.5 Descripción de reactivos, equipos, materiales y procedimientos (NC 638:2011)**

### **2.5.1 Equipos**

A continuación se hace referencia a los equipos que se utilizaron:

- Espectrómetro de Absorción Atómica modelo Unicam 929.
- Balanza analítica de precisión capaz de determinar masa con la aproximación de 0,000 2 g, calibrada periódicamente con pesas trazables.
- Balanza técnica. Denver Instrument XP-600 Max 600 g  $\pm$  d= 0,02 g.
- Planchas calefactora con regulación de temperatura para la digestión Ceraan 500 rango 0- 500 °C.
- Balanza digital con una resolución de 00.01g a 0.1 g.
- Estufa eléctrica de vacío.
- Desecadora con sílica gel

### **2.5.2 Reactivos y materiales**

- Beaker de 250 mL.
- Vidrio de reloj.
- Espátula para pesar.
- Capsula para pesar.
- Pincel para limpiar restos de muestra.
- Pinza para vaso de precipitado.
- Probeta 25 mL.
- Pipetas de 5 mL, 10 mL, 15 mL, 25 mL y 50 mL de capacidad.
- Bureta de 25,0 mL de capacidad, división de escala (0,05 mL).
- Papel de filtro.
- Frasco lavador.
- Desecadora de vidrio, con agente desecante.
- Embudo.

- Frasco volumétrico de 50 mL, 250 mL, 500 mL, y 1000 mL de capacidad
- Crisoles de vidrio de fondo fritado, porosidad media No. 3
- Crisol de platino, capacidad (30 a 50) mL
- Hidróxido de amonio  $\rho_{20}$  (de 0,89 a 0,91) g/ml
- Piro sulfato de potasio (p.a)
- Solución de dimetilglioxima, 1,45 %, en medio básico (NaOH)
- Solución de ácido cítrico o ácido tartárico (250 g/l)
- Mezcla de  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$  (1: 3)- (proc solu).
- Soluciones patrones de 1000 mg/L de níquel, cobalto, hierro.
- Agua destilada.
- Capsula de aluminio.
- Ácido bórico. Calidad P.A.
- Ácido clorhídrico, solución 5 mol/L.
- Ácido nítrico, solución 5 mol/L.
- Piro sulfato de potasio (p.a)

### **2.5.3 Descripción de los métodos de análisis químicos**

Los métodos de ensayo que se utilizan para caracterizar el producto son los establecidos por la Norma Cubana (NC 638:2011) y aparecen descritos a continuación.

#### **2.5.3.1 Determinación de níquel. Método gravimétrico.**

##### **Procedimiento**

La determinación del contenido de níquel se realiza según el procedimiento descrito a continuación.

- Pese de (0,09 a 1,1) g  $\pm$  0,002 g de la muestra de laboratorio.
- Transfiera a un vaso de precipitado de 400 mL y añada 15 mL de ácido clorhídrico, 10 mL de ácido nítrico y 10 mL de ácido perclórico.
- Cubra el vaso con un vidrio reloj. Caliente en una placa calefactora para la disminución del volumen hasta aproximadamente 5 mL. Retire del calor y deje enfriar.
- Aumente el volumen con agua destilada hasta 100 mL. Añada 10 mL de ácido clorhídrico caliente hasta disolver las sales.
- Enrase con agua y homogenice.

- Tome una porción alícuota de 50 mL en un vaso de precipitado con capacidad para 400 mL. Reserve la solución contenida en el frasco volumétrico de 500 mL para la determinación de cobalto, cobre, hierro, zinc, manganeso, óxido de magnesio y óxido de calcio).
- Aumente el volumen con agua destilada hasta 150 mL, añada 25 mL de la solución de ácido cítrico o ácido tartárico y añada hidróxido de amonio o ácido clorhídrico hasta obtener pH 7.
- Caliente aproximadamente a 70 °C. Añada con agitación moderada, 25 mL de la solución de dimetilglioxima. Cubra el vaso de precipitado con un vidrio de reloj. Deje el precipitado en reposo durante 1 h.
- Filtre empleando sistema de vacío la solución que contiene el precipitado, a través de un crisol de vidrio, previamente secado y pesado. Lave el precipitado varias veces con agua caliente neutra.
- Coloque en una estufa a una temperatura de  $(105 \pm 2)$  °C por espacio de 1 h. Enfríe en desecadora y pese.

### **Cálculos**

El contenido expresado como % de Níquel se calcula empleando la siguiente fórmula:

$$\%Ni = \frac{(m1 - m2) * 20.32}{m} \quad (2.1)$$

Donde:

$m$  - masa de la porción de ensayo en la porción alícuota.

$m_1$  - masa del crisol más el precipitado en g

$m_2$  - masa del crisol en g

20,32 - factor gravimétrico x 100

Los resultados son aproximados hasta la centésima.

### **2.5.3.2 Método de determinación de amoníaco por valoración con ácido clorhídrico previa destilación.**

#### **Procedimiento**

- En un erlenmeyer con capacidad para 500 mL, añada 100 mL de solución de ácido bórico y 3 gotas de metil naranja.
- Coloque la parte inferior de la salida del condensador en el seno de la solución.

- Pese aproximadamente 5,0 g ± 0,000 2 g de la muestra húmeda en un frasco Kjeldahl.
- Añada 250 mL de agua destilada, 15 mL de la solución de hidróxido de sodio o potasio y conecte inmediatamente el equipo de destilación.
- Destile hasta que se colecten de 100 a 150 mL en el erlenmeyer. Desconecte el calentador e inmediatamente retire el erlenmeyer del destilador.
- Valore la solución contenida en el erlenmeyer con la solución de ácido clorhídrico hasta viraje del indicador de amarillo a rojo salmón.

### **Cálculos**

El contenido de amoníaco expresado como porciento se calcula mediante la siguiente expresión:

$$\%NH_3 = \frac{V * C * 0.017 * 100}{m} \quad (2.2)$$

Donde:

V - volumen de la solución valorada de HCl expresada en mL.

C - concentración de la solución normal equivalente de HCl (mol/L).

m - masa de la porción de ensayo expresada en g.

0,017 - mili equivalente químico del amoníaco.

Los resultados se dan aproximados hasta la centésima.

### **2.5.3.3 Determinación de contenidos de hierro y cobalto.**

Los contenidos de cobalto e hierro se determinan empleando el método de espectrofotometría de absorción atómica

### **Procedimiento**

La porción de ensayo se disuelve con una mezcla de ácido clorhídrico, nítrico y perclórico. Las sales resultantes son removidas por adición de solución de ácido clorhídrico (1:1). El contenido de cada elemento es determinado mediante la absorción de la longitud de onda emitida por las lámparas de cátodo hueco respectiva a cada elemento, utilizando llama aire/acetileno.

### **Cálculos**

El contenido de cobalto y hierro, expresado como porciento se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$\%(Co, Fe) = \frac{A * B * E}{C * D * 10^5} * 100 \quad (2.3)$$

A - concentración del elemento encontrada en la porción de ensayo (mg/L)

B - volumen inicial de enrase en mL

C - peso de la muestra en g

D - alícuotas tomadas en mL

E - volumen final de enrase en mL

Todos los resultados se aproximarán hasta la milésima, excepto el cobalto que se aproximará hasta la centésima.

### **2.5.3.4 Determinación gravimétrica de humedad. (NC 636:2011)**

#### **Fundamento del método**

La muestra de ensayo se seca en atmósfera inerte para evitar la oxidación y, a una temperatura baja, para evitar la descomposición, empleándose una estufa de vacío.

#### **Equipos, utensilios e instrumentos de medición**

- 1- Balanza digital con una resolución de 00.01g a 0.1 g.
- 2- Estufa eléctrica de vacío.
- 3- Desecadora con sílica gel.

#### **Procedimiento**

De la muestra de ensayo homogenizada pese 200 g por triplicado (véase NC 608 “Minerales. Sulfuro níquel y sulfuro de níquel y cobalto. Muestreo”) con una aproximación de 0.1 g. Seque en la estufa a una temperatura de  $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  y aplique vacío en atmósfera inerte. Para ello, abra la válvula de vacío hasta que el manómetro marque 39,996 kPa (300 mm de Hg), cierre la válvula de vacío y abra la de gas inerte hasta que el manómetro marque cero, cierre esta válvula y vuelva abrir la de vacío. Repita esta operación cada vez que se abra la estufa.

- Deje la muestra en la estufa hasta masa constante.

- Una vez transcurrido el tiempo de secado deje enfriar en una desecadora.

#### **Cálculos del contenido de la humedad**

El contenido de humedad expresado en % se calcula por la fórmula siguiente:

$$\% \text{H}_2\text{O} = (m - m_1) / m * 100 \quad (2.4)$$

Donde:

m: masa de muestra de ensayo húmeda en g.

m<sub>1</sub>: masa de muestra después de seca en g.

## **Aproximación de los resultados**

Los resultados se dan aproximados hasta la centésima

## **Respetabilidad y reproducibilidad**

Las variaciones permisibles en la determinación de la humedad por el método gravimétrico se establecen en la tabla 2.6.

Tabla 2.6 Variaciones permisibles en los contenidos de humedad

Contenido de humedad (%)		Variación permisible en valor absoluto (%)	
Desde	Hasta	Repetibilidad	Reproducibilidad
5,00	10,00	0,10	0,20
10,01	20,00	0,20	0,30
20,01	30,00	0,30	0,45

## **2.6 Procedimiento para análisis de los factores que inciden en el Incumplimiento de la norma de calidad**

Para realizar el análisis de los factores que inciden en el incumplimiento de la norma de calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto, se toma una data de valores, a partir de los reportes diarios de operaciones de la precipitación de los licores de primera (la cantidad correspondiente al licor producto) y de la segunda etapa de lixiviación, para conocer los contenidos de níquel, cobalto, amoníaco en los licores, además del cálculo del porcentaje de precipitación de ambos componentes para las dos etapas. En esta se incluye el porcentaje y la densidad de la semilla utilizada en cada caso.

Se tomaron también los contenidos de níquel, cobalto, hierro y el sulfuro precipitado, del muestreo realizado del cono de los sedimentadores 201B y 111, promediándose por mes dentro del período analizado. Además se partió de la información de calidad de los lotes conformados de producción terminada y lista para vender, una vez que cumpla con los requerimientos de calidad, en cuanto a los contenidos de níquel, cobalto, hierro, y amoníaco.

Para el procesamiento de esa información, se utilizó el Excel, con las posibilidades que da el mismo de cálculos de promedios, máximos, mínimos y desviación Standard.

## **2.7 Medidas a tomar para prevenir una crisis de sedimentación**

- Mantener la homogeneización del mineral desde las minas hasta los silos
- Controlar una vez al día la velocidad de sedimentación de los minerales que se alimentan a los hornos de reducción, debe ser  $V_{sed} > 0.4 \text{ m / h}$ .
- No sobrepasar los niveles límites establecidos de alimentación de mineral.
- No acumular sólidos en la planta de Lixiviación (Se logra trabajando por balance y resolviendo de inmediato los problemas de bombeo).
- Dar seguimiento constante a los parámetros que se conoce que tienen influencia en los problemas de sedimentación.
- Efectuar chequeos periódicos del funcionamiento de los electroimanes en todas las etapas, esto es de gran importancia debido a la existencia de bombas centrifugas que desfloculan las pulpas.
- La reducción del mineral no debe ocurrir en los valores extremos.
- Trabajar la planta por balance tanto en los flujos de licor producto, como de pulpas.

## **2.8 Procedimiento para el repulpeo del sulfuro mixto de níquel más cobalto a filtrar. Para períodos de licores con alto contenido de amoníaco**

La pulpa a filtrar, procedente del fondo del sedimentador 111, se repulpea con agua, a un 50 % aproximadamente de la cantidad bombeada para realizar una carga al filtro, con lo que se logra disminuir la concentración de  $\text{NH}_3$  a valores de 40 – 45 g/L, disminuyendo el contenido de amoníaco en el sulfuro seco, cumpliéndose con la norma para este componente en los Lotes a ser vendidos,

Para la realización de esta operación se dispone de un tanque con capacidad de 140  $\text{m}^3$ , existente en el área de filtración, hacia donde se bombearían aproximadamente 60  $\text{m}^3$  de pulpa de sulfuro del fondo del sedimentador 111, sedimentador de la precipitación de los licores de 2da etapa, con una densidad entre 1060 – 1080 g/L, se le añade agua hasta completar 120  $\text{m}^3$ , se agita la pulpa por espacio de 20 minutos y se procede a la filtración.

El sulfuro filtrado sigue el mismo procedimiento para su secado y envase.



## **2.9 Conclusiones parciales**

- 1- Se caracterizó el sulfuro mixto de níquel y cobalto según lo establecido por las normas Cubana NC:607: 2008
- 2- Se seleccionó la muestra para la realización del estudio. Resultados de los lotes de la muestra de níquel y cobalto mixto desde enero del 2011 hasta mayo del 2012
- 3- Se definieron los principales métodos del muestreo y ensayo para los diferentes elementos contenidos en el sulfuro.

## **CAPÍTULO 3 ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS**

El objetivo del presente capítulo es determinar los factores que inciden en el incumplimiento de la calidad del sulfuro, donde se proponen acciones a tomar para mantener en norma los parámetros en los distintos procesos y se hace una valoración económica de las diferentes fuentes de pérdidas.

### **3.3 Análisis sobre las características del sulfuro mixto de níquel más cobalto**

Para el desarrollo de la investigación se utilizó el sulfuro mixto de níquel más cobalto obtenido a partir de los licores de la primera y segunda etapa del proceso de lixiviación, cuya calidad como producto final, se controla por la NC 607:2008, los contenidos de las especies químicas según la misma aparecen en la tabla 1, epígrafe 2.1. Sin embargo, parte del producto final que se obtiene en la empresa, no cumple con la norma de calidad en algunos aspectos, como se muestra en la tabla 2.2, epígrafe 2.1, o sea el contenido de hierro, como máximo debe ser de un 3 % y alcanza valores hasta 4,29, por su parte las concentraciones de amoníaco oscilan entre 1,63 - 5,79, superando la norma que considera ésta permisible hasta un 4 %, en cuanto a la relación Ni/Co, la misma no cumple con lo establecido ya que los contenidos de níquel se exceden en 2,5 %, mientras que el cobalto está muy por encima del 6%, señalado por la norma de calidad.

### **3.2 Análisis de los factores que inciden en el incumplimiento de la calidad del sulfuro mixto de níquel y cobalto**

#### **3.2. 1 Selección de la muestra de estudio y su análisis**

Como se plantea en el epígrafe 2.2, se seleccionó el período de evaluación, desde el año 2008 hasta el presente, para lo cual se tuvo en cuenta el comportamiento de la producción en cuanto a las variaciones que experimentó el producto final, durante ese tiempo, luego se seleccionó una muestra representativa de 17 meses, comprendidos de enero del 2011 hasta mayo del 2012, de acuerdo al comportamiento promedio

mantenido por los sulfuros mixtos durante la explotación de la planta lo cual se muestra en la tabla 2.3 del epígrafe 2.2.

El total de lotes fuera de especificación entre 2008 y 2010, representa como promedio un 17 %, para el período desde el 2011 hasta mayo del 2012, equivale a un 12 %, por lo que se considera representativo este periodo para realizar el análisis de los factores que inciden en la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto.

En la tabla 2.4, del epígrafe 2.2, se señala que se reprocesaron 8 lotes que incumplen con la norma de calidad, referente a los contenidos de amoníaco, hierro y cobalto, del total de 235 Lotes de producto final.

Los licores provenientes de la instalación de lixiviación, como muestra la tabla 2.5 del epígrafe 2.2, contienen además de los componentes fundamentales, o sea níquel y cobalto, una cantidad determinada de impurezas, las cuales se distribuyen entre el licor y el sulfuro precipitado durante las pruebas con separación de cobalto, excepto el cobre. Este último pasa prácticamente completo al producto precipitado, por su parte, el hierro y el zinc se distribuyen entre las fases sólidas y líquidas, el magnesio y la sílice generalmente se quedan en el licor, lo mismo ocurre con los derivados de los compuestos tio y polisulfuros. Otro fenómeno que se observa es el incremento del contenido de azufre en forma de sulfato debido a la oxidación de una parte del sulfuro mixto.

Para realizar el análisis de los factores que inciden en el incumplimiento de la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto, se partió de los datos estadísticos del muestreo realizado del cono de los sedimentadores de la precipitación de los licores de la 1ra y 2da etapa, 201B y 111.

El muestreo se realiza de acuerdo a lo establecido en la norma cubana NC 608:2011 como se explica en el epígrafe 2.4 y se muestra en la figura 2.2 del mismo.

Para realizar el estudio se seleccionaron las especies que mayor incidencia tienen en el incumplimiento de la norma de calidad establecida como son: el níquel, cobalto, hierro y amoníaco, respecto al último, en la figura 3.1 se observa que este se mantiene por encima del 4 % en una gran parte de los 17 meses. Los contenidos del resto de las especies, como el cinc, cobre, manganeso, dióxido de silicio y óxido de calcio, por lo general se mantienen en el rango adecuado, según se observa en la figura 3.1, si se

compara con los valores establecidos NC 608:2008. El manganeso tiene un alza en los meses de septiembre del 2011, febrero y marzo del 2012, atribuido a problemas operacionales, aunque se mantiene en el rango adecuado.

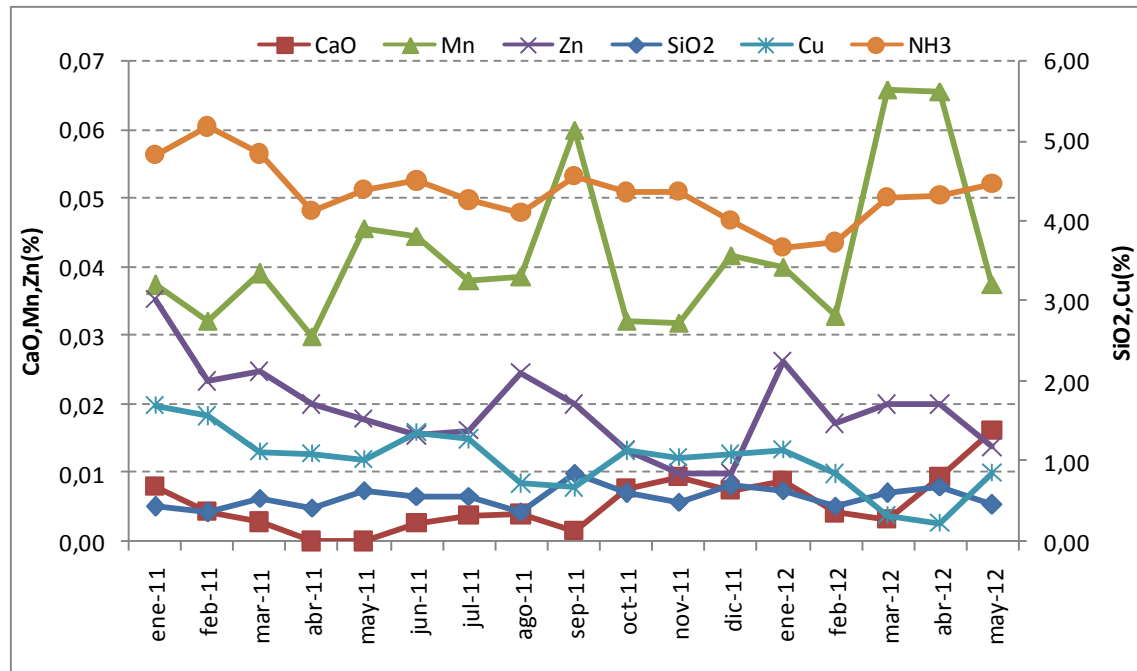


Figura 3.1 Comportamiento de los contenidos en el sulfuro mixto de níquel más cobalto.

### 3.2.2 Análisis del contenido de níquel y cobalto en los licores a precipitar.

#### Relación Ni/Co en el sulfuro.

El periodo analizado se caracterizó por bajos niveles productivos, con un promedio de 3500 t/d de mineral alimentado a los hornos de reducción, en un esquema diseñado para procesar más de 4500 t/d, bajo contenido de amoníaco en el perfil de los sedimentadores del esquema de lixiviación, por lo que los resultados de la eficiencia de la lixiviación fueron bajos, con promedios de 72,51 y 25,4 % de extracción total para el níquel y cobalto, respectivamente. Esto trae aparejado un contenido de níquel alrededor de 7,6 g/L y de cobalto de 0,268 g/L, en los rebosos de los sedimentadores, que aportan los licores de 1<sup>ra</sup> y 2<sup>da</sup> etapa de lixiviación que van al proceso de precipitación. En la tabla 1 del anexo 1 y en la figura 3.2 se muestran los promedios mensuales de eficiencia.

En los licores de partida, la concentración de níquel varía en un rango de 6,99 hasta 8,27 g/L, por lo que puede asegurarse un comportamiento similar al planteado por /Kasavin y col, 1971/, como se muestra en la tabla 2 del anexo 2, para una relación Ni/Co entre 22,5 y 36,07.

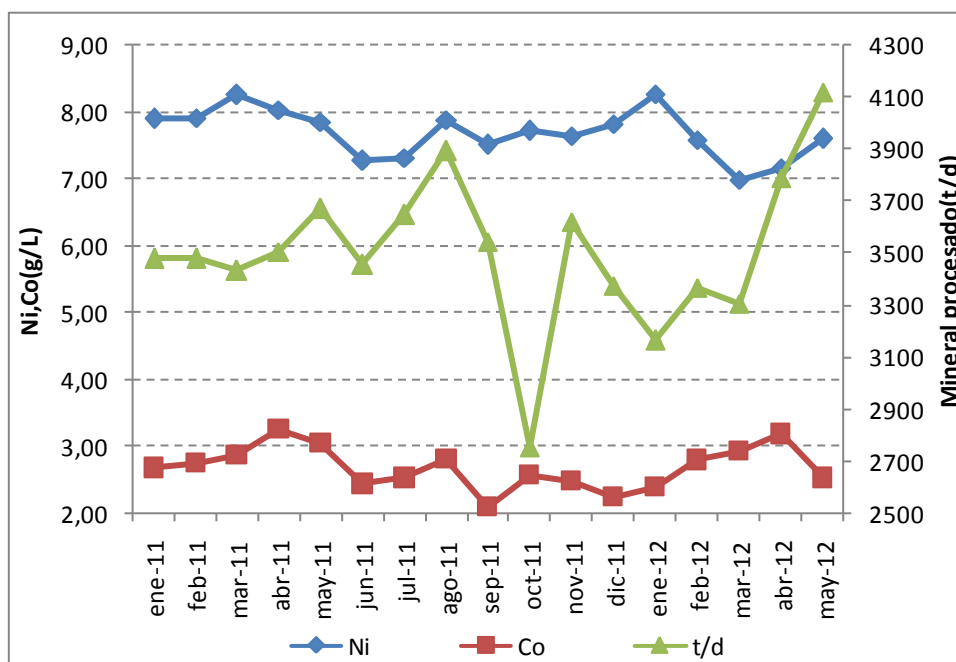


Figura 3.2 Comportamiento de la concentración de níquel y cobalto (g/L) en el licor de primera etapa de lixiviación respecto al mineral procesado (t/d)

Los promedios mensuales de los contenidos de elementos en los lotes de sulfuro mixto de níquel más cobalto aparecen en la tabla 4 del anexo 4. En esta se observa que en los meses de septiembre, diciembre del 2011 y enero del 2012 el contenido de cobalto es bajo, de 6,32, 6,50 y 6,40 %, respectivamente, aunque se cumple con el valor de la norma de 6,0 % como mínimo. Estos meses se caracterizan por concentraciones de cobalto por debajo de la norma en el licor de primera etapa de lixiviación que va a la precipitación, lo cual influye negativamente en el proceso, obteniéndose un sulfuro de níquel más cobalto con una relación Ni/Co, por encima de 3,0. En enero del 2012 se reprocesan 3 lotes ya que presentan contenidos de cobalto menores de 6 %. El estudio mencionado se realizó al licor de partida, y al reboso de los sedimentadores de primera etapa de lixiviación, desde finales de diciembre hasta mediados de febrero.

El análisis de la precipitación, se repitió en las instalaciones de la segunda etapa por avería del sedimentador 201B. Durante ese período, el sulfuro obtenido presenta los

mayores contenidos de níquel, de 22,14 % como promedio, y por tanto las mayores relaciones Ni/Co, con valores de 3,09, 3,44 y 3,10. El reproceso de los lotes consistió en la mezcla con producciones de un alto contenido de cobalto, a fin de lograr más de 6,0 %, valor que aparece en la norma de calidad. En general, el sulfuro mixto de níquel más cobalto obtenido presenta una relación Ni/Co, con un valor promedio de 2,46, fundamentalmente por bajo contenido de cobalto. En la precipitación del sulfuro partiendo de los licores de la primera etapa de lixiviación la precipitación de níquel, presenta valores promedio de 10,0 %, que influye en la cantidad de níquel que va a la destilación, con la consiguiente afectación económica a la empresa. Los resultados obtenidos son similares a los alcanzados por otros autores /Herrera, y Kasavin, 1971/.

### **3.2.3 Análisis del contenido de hierro en el sulfuro precipitado.**

En la figura 3.3, se muestran los promedios mensuales del contenido de hierro en las muestras tomadas en el cono de los sedimentadores del sulfuro obtenido en la precipitación durante el período analizado. En la misma, se observan valores por encima de un 3 %, que es el requerimiento de la norma para el producto final. En el mes de mayo, se recirculó en la segunda etapa, un sulfuro mixto procedente de la primera etapa con un contenido de hierro de 4,0 %, por esa causa se observó un incremento de las concentraciones de hasta un 5 %. Para los meses de agosto, septiembre y diciembre, el sulfuro mixto utilizado como semilla presentaba un contenido de hierro por debajo de un 3,0 %, lo que provocó un incremento en la segunda etapa en 3,2, 1,7 y 1,3 %, respectivamente. En el mes de enero del 2012 se averió el sedimentador 111 de segunda etapa, por lo que se realizó la precipitación en los licores de primera etapa solamente.

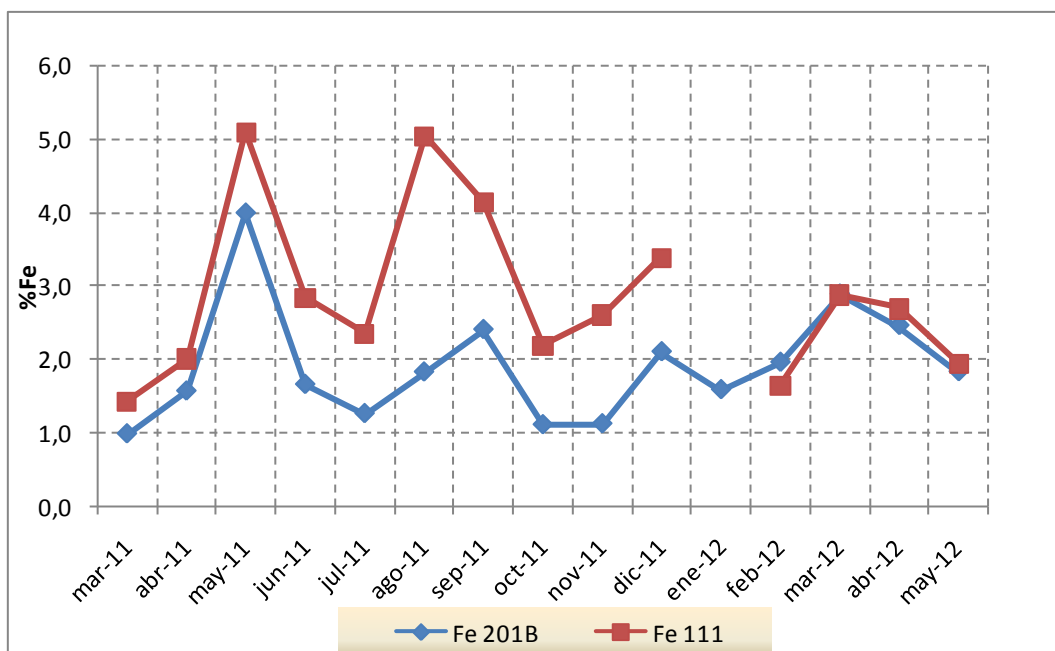


Figura 3.3 Resultados promedios mensuales del contenido de hierro.

Cuando se analiza la información de operación de la planta de lixiviación y lavado del mes de mayo del 2012, se observa la presencia de sólidos en el transversal de los sedimentadores, provocados por 4 paros totales de la pulpa del último sedimentador de lixiviación, 226C, enviada hacia la destilación y 13 paros parciales, con un total de 54 horas afectadas, sin disminución de la alimentación a la planta de lixiviación, y 71 cierres de conos ( interrupción del bombeo) de sedimentadores por salideros en las líneas, lo que provocó la acumulación de sólidos en el transversal, llegando al reboso de los mismos, pasando de una etapa a otra, incrementándose en los primeros sedimentadores de lixiviación, 104D, 110D, 116D y 201C, que son los que aportan el licor para la precipitación de los valores metálicos níquel y cobalto, es decir se provoca una crisis de sedimentación al no extraer del sistema el sólido alimentado con la periodicidad requerida.

En la figura 3.4 se observa un incremento de la cantidad de sólidos en el transversal en los primeros días del mes de mayo. Aún para los días en que aparecen algunos sedimentadores, 104D, por ejemplo, empieza el mes con el transversal limpio, se incrementa la cantidad de sólidos, al estar recibiendo una pulpa de contacto formada

con licor de segunda etapa con un alto contenido de sólidos, ya que estos se presentaron en 5 ocasiones con su transversal sucio hasta el reboso.

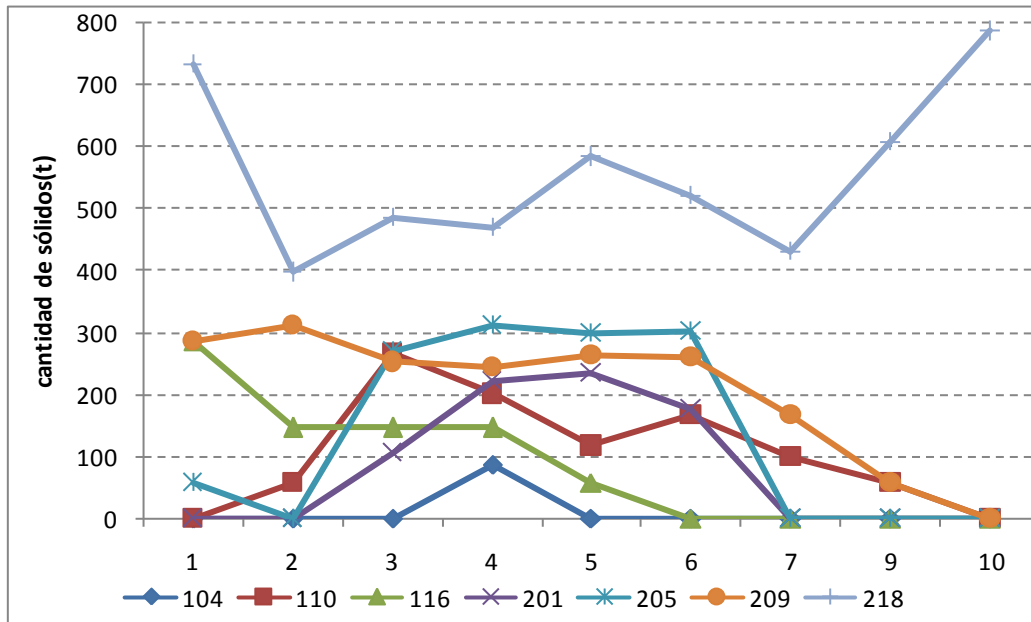


Figura 3.4 Comportamiento de los sólidos (t) en el transversal de los primeros sedimentadores.

Esta situación afectó la calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto precipitado, siendo necesario el reproceso del 41,4 % de la producción correspondiente a dicho mes.

Como norma se establece que el contenido de sólidos en suspensión (ppm) en los licores de 1ra y 2da etapas de lixiviación que se envían a la precipitación debe ser menor de 100 ppm.

Cuando se obtiene un sulfuro mixto de níquel más cobalto con un alto contenido de hierro, se procede de la siguiente forma:

- Se sitúa en zonas conocidas de la nave de secado, para su posterior mezcla con un sulfuro con un contenido de hierro, por debajo de 2 %, en proporción tal que no exceda el valor normado de un 3,0 %.
- Si el valor del contenido de hierro está por encima de 6 %, se reincorpora al proceso, no se pierden los valores metálicos, pero si se pierde la producción del producto como tal.



En agosto y septiembre se repiten de nuevo las afectaciones al bombeo de pulpa del último sedimentador de la planta, 226C, hacia la planta de recuperación de amoníaco y se provoca de nuevo la acumulación de sólidos en el transverso de los sedimentadores. En el primer mes suman más de 57 horas de paro total y aproximadamente 21 horas de trabajo con un solo alambique de cola debido a problemas que tuvo dicha planta con las líneas de las bombas y el suministro de vapor y para el segundo mes, se presentaron un total de 31 horas de paro total y 18 horas de paro parcial, por lo que se regula la extracción de cola del sistema de lixiviación. Todo esto provocó alto balance en la planta y la acumulación de transversos en los sedimentadores por lo que hubo que operar con bajas densidades en los conos, y con bajo flujo de agua a las torres, lo que conllevó al reproceso de un 17,5 y 15,6 % de la producción obtenida del sulfuro mixto, respectivamente.

En diciembre se paralizó totalmente el bombeo de la pulpa del fondo del Sedimentador 226C, ultimo del esquema de lixiviación, hacia la destilación en 11 ocasiones perdiéndose por esta causa 54 h de operación y parcialmente 12 veces para un total de 48 h al mes, en este caso fue necesario el reproceso del 5,8 % de la producción obtenida en el mes.

En el análisis realizado sobre la contaminación del sulfuro mixto de níquel más cobalto en el mes de agosto del 2009, /Díaz A.2009/ estableció como las causas de la misma:

- Un incremento hasta 236 ppm de los sólidos en suspensión en los licores que se envían a la precipitación.
- Deficiente floculación química y magnética de las pulpas de la primera y segunda etapas de lixiviación, que aportan los licores al proceso de precipitación.

Por su parte en el mes de diciembre del 2010 /García, 2010/, establece como causas de la contaminación del sulfuro mixto de níquel más cobalto, el incremento del contenido de hierro hasta valores de 16,4 y 11,5 %, debido al arrastre de sólidos del fondo del tanque de almacenaje de licor a la precipitación, por mantenerse trabajando más de 11 horas con un nivel de 0,3 m, por debajo de la norma de trabajo que establece un nivel mínimo para dichos tanques de 1 m. Para evitar algunos de los incumplimientos de la norma de calidad en lo concerniente a los sólidos en suspensión,

se proponen medidas para evitar las crisis de sedimentación, las cuales se exponen a continuación.

#### **3.2.3.1 Análisis para prevenir la crisis de sedimentación**

En el análisis realizado se comprueba que se violan algunas de las medidas planteadas, entre las que se encuentran, evitar la acumulación de sólidos y trabajar la planta por balance, tanto para los flujos de licores, como de las pulpas.

El control diario de la limpieza de los licores se lleva a cabo tomando muestras Spot en el reboso de los sedimentadores, a los que se les determina el contenido de sólidos en suspensión (ppm), por el método de comparación. Los resultados aparecen en las tablas 2 anexo 2 y 3 del anexo 3. Para mantener la misma y lograr menos de 100 ppm en el contenido de sólidos en suspensión, se añade floculante en la línea de pulpa diluida a la entrada de los sedimentadores. En esta adición se priorizan los de la primera y segunda etapas, que son los que aportan el licor para la precipitación, como se ha dicho anteriormente. El floculante utilizado es el Piciz 7010, el que dio mejores resultados en pruebas realizadas a escala de laboratorio, comparado con otros floculantes probados anteriormente en cuanto a la limpieza de los licores, el aumento de la velocidad de sedimentación y densificación de las pulpas, además de disponer de un suministro estable. La solución de floculante se obtiene en la instalación de preparación automática y dosificación del mismo a una concentración de 1 g/L. No es posible diluir más la solución debido a que los rotámetros de agua de la instalación están sobre diseñados.

#### **3.2.4 Análisis de los contenidos de $\text{NH}_3$ en el sulfuro seco y envasado.**

Según los requerimientos para el contenido de  $\text{NH}_3$  en las Normas de calidad del producto, NC- 607 del 2008, este no debe ser mayor de 4,0 %. La transportación de este producto, que se realiza en barcos tiene sus requerimientos de contenido de amoníaco a valores por debajo de 5,2 %. Es decir, el cliente acepta producciones de sulfuro mixto de níquel más cobalto con contenidos de amoníaco hasta el valor mencionado. Cuando se incumple con este indicador, el sulfuro mixto debe reprocesarse, mezclándolo con otro que posea un contenido de amoníaco por debajo de 4 %. Este reproceso aumenta las pérdidas por manipulación, que se asumen están entre un 4 – 5 %.

Las características de los lotes de los sulfuros mixto de níquel más cobalto, como promedios mensuales aparecen en la tabla 4 del anexo 4. La operación en los últimos tiempos se ha caracterizado por el bajo inventario de amoníaco en el sistema, provocado por las bajas concentraciones en los sedimentadores, con un promedio en el período analizado de 58 g/L de amoníaco en la primera etapa de lixiviación. Se observa que en casi todos los meses, el contenido de amoníaco en el sulfuro producido está por encima de 4,0 %, solo en el mes de enero y febrero del 2012, se presentan valores inferiores, a 3,67 y 3,73 %, para un bajo contenido de amoníaco en primera etapa de lixiviación, de 48 g/L, lo que se muestra en la figura 3.5.

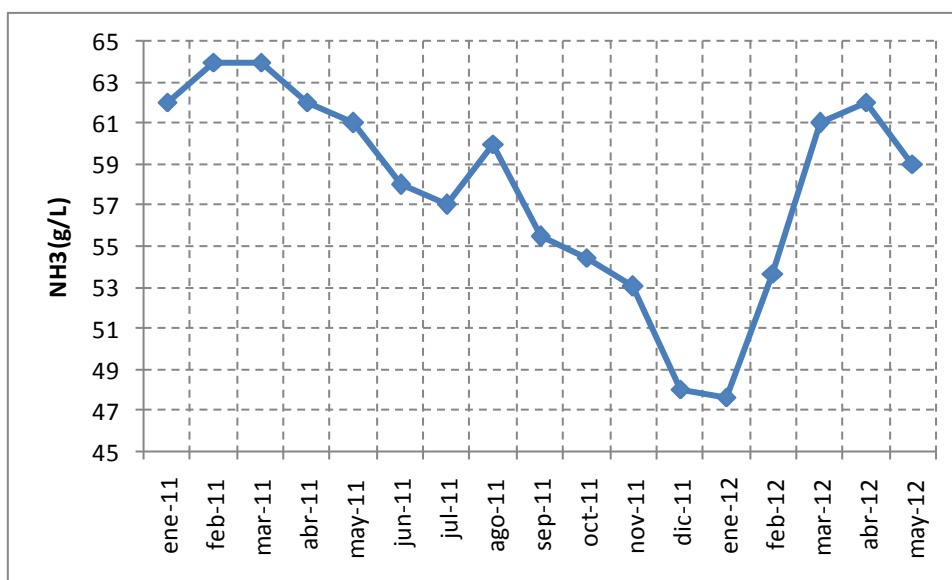


Figura 3.5 Comportamiento de la concentración del amoníaco en los sedimentadores de primera etapa de lixiviación.

El contenido de amoníaco en el sulfuro mixto y en los licores procesados en la precipitación están ligados. En pruebas realizadas /Rodríguez. 1995/ esparciendo el sulfuro en un área de 400 m<sup>2</sup> a la intemperie, se evaluó el proceso de secado y la capacidad que tiene el sulfuro mixto de níquel más cobalto de absorber oxígeno del ambiente para oxidarse a sulfato, ocurriendo una reacción exotérmica, que contribuye al secado del producto, obteniéndose un contenido de amoníaco de 3,06 %, mientras el sulfuro húmedo tenía una humedad de 3,38 %. Es decir, en el proceso de secado no se elimina el contenido de amoníaco presente en el producto precipitado.

A principios del año 2011 se comenzó a recuperar el amoníaco en el sistema, y se logró en el mes de marzo un inventario total de 3044 t, con el perfil mostrado en la figura 3.6. En este mes se obtienen 3 lotes de producto fuera de especificación con altos contenidos de amoníaco, de 5,38, 5,25 y 5,49 % respectivamente.

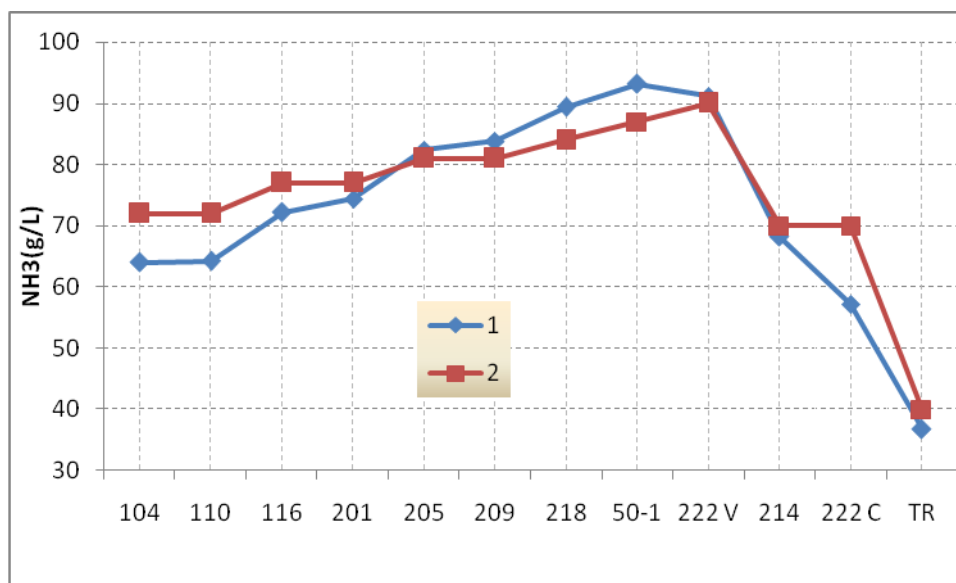


Figura 8 Perfiles de amoníaco logrados en marzo del 2011.

(1) Perfil logrado

(2) Perfil deseado

Aunque el perfil logrado, a base de estabilidad en la operación, y el cumplimiento de una estrategia trazada para el incremento paulatino del inventario de amoníaco en los sedimentadores, está lejos de ser el deseado y necesario para el incremento de la eficiencia de la planta de lixiviación, se lograron resultados importantes, tales como disminuir la diferencia entre el extractable de hornos y el lixiviado y lavado a 1,8 % y el incremento del lixiviado de cobalto a valores de 34.65 %, el mayor valor alcanzado en el período analizado.

El método para el reproceso fue la mezcla de esa producción, con otra que tiene un contenido de amoníaco por debajo de 3,0 %, por lo que hay que caracterizar el sulfuro que se va obteniendo diariamente por zonas, para garantizar la mezcla y el contenido de amoníaco a los valores permisibles.

Aparte de esta variante del reproceso, el mezclado con otra producción con menos contenido de amoníaco, se diseñó un procedimiento para el tratamiento de la pulpa de

sulfuro a filtrar en períodos de alto contenido de amoníaco en los licores, la cual se describe a continuación.

### 3.2.5 Prueba de repulpeo

Se realizaron 5 pruebas de repulpeo de sulfuro mixto filtrado. Los contenidos promedios, antes y después de las pruebas fueron los mostrados en la tabla 11.

Se debe revisar el aumento del tiempo de filtración, y llevar un control estricto de la densidad de la pulpa a filtrar, para no afectar la capacidad del filtro al procesar una pulpa con muy baja densidad.

Ante la imposibilidad de cumplir con la norma de contenido de amoníaco de un 4,0 %, en el sulfuro mixto precipitado, ya que el 80,23 %, de los lotes en el período analizado incumplen con la misma, se realizó un estudio para el cambio de ésta, aprobándose finalmente un contenido de amoníaco de 5,2 %, valor este aceptado por el cliente.

Tabla 3.1 Resultados de las pruebas de repulpeo de sulfuro mixto filtrado

Muestra		Unidades	Valor
Pulpa inicial	Densidad	g/L	1085
Licor	Ni	g/L	7,33
	NH <sub>3</sub>	g/L	78,3
Pulpa diluida	Densidad	g/L	1038
Licor	Ni	g/L	3,72
	NH <sub>3</sub>	g/L	40,4
Volumen pulpa a filtrar		m <sup>3</sup>	120
Tiempo total de filtración		min	80
Sulfuro seco	Ni	%	16,78
	Co	%	8.89
	NH <sub>3</sub>	%	3.42

### 3.3 VALORACIÓN ECONÓMICA

#### 3.3.1 Cálculo de las pérdidas de níquel y cobalto por el reproceso

8 Lotes de sulfuro mixto, seco y envasado.

Se asume que por cada lote que se reprocesa, se pierde entre un 2 – 3 % de sulfuro mixto de níquel y cobalto.

Tabla 3.2 Cálculo de las perdidas de níquel más cobalto por reproceso

Descripción	U/M	Cantidad
Lotes reprocesados	U	8
Big bag por Lotes	U	20
Peso de sulfuro por bolso	t	1
Pérdidas de sulfuro	%	5
Níquel + Cobalto en Lotes	%	28,06
H <sub>2</sub> O en Sulfuro envasado	%	0,653
Cantidad Níquel + Cobalto	t	2,230
Precio de venta	USD/t Ni+Co	16873,09
<b>Pérdidas</b>	<b>USD</b>	<b>37629,3775</b>

#### 3.3.2 Cálculo de las pérdidas de bolsos por el reproceso

1 Lote de producto envasado está conformado por 20 bolsos.

1 bolso contiene 1 t de sulfuro mixto de níquel y cobalto.

1 Lote contiene 20 t de sulfuro mixto de níquel y cobalto.

Tabla 3.3 Cálculo de las perdidas por bolsos

Descripción	U/M	Cantidad
Cantidad de bolsos	U	20
para 8 Lotes	U	160
Precio de un bolsos	USD/big bag	17,8
<b>Pérdidas</b>	<b>USD</b>	<b>2848</b>

### 3.3.3 Cálculo de las pérdidas por el reproceso del sulfuro mixto por alto contenido de sólidos en el proceso de lixiviación

Tabla 3.4 Cálculos de las pérdidas por alto contenido de sólidos

Meses	U/M	Producción reprocesada	
Mayo	%	41	
Agosto	%	17,5	
Diciembre	%	5,6	
Descripción	Producción	Contenidos	
Sulfuro	t	Ni+Co %	H <sub>2</sub> O %
	49,2	27,5	0,57
	52,5	30,22	0,55
	13,4	26,46	0,84
Total	115,1	28,06	0,65
Cant Ni+Co	t	1,60	
Precio de venta del sulfuro	USD/t Ni+Co	16873,09	
<b>Pérdidas</b>	<b>USD</b>	<b>27078,9499</b>	

### 3.3.4 Cálculo de pérdidas por vender 8 lotes con más de 3 % de hierro

Precio de venta del sulfuro con calidad		USD	16873,09
Precio de venta del sulfuro con alto hierro		USD	15732,6
Lotes vendidos	U	8	
Cant de Ni y Co	t	42,47	
Pérdidas por mala calidad	USD/t Ni+Co	1140,49	
<b>Pérdidas</b>	<b>USD</b>	<b>48438,4533</b>	
<b>Pérdidas totales</b>	<b>USD</b>	<b>115994,781</b>	

Tabla3.5  
Cálculo de las  
perdidas por alto  
hierro

### **3.4 VALORACIÓN AMBIENTAL**

En el proceso de obtención de sulfuro de níquel más cobalto esquema de precipitación, filtración y envase se manipula y obtienen productos que contaminan el medio ambiente y afectan el ecosistema; aumentando los riesgos a los trabajadores y a población aledaña. Como materia prima fundamental en el proceso se utilizan licores amoniacales, los cuales son tratados con el agente precipitante hidrogenosulfuro de amonio, que es un producto tóxico y muy peligroso. El sulfuro de níquel más cobalto durante el proceso de secado se oxida directamente en contacto con el aire, producto de estas reacciones se desprenden gran cantidad de gases tóxicos que contaminan al medio ambiente por lo que afectan tanto a los trabajadores como a la población.

Los derrames de pulpa y licores provocados por problemas operativos también afectan al medio ambiente y al ecosistema.

Debido a esto es necesario que los trabajadores cumplan con las medidas establecidas en las instrucciones por puesto de trabajo y de trabajo peligroso, para prevenir accidentes e incidentes que causen impacto ambientales y socioeconómico. Además en cada puesto de trabajo debe mantenerse el inventario de riesgo actualizado.

### **3.5 Conclusiones del capítulo**

- 1- Se determina los factores que influyen en el incumplimiento de la calidad del sulfuro.
- 2- Se propone las acciones a tomar para mantener en normas los parámetros en los distintos procesos de operación.
- 3- Se realiza una valoración económica donde se analizan las diferentes fuentes de perdidas y su significación económica derivado al fallo de calidad interna.



## **CONCLUSIONES**

Se determinan y evalúa la influencia de los principales factores como: contenidos de hierro, níquel, cobalto y amoníaco, que afectan el cumplimiento de las normas de calidad del sulfuro mixto de níquel más cobalto precipitado a partir de los licores de la primera y segunda etapa de lixiviación.

Se proponen medidas para el control de los parámetros de operación que permitan evitar las crisis de sedimentación y cumplir con las normas de calidad en los sulfuros mixtos de níquel más cobalto precipitado como producto final.

Se realiza una valoración económica sobre las afectaciones de la calidad del producto final.

## **RECOMENDACIONES**

Se recomienda a la planta de lixiviación y lavado:

1. Alcanzar y estabilizar el contenido de níquel en 8 g/L, en el licor de reboso de primera etapa de lixiviación.
2. Cumplir con el reglamento para prevenir y mitigar las crisis de sedimentación.
3. Mantener el flujo de licor producto hacia la planta de recuperación de amoníaco por balance, en función de la cantidad de mineral alimentado, y el contenido de níquel que se quiere en el mismo.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. Blanco, J. 1982. Química Inorgánica. Tomo II. Ediciones ENPES. La Habana.
2. Capote, N. y Blanco, L. 1998. Caracterización química y física química de los sulfuros mixtos. Minería y Geología. Vol. XV. N° I., p.55-58.
3. Capote, N., Fiffe, J. y Acosta, R. 1998. Aspectos de la termodinámica de la precipitación-oxidación de los sulfuros de níquel y cobalto. Minería y Geología. Vol. XV. N° I., p.43-47.
4. Fiffe, J. 1985. Cinética de la disolución del níquel y el cobalto metálicos en soluciones carbonato-amoniacaes. Tesis de Doctorado, Universidad de Oriente. Santiago de Cuba.
5. Garrido, M y M. Slix. 2000. Precipitación de sulfuros a partir de soluciones amoniacaes. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico Moa.
6. Herrera, V. 1964. Reporte técnico del proceso carbonato amoniacal. Empresa René Ramos Latour Nicaro.
7. 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. Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica.
8. Kasavin, J. 1970. Reporte de investigación N° 518. Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica.
9. Lobaina, O. y col. 1994. Reporte técnico. Centro de investigaciones del níquel.
10. 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.

11. Reyes, E y Álvarez, M. 1989. Comportamiento estadístico de la oxidación de cobalto (II) en licores industriales empleando óxido de níquel. Universidad de Oriente.
12. Romero, U. 2008. Evaluación de la influencia de la aireación en la planta de cobalto. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalurgico Moa. [online] [www.ismm.edu.cu](http://www.ismm.edu.cu). [consulta 2013. 21. 1]
13. Samalea, G. 1978. Separación de cobalto en soluciones amoniacales con  $H_2S$ . Minería y Geología, IV (4). [online] [www.ismm.edu.cu/revistamg](http://www.ismm.edu.cu/revistamg). [consulta 2013. 6. 2]
14. Suárez, A. 1998. Análisis del proceso de precipitación de sulfuros a partir de los licores carbonato amoniacales. Tesis en opción a Master en ingeniería de procesos. Universidad de Oriente.
15. Torres, A y L. Corrales. 2000. Aumento de la productividad de la planta de separación de cobalto. Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero M. Moa. [online] [www.ismm.edu.cu](http://www.ismm.edu.cu). [consulta 2013. 6. 2]

## Anexo 1

Tabla 1 Resultados de eficiencia de la Planta de Lixiviación.

	Mineral alimentado				Extr acta ble Ni	Extracciones en Lixiviación %					Dife ren cia %	Amoníaco g/L			Inv NH3 t
	Ni	Fe	Co	t/h	%	1r a	Li x	% Li x	Llav	% LLa v	(Ex t- LL)	1r a	218	222 V	
ene-11	1,08	45,5	0,130	348 0	76,1	68,2	74,3	97,7	73,0	96,0	3,1	62	58	52	2427
feb-11	1,07	45	0,127	348 0	75,3	67,1	72,9	96,9	71,8	95,4	3,5	64	64	52	2541
mar-11	1,08	44,7	0,123	343 2	76,3	68,4	75,4	98,9	74,5	97,8	1,8	64	79	85	3053
abr-11	1,10	45,6	0,139	350 4	75,3	67,4	73,6	97,8	72,9	96,8	2,5	62	80	87	3118
may-11	1,10	43,8	0,135	367 2	75,6	67,9	73,0	96,7	71,7	95,0	3,9	61	73	67	2835
jun-11	1,09 2	44,1 9	0,123	345 6	74,2	64,2	70,7	95,1	69,3	93,2	5,1	58	67	57	2267
jul-11	1,06 5	44,5 2	0,134	364 8	76,1	65,5	72,7	95,5	71,5	93,9	4,6	57	75	79	2433
ago-11	1,06 8	44,5	0,130	389 4	75,0	63,6	71,1	94,9	69,9	93,3	5,1	60	69	63	2347
sep-11	1,08 5	45,8 8	0,118	354 6	74,7	63,7	69,6	93,2	68,4	91,6	6,3	55	71	46	2405
oct-11	1,04 5	45,3	0,122	275 6	74,9	67,0	73,2	98,0	72,1	96,5	2,8	54	69	44	2494
nov-11	1,10	45,1 7	0,119	361 9	75,6	66,1	73,0	96,5	71,9	95,1	3,7	53	65	42	2419
dic-11	1,06	44,8	0,121	337 4	74,7	64,8	71,3	95,5	69,8	93,6	4,8	48	61	56	2213
ene-12	1,09	44,1	0,119	316 3	73,9	64,1	71,7	97,2	70,2	95,1	3,7	48	60	69	2246
feb-12	1,05 9	45,4 9	0,132	336 7	75,8	66,7	71,7	94,6	70,5	93,0	5,3	54	61	67	2128
mar-12	1,06 9	45,1 8	0,129	330 4	74,8	67,3	72,8	97,5	71,9	96,3	3,0	61	68	73	2331
abr-12	1,06 7	45,9	0,136	379 2	76,1	67,9	73,1	96,1	72,0	94,7	4,1	62	68	65	2311
may-12	1,09	45,1	0,115	412 2	74,6	67,8	72,7	97,5	71,5	95,8	3,1	59	58	52	2040
Promedio	1,07 8	44,9 8	0,127	350 6	75,2	66,3	72,5	96,5	71,3	94,9	3,9	58	67	62	2448

## Anexo 2

Tabla 2 Resultados de la operación de la precipitación. 1ra etapa

	Ni	Co	Flujo Licor	Consum específ	Ni/Co Licor inicial	Prec Ni	Prec Co	Sólidos en suspensión	Semilla	Densidad Semilla
	<b>g/L</b>	<b>g/L</b>	<b>m3/h</b>	<b>t/t</b>		<b>%</b>	<b>%</b>	<b>ppm</b>	<b>%</b>	<b>g/L</b>
ene-11	7,89	0,267	135	2,46	29,6	6,8	77,5	80	84,2	1073
feb-11	7,90	0,274	143	1,99	28,8	9,4	79,7	90	90,3	1064
mar-11	8,26	0,286	142	1,94	28,9	10,8	84,6	300	80,1	1070
abr-11	8,02	0,326	147	1,74	24,6	10,8	84,8	350	70,0	1050
may-11	7,86	0,304	149	1,80	25,9	10,1	84,1	250	75,0	1065
jun-11	7,27	0,243	139	2,07	29,9	9,1	78,5	255	80,4	1060
jul-11	7,32	0,252	146	1,73	29,0	9,8	83,2	100	83,4	1074
ago-11	7,89	0,282	151	1,80	28,0	13,7	89,2	100	69,3	1087
sep-11	7,51	0,208	147	1,96	36,1	14,0	89,3	340	88,5	1089
oct-11	7,72	0,258	111	1,72	30,0	12,4	86,1	100	86,4	1097
nov-11	7,65	0,248	120	1,48	30,8	10,2	84,7	100	78,5	1072
dic-11	7,83	0,223	126	1,33	35,1	9,7	81,9	150	86,4	1097
ene-12	8,27	0,238	112	3,82	34,7	10,3	80,3	120	81,9	1106
feb-12	7,59	0,279	124	3,50	27,2	8,5	81,5	100	87,5	1111
mar-12	6,99	0,292	129	3,68	24,0	8,6	83,0	200	87,5	1114
abr-12	7,16	0,318	138	2,05	22,5	9,7	86,3	200	80,7	1092
may-12	7,60	0,252	143	2,72	30,1	7,3	81,2	100	82,4	1085

### Anexo 3

Tabla 3. Resultados de la operación de precipitación 2da etapa.

	Ni	Co	Flujo al Licor(	Precip Co	Consumo específico	Sólidos en suspensión	Semilla
	<b>g/l</b>	<b>g/l</b>	<b>m3/h</b>	<b>%</b>	<b>t/t</b>	<b>ppm</b>	<b>%</b>
ene-11	4,05	0,171	145	70,9	3,04	100	25,3
feb-11	3,84	0,178	132	55,4	2,15	120	26,5
mar-11	4,06	0,221	176	42,4	2,13	450	22,1
abr-11	3,96	0,247	124	38,6	1,07	550	60,1
may-11	3,81	0,184	143	35,8	1,37	260	56,5
jun-11	2,94	0,134	155	37,0	1,69	260	71,5
jul-11	3,88	0,176	145	39,9	1,02	120	68,8
ago-11	4,07	0,240	151	37,1	1,00	120	77,1
sep-11	3,86	0,140	133	44,4	1,47	450	81,4
oct-11	4,00	0,182	138	41,7	0,46	120	77,6
nov-11	4,33	0,165	128	51,6	0,75	120	72,9
dic-11	3,98	0,127	97	62,1	0,62	150	74,7
ene-12	4,01	0,134	95	44,0	0,65	120	78,5
feb-12	4,29	0,160	98	45,8	0,59	150	86,0
mar-12	3,88	0,195	66	49,1	0,48	250	86,2
abr-12	3,75	0,195	79	47,8	0,80	250	82,1
may-12	4,02	0,198	85	57,1	0,82	120	85,3

#### Anexo 4

Tabla 4. Resultados promedios de los lotes

<b>Meses</b>	<b>Ni</b>	<b>Co</b>	<b>Fe</b>	<b>NH3</b>	<b>Ni/Co</b>
	<b>%</b>	<b>%</b>	<b>%</b>	<b>%</b>	<b>%</b>
ene-11	18,16	9,07	1,64	4,83	2,02
feb-11	18,26	8,94	1,31	5,17	2,05
mar-11	17,61	8,90	1,78	4,83	1,98
abr-11	19,48	8,70	1,15	4,13	2,26
may-11	18,69	8,82	1,95	4,39	2,15
jun-11	16,25	8,79	1,90	4,50	1,86
jul-11	18,32	8,81	1,56	4,26	2,15
ago-11	22,26	7,97	1,66	4,11	2,92
sep-11	21,29	6,32	2,84	4,56	3,44
oct-11	20,18	7,58	1,38	4,36	2,69
nov-11	20,44	7,59	1,33	4,37	2,73
dic-11	19,97	6,50	1,86	4,00	3,09
ene-12	22,04	6,41	1,55	3,67	3,44
feb-12	22,24	7,30	1,43	3,73	3,10
mar-12	18,56	9,37	2,07	4,29	2,04
abr-12	18,13	9,67	2,17	4,31	1,88
may-12	18,45	9,43	1,23	4,46	1,98



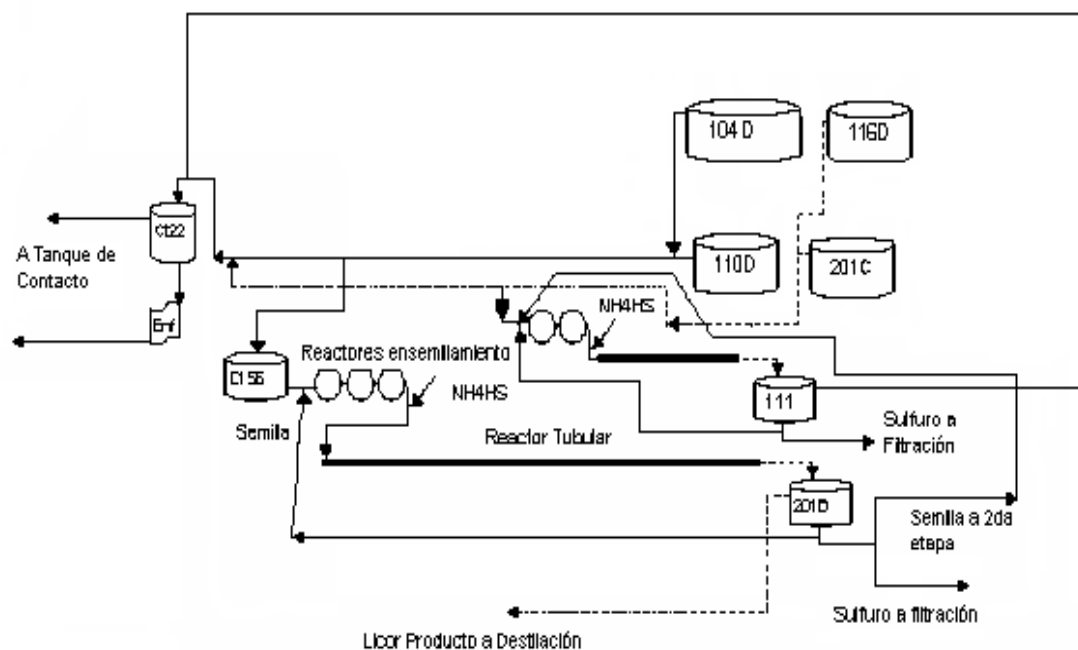


Fig 1 Esquema de precipitación de sulfuro mixto de níquel más cobalto de los licores de primera y segunda etapa de lixiviación.

## Anexo 6

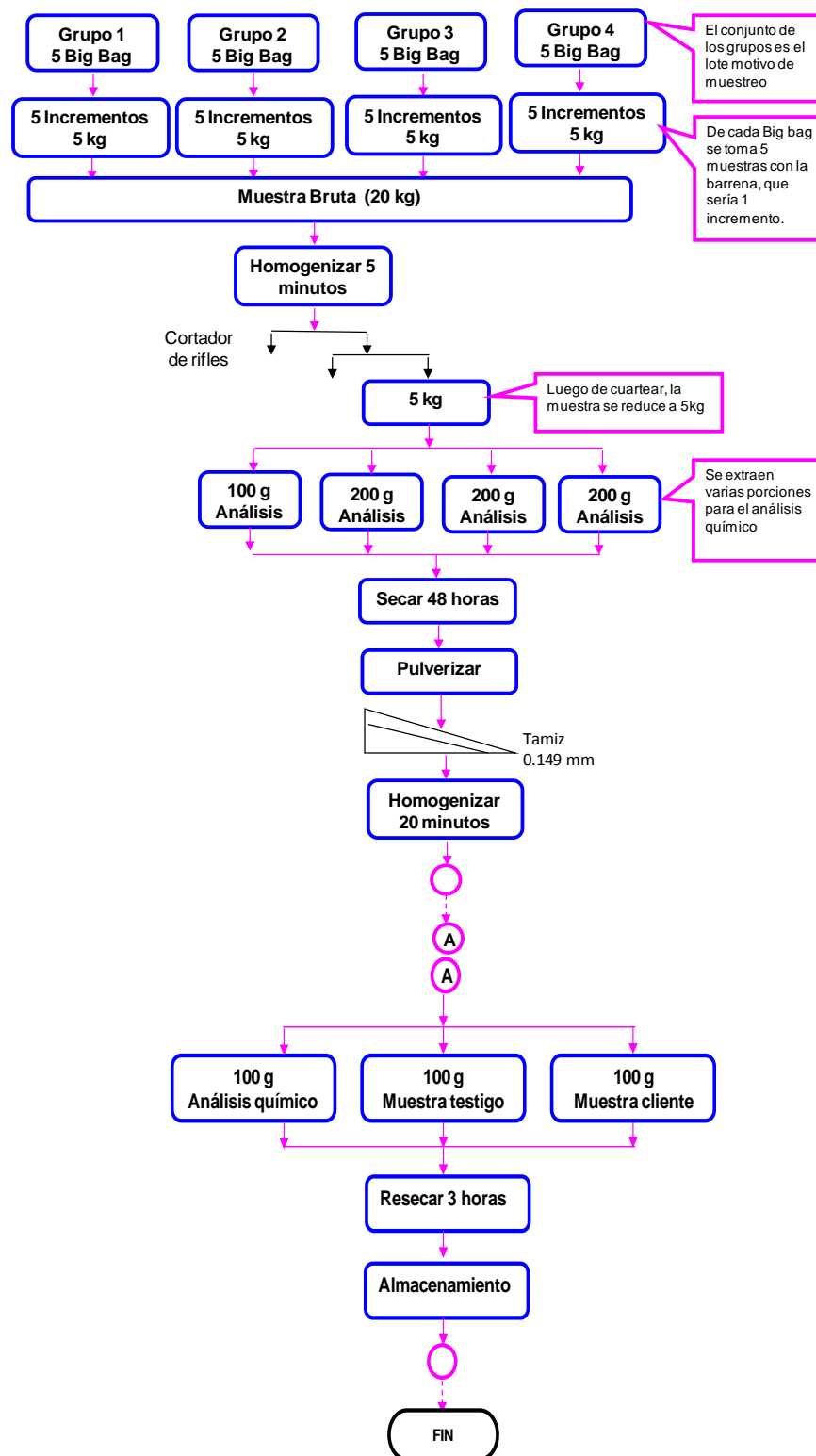


Fig. 2 Flujograma de muestreo