



*Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia - Química*

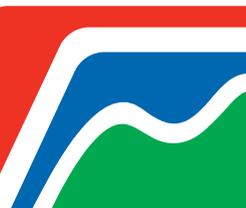
**EXTRACCIÓN DE COBALTO
MEDIANTE LA LIXIVIACIÓN
ÁCIDA DE LAS COLAS DE LA
TECNOLOGÍA CARBONATO
AMONIACAL**

**Tesis presentada en opción al título de Ingeniero
en
Metalurgia y Materiales**

Osber Alejandro Fonseca Cabrera

MOA

2015





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

EXTRACCIÓN DE COBALTO MEDIANTE LA LIXIVIACIÓN ÁCIDA DE LAS COLAS DE LA TECNOLOGÍA CARBONATO AMONIAICAL

**Tesis presentada en opción al título de Ingeniero en
Metalurgia y Materiales**

Autor: Osber Alejandro Fonseca Cabrera

Tutores: Prof. Auxiliar, Lic. Carlos Izaguirre Bonilla, Dr. C

Prof. Auxiliar, Ing. Evangelia García Peña, Ms. C

MOA

2015

Yo: **Osber Alejandro Fonseca Cabrera**, autor de este trabajo de diploma, que tiene como título **Extracción de cobalto mediante la lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal** y los tutores, **Prof. Auxiliar, Lic. Carlos Izaguirre Bonilla, Dr. C.**, y **Prof. Auxiliar, Ing. Evangelia García Peña, Ms. C.** declaramos la propiedad intelectual de este al servicio del Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa para que disponga de su uso cuando se estime conveniente.

Firma del Diplomante

Firma del Tutor

Firma del Tutor

DEDICATORIA

- ❖ *Este trabajo va dedicado primeramente a mi madre Iliana Cabrera Almarales por su amor, confianza y sacrificio durante todos estos años de estudios.*
- ❖ *A mi papá Osber Fonseca Salas y mi abuela Imilce Almarales Cabrera que donde quiera que estén se sienten orgullosos de mí.*
- ❖ *A mi familia por darme su apoyo incondicional y en especial a mis hermanas Rosa María Fonseca Cabrera, Liliana Fonseca Cabrera y a mi cuñado Reynaldo Carmenate.*
- ❖ *A todos los que de una forma u otra me ayudaron a la realización de mi tesis, a los que creyeron en mí.*

AGRADECIMIENTOS

Agradezco de forma sincera la colaboración de todos aquellos que han contribuido a la realización de este trabajo, en especial:

- ❖ *A mi madre y a mi familia por confiar en mí y darme aliento para seguir adelante en toda la etapa de estudiante.*
- ❖ *A mi novia Yarisvel Ramírez y a mis suegros José y Pastora así como a mi cuñado Alejandro por apoyarme en los momentos difíciles.*
- ❖ *A mis tutores Evangelia García Peña, Carlos Izaguirre Bonilla y Amaury Palacios Rodríguez por su ayuda incondicional.*
- ❖ *A mis profesores que influyeron en mi formación profesional en todo lo largo de la carrera.*
- ❖ *A todos mis compañeros de aula que de una u otra forma me ayudaron en mi formación como profesional y como persona.*

PENSAMIENTO

La inteligencia consiste no solo en el conocimiento, sino también en la destreza de aplicar los conocimientos en la práctica.

Aristóteles

RESUMEN

El propósito de la investigación fue determinar la influencia de los parámetros tecnológicos del proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal para la extracción de cobalto, empleando como agente lixivante el ácido sulfúrico y el sulfato de hierro (II) como agente reductor. La investigación se realizó a escala de laboratorio y se utilizó el diseño factorial completo, donde se estudiaron como variables tecnológicas de entrada la concentración inicial de ácido sulfúrico, concentración inicial de sulfato de hierro (II), temperatura, contenido de sólido, granulometría, velocidad de agitación y el tiempo. En el trabajo se demostró que los parámetros influyen positivamente sobre la extracción de cobalto con excepción de la granulometría y el contenido de sólido, que se comportan de manera inversa. A tiempos superiores a los 5 min, la extracción de cobalto se mantuvo prácticamente constante. Como producto se obtuvo un modelo cinético, el cual se validó experimentalmente con nuevas condiciones tecnológicas, las cuales fueron reproducibles con un mínimo error del 5 %.

ABSTRACT

The purpose of the investigation it was to determine the influence of the technological parameters of the process of sour lixiviation of the lines of the technology carbonate ammoniac for the cobalt extraction, using as agent lixivated the sulfuric acid and the iron sulfate (II) as agent reducer. The investigation was carried out to laboratory scale using the complete factorial design, where they were studied as technological variables of entrance the initial concentration of sulfuric acid, initial concentration of iron sulfate (II), temperature, solid content, grain, speed of agitation and the time. In the work, it was demonstrated that the parameters influence positively on the cobalt extraction to exception of the grain and the solid content that behaves in an inverse way. At superior times to the 5 min, the cobalt extraction stayed practically constant. As product a kinetic model was obtained, which was validated experimentally with new technological conditions, which were reproducible with a minimum error, the work it was demonstrated the 5 %.

ÍNDICE

pág.

INTRODUCCIÓN	2
1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	5
1.1. Aspectos Teóricos.....	5
1.1.1. Lixiviación	5
1.1.2. Cinética de la lixiviación.....	8
1.1.3. Aspectos teóricos sobre el proceso de lixiviación ácida	8
1.1.4. Tratamiento de las colas de la tecnología CARON con el fin de extraer cobalto	10
1.2. Antecedentes	10
2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	15
2.1. Materiales.....	15
2.1.1. Reactivos	15
2.1.2. Utensilios	15
2.1.3. Instalación empleada en el proceso de investigación.....	16
2.2. Metodologías y métodos	18
2.2.1. Metodología para la selección de los principales factores de la investigación	18
2.2.2. Metodología para la toma de muestra que se empleó en la investigación	18
2.2.3. Metodología para el desarrollo de los experimentos	19
2.2.4. Método termodinámico de la investigación.....	28
2.2.5. Método termodinámico del proceso de lixiviación ácida	29
2.2.6. Método cinético de la investigación.....	30
2.3. Técnicas de análisis.....	33
2.3.1. Análisis químico por el método de Fluorescencia de Rayos X (FRX).....	33
2.3.2. Análisis químico por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica.....	33
3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	35
3.1. Análisis termodinámico	35
3.1.1. Termodinámica del proceso de lixiviación ácida.....	37
3.2. Análisis del comportamiento de las variables de estudio	39
3.2.2. Influencia de la concentración inicial de reactivo lixiviante sobre la extracción de cobalto	41

3.2.3. Influencia de la cantidad inicial de sulfato de hierro (II) sobre la extracción de cobalto	42
3.2.4. Influencia de la agitación sobre la extracción de cobalto	43
3.2.5. Influencia de la granulometría sobre la extracción de cobalto	44
3.2.6. Influencia del contenido de sólido inicial sobre la extracción de cobalto.	45
3.3. Modelo cinético del proceso de lixiviación de cobalto	46
3.3.1. Cinética del proceso de lixiviación	46
3.3.2 Validación del modelo cinético.....	47
3.4. Evaluación ecológica	48
CONCLUSIONES.....	50
RECOMENDACIONES	51
BIBLIOGRAFÍA	52
ANEXOS	55

INTRODUCCIÓN

La industria metalúrgica cubana del níquel ha trabajado con el objetivo esencial de elevar su nivel competitivo para conquistar un espacio en el mercado mundial. Debido al desarrollo científico técnico que ha alcanzado el mundo contemporáneo la industria del níquel se ha trazado como objetivo específico elevar en cada una de sus empresas la productividad y la eficiencia. En los últimos años esta industria ha enfrentado serios problemas, referido fundamentalmente a los costos de minería y de procesos extractivos, que continuamente se han incrementado. La situación es más difícil al considerar la baja ley de metales valiosos en las menas y el agotamiento de las reservas minerales.

Cuba posee una de las mayores reservas mundiales de minerales lateríticos de níquel, los que están caracterizados por una distribución desigual de los valores metálicos en las distintas capas que componen el perfil ferruginoso, por lo que las tecnologías diseñadas para procesarlos no logren su aprovechamiento racional, generando grandes volúmenes de residuales de los procesos mineros y tecnológicos.

Los yacimientos lateríticos cubanos se encuentran ubicados fundamentalmente en el nordeste de la provincia de Holguín, donde actualmente operan las dos industrias metalúrgicas que se dedican a su procesamiento, una con la tecnología ácida a presión y la otra con la tecnología Carbonato Amoniacal (proceso CARON), que logra extracciones de níquel de 86 % y de cobalto no más de un 30 %. La recuperación relativamente baja del cobalto por la vía de la lixiviación carbonato amoniacal está relacionada con el hecho de que este metal ha sido contemplado como elemento secundario del níquel y las condiciones tecnológicas establecidas han respondido a la máxima extracción de níquel como elemento primario.

La generación de colas de la industria del níquel cubana, comenzó con la puesta en marcha en 1943 de la empresa “Comandante René Ramos Latour” de Nicaro, seguida en 1959 con el inicio de la empresa “Comandante Pedro Soto Alba”

(Moaníckel S.A.), y posteriormente en 1986 con la arrancada de la fábrica “Comandante Ernesto Che Guevara” (ECG) de Punta Gorda. Las colas, además de residual, constituyen una importante materia prima para la obtención de otros elementos valiosos contenidos como el cobalto (Peña 2011). Los volúmenes de colas se incrementan en la medida que aumenta la producción de níquel en las empresas, en la actualidad se vierten más de 7 millones de toneladas al año.

Las colas constituyen un problema ambiental y son objeto de investigaciones que evalúan alternativas para su tratamiento, disposición y manejo, con el fin de minimizar el impacto negativo sobre el medio ambiente y lograr su revalorización, estas son consideradas un mineral de baja ley y es de interés la extracción de metales valiosos como el níquel y el cobalto que contienen. Algunos estudios se han orientado al procesamiento de las colas de la tecnología carbonato amoniacal para la extracción de elementos metálicos contenidos en ellas, pero 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, por ello la gran importancia de obtener este valioso elemento. La necesidad de conocer el comportamiento de los parámetros tecnológicos del proceso de lixiviación ácida de las colas de la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”, para la extracción de cobalto es lo que constituye la **Situación problémica** de la investigación.

Por lo que el **Problema de la investigación** es el insuficiente conocimiento del comportamiento de los parámetros tecnológicos del proceso de lixiviación ácida para la extracción del cobalto contenido en las colas de la tecnología carbonato amoniacal.

El **Objeto de estudio** es el proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal.

Se establece como **Objetivo General** determinar la influencia de parámetros tecnológicos de la lixiviación ácida para la extracción del cobalto de las colas de la tecnología carbonato amoniacal.

Como **Hipótesis** se plantea, que si se conoce la influencia de los parámetros tecnológicos del proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, entonces se podrá extraer de forma selectiva el cobalto contenido en ellas.

El **Campo de acción** son las transformaciones físico–químicas que ocurren durante el proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal.

Objetivos específicos:

1. Caracterizar las colas de la tecnología carbonato amoniacal.
2. Analizar la influencia de los parámetros tecnológicos en la lixiviación ácida de las colas
3. Realizar el correspondiente análisis termodinámico del proceso de lixiviación ácida para la extracción de cobalto.
4. Obtener el modelo cinético para la determinación de la velocidad de las transformaciones físico químicas.

Metodología de la investigación:

Realizada la revisión bibliográfica, se aplica el diseño de experimento factorial completo de las principales variables que influyen en el proceso de lixiviación ácida para la extracción del cobalto contenido en las colas de la tecnología carbonato amoniacal. El análisis estadístico de correlación y regresión, auxiliados por métodos computacionales como EXCEL y Statgraphics, para analizar la influencia de las variables en el proceso de lixiviación ácida. Los análisis termodinámico y cinético para conocer el comportamiento de las posibles reacciones que ocurren en el proceso de lixiviación ácida de las colas.

1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

En el capítulo se realizó la búsqueda bibliográfica referente al proceso de lixiviación ácida, con el fin de definir las condiciones bajo las cuales se efectúa esta, se revisaron estudios precedentes, para de esta forma fundamentar y desarrollar la investigación.

1.1. Aspectos Teóricos

1.1.1. Lixiviación

La lixiviación es el proceso mediante el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, con la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido. Es un proceso heterogéneo complejo de interacción de los reactivos disueltos con la sustancia sólida. La velocidad de lixiviación, la cantidad de sustancia que pasa a la solución en la unidad de tiempo (o la cantidad de reactivo consumido en la unidad de tiempo) depende de muchos factores: concentración de reactivos, temperatura, velocidad de mezclado, de la superficie de la fase sólida, como regla, varía continuamente en el curso del proceso. En la forma general, la velocidad de lixiviación se puede representar como (Perry's ,1999),

$$dG/dt = -js \tag{1.1}$$

Donde:

G: cantidad de sustancia que se lixivía en la fase sólida;

j : flujo de lixiviación, o cantidad de sustancia que se lixivía,

s: superficie, en la cual ocurre la lixiviación.

El proceso de lixiviación incluye tres etapas principales:

1. El transporte de los reactivos de la solución a la superficie de la reacción.
2. La reacción química.

3. El transporte de los productos solubles de la reacción de la superficie al volumen de la solución. (Perry's ,1999).

Cada una de estas etapas puede estar compuesta a su vez por varios escalones. Por ejemplo, las etapas de transporte pueden incluir la difusión a través de la capa de soluciones contigua a la superficie de la fase sólida y la difusión a través de la capa de productos sólidos de la reacción o a través de la capa porosa residual del material no lixiviado.

La cinética de todo proceso metalúrgico brinda la posibilidad de conocer cuan veloz es dicho proceso a través de su ocurrencia, así como la incidencia de múltiples factores durante el mismo. El proceso de lixiviación ácida es un proceso heterogéneo, el cual transcurre en varias etapas fundamentales; (Perry's ,1999).

1. Difusión del reactivo desde el volumen de la solución hasta la superficie del sólido.
2. Difusión del reactivo a través de la nueva capa de sólido formada o de los elementos inertes del mineral.
3. Reacción química.
4. Difusión del producto de la reacción química a través de la nueva capa de sólido formada o de los elementos inertes del mineral.
5. Difusión de los productos de la reacción química hacia el volumen de solución. Las etapas difusivas - 1, 2, 4 y 5 - pueden ocurrir, en dependencia de las características del sólido a lixiviar y la formación o no durante la operación de una nueva fase sólida. (Zelitman ,1975; Perry's , 1999; Levenspiel ,1986).

La cantidad de reactivo consumido o de sólido disuelto en la unidad de tiempo depende de varios factores presentes en el proceso, como son:

- Concentración de los reactivos.
- Agitación.
- Superficie de la fase sólida.
- Temperatura.
- Naturaleza del mineral.
- Presencia de un agente externo

En la Figura 1.1 se muestran los flujos de reactivos y de productos de la lixiviación durante el proceso.

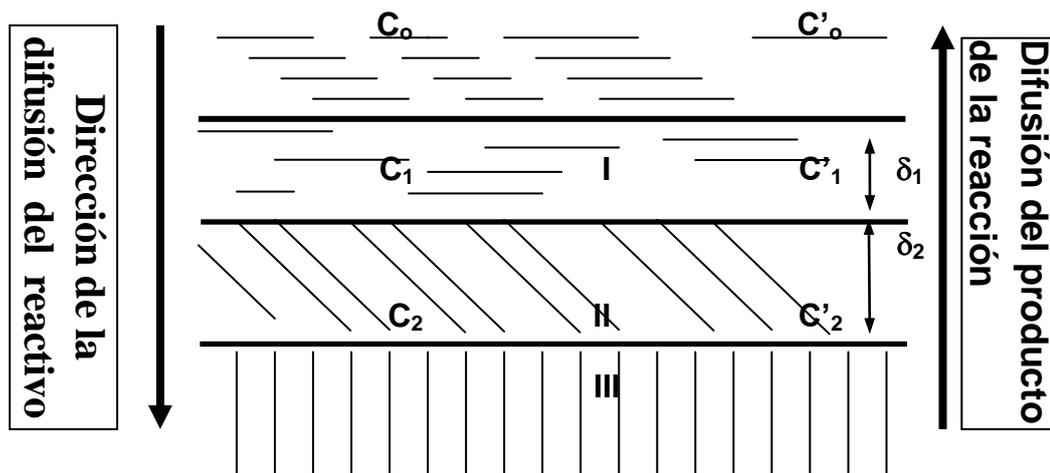


Figura 1.1 Representación esquemática del proceso de lixiviación (Perry's ,1999)

Donde:

I. Capa de solución adyacente a la superficie sólida.

II. Capa de producto de la lixiviación

III. Sólido mineral a reaccionar.

δ_1 . Espesor de la capa de líquido adyacente a la superficie sólida.

δ_2 . Espesor de la capa de sólido formada (hidroalunita)

C_0, C'_0 Concentración del reactivo y del producto de la reacción química respectivamente en el seno de la solución.

C_1, C'_1 Concentración del reactivo y del producto de la reacción química respectivamente en la superficie límite entre la solución y el sólido formado.

C_2, C'_2 Concentración del reactivo y del producto de la reacción química en la superficie reaccionante.

El proceso puede estar limitado por la difusión, por la reacción química o por ambas a la vez, en el primer caso en el proceso tendría lugar un régimen difusivo, caracterizado por un pequeño valor de energía de activación; la velocidad del proceso podría incrementarse con el aumento de la concentración del reactivo y la agitación entre otros factores.

En el segundo caso la reacción tendría lugar en el régimen cinético donde la energía de activación alcanza mayor valor y se ve afectada fundamentalmente por la variación de la temperatura.

Puede ocurrir un tercer estadio, siendo éste una situación intermedia entre los casos anteriores, también algunos autores le llaman etapa transitoria (Zelitsman, 1975).

1.1.2. Cinética de la lixiviación

Desde el punto de vista de la cinética de los procesos son múltiples las condiciones que pueden alterar la respuesta de una partícula aislada del mineral. Generalmente es necesaria la agitación de las pulpas para maximizar la cinética y por razones económicas se desean tiempos cortos de reacción.

En general el estudio de la cinética de la reacción puede proporcionar un tipo de información. Desde un punto de vista práctico, los estudios que se efectúan en un sistema dado bajo condiciones aproximadas a las encontradas comercialmente, proporcionan datos valiosos en ingeniería, que conducen la operación de escala de laboratorio a las pruebas a escala piloto y a la operación en escala completa. Un segundo y fundamental resultado de un estudio cinético detallado proviene de la exitosa interpretación de la velocidad en términos de mecanismo.

1.1.3. Aspectos teóricos sobre el proceso de lixiviación ácida

La extracción de níquel y cobalto a partir de menas oxidadas por vía hidrometalúrgica es la que mayor desarrollo presenta en los últimos años, debido principalmente a las grandes reservas de esta materia prima, las altas extracciones de dichos elementos y los bajos costos de producción. Como característica común a todas las variantes hidrometalúrgicas aplicadas a escala industrial, está el hecho de que fueron diseñadas para la máxima extracción de níquel considerándose al cobalto como un elemento secundario.

El comportamiento de los minerales de níquel y cobalto ante determinados reactivos es diferente, por lo que el origen de los minerales contenedores de níquel es totalmente diferente a los minerales contenedores de cobalto, (Mustaphá, 1977), no queriendo esto decir que en las ferralitas de nueva Caledonia dichos minerales se presentan de igual manera que en las menas lateríticas cubanas. Varios investigadores del tema (Mustaphá, 1977; Almaguer y Vitezslav, 1993; Rojas Purón, 1995; Lavaout, 1998) han llegado a la conclusión de que entre el 80 y 90 % del cobalto y entre el 10 y 20 % de níquel está asociado a los minerales oxidados de manganeso (asbolanas) de las menas lateríticas. De manera simultánea (Sobol, 1968; Almaguer y Vitezslav, 1993; Rojas Purón, 1995; Lavaout, 1998, Rodríguez Vega, 2000 (información verbal) plantean que entre el 58 y 90 % de níquel y el 5 y 6 % de cobalto se encuentran absorbido en los geles de hierro (goethita y hematita principalmente) de estas menas. Desde finales de la década de los 50, al norte de

las provincias orientales se puso en marcha la primera planta procesadora de minerales lateríticos para la obtención de sulfuro de níquel , empleando la lixiviación ácida a elevadas temperaturas construida por la compañía Moa Bay Mining, subsidiaria de Freeport Sulphur, después del triunfo de la Revolución cubana la planta pasó a propiedad del gobierno, con el nombre de Pedro Sotto Alba, la cual reinició sus operaciones en 1961. La compañía mixta cubano-canadiense comprende operaciones de extracción, refinación y comercialización de níquel más cobalto, donde sus activos incluyen la refinería de Fort Saskatchewan, en la ciudad Canadiense de Alberta, la fábrica Pedro Sotto Alba y una corporación comercializadora en Bahamas. El subproducto obtenido (sulfuro de níquel más cobalto) en la entidad cubana es enviado a la refinería para procesarlos a metales de elevada pureza.

Basados en un eficiente uso del agente lixivante por esta tecnología, la AMAX-COFREMMI diseñó y puso en marcha una planta piloto, con el objetivo de procesar las menas serpentiniticas y limoníticas. En la misma, el mineral serpentinitico es tostado con el propósito de activar los minerales de magnesio y disolver la mayor cantidad de este durante un proceso de prelixiviación a presión atmosférica y posteriormente, el residuo sólido se somete al proceso de lixiviación a elevada temperatura, 270 °C, para así obtener altas extracciones de níquel y cobalto, (Gordon, 1986; Reid, 1991). El contenido de magnesio en el residuo sólido de la lixiviación a presión atmosférica es superior a 1 %, lo que provoca un alto consumo de ácido sulfúrico durante la lixiviación a elevadas temperaturas de este producto.

Una diferencia significativa del procesamiento de las menas oxidadas de níquel mediante la lixiviación ácida a elevadas temperaturas por los proyectos del oeste australiano con respecto a la mena tratada en Moa, está dada por la mineralogía de estos yacimientos con la presencia de esmectita o nontronita como mineral principal en estas lateritas. Si se compara el mineral de Murrin Murrin (nontronita) y el de Moa (limonita), se aprecian diferencias significativas: contenido de magnesio de 1 % en la limonita, mientras que en el mineral australiano es aproximadamente 3,7 %; el contenido de hierro en la nontronita no supera el 25 %, en la limonita es de alrededor del 50 % y los niveles de silicio en el país continente son 42 % y el de los depósitos cubanos no supera el 9 %. Bulong y Cawse poseen una distribución mineralógica similar a Murrin Murrin, aunque en los minerales de Cawse, el contenido de cobalto es alto (0,7 %). El mineral de Nueva Caledonia que es un

mineral saprolítico, sería muy conveniente tratarlo por el proceso de lixiviación ácida (característica similar al de Cuba), incluso con contenido de níquel y cobalto superiores a los depósitos cubanos. En las pruebas realizadas en Nueva Caledonia a 255 °C de temperatura y relación ácido mineral de 0,28 se lograron extracciones de 95 y 93 % de níquel y cobalto respectivamente. (Foris, 1997; Loftus, 1975).

En Bulong el tiempo de permanencia de la pulpa en el reactor de lixiviación es aproximadamente de 75 min; pero a cambio de un consumo de ácido excesivo, debido al alto contenido de elementos metálicos consumidores del reactivo. En este proyecto se hace un estudio detallado de los minerales de cobalto, algo de gran importancia que se tiene en cuenta para la puesta en marcha de la planta. (Cairns, 1998).

El proceso de generación de residuales en las industrias del níquel se inició en Cuba con la arrancada en 1944 de la fábrica de níquel René Ramos Latour de Nicaro y posteriormente en 1986 de la empresa Ernesto Che Guevara de Moa, estos constituyen el desecho de la producción de níquel y una importante reserva de material útil para la recuperación de los elementos valiosos contenidos en ellos tales como el cobalto, níquel, manganeso y otros. Aportan un mayor conocimiento de los yacimientos lateríticos para la investigación.

1.1.4. Tratamiento de las colas de la tecnología CARON con el fin de extraer cobalto

Para la metalurgia cubana el estudio del residuo sólido de la tecnología carbonato amoniacal, ha estado dividido en tres ramas fundamentales, como son: procesos pirometalúrgicos, hidrometalúrgicos y beneficio de minerales.

La vía hidrometalúrgica para el tratamiento de minerales es muy empleada a nivel mundial. Por lo que se mencionan una serie de resultados obtenidos por los estudios realizados sobre las colas.

1.2. Antecedentes

Palacios en el 2001 realizó investigación sobre el comportamiento de parámetros físico-químicos del proceso de lixiviación con ácido sulfúrico de los escombros lateríticos para la extracción de cobalto donde obtuvo una extracción superior al 85 % y demostró que la influencia que ejercen las variables estudiadas sobre la extracción del cobalto en orden descendente es el siguiente: temperatura, concentración inicial del ácido sulfúrico, contenido de sólido, cantidad de azufre

elemental añadido, agitación y granulometría de las partículas. En esta investigación la materia prima que se utilizó fueron los escombros lateríticos, además se empleó el azufre elemental como agente reductor y las condiciones bajo las cuales se desarrolló la experimentación fueron a elevadas temperaturas y presión. Esta investigación fue un paso importante ya que abrió las fronteras ha nuevos horizontes para la futura lixiviación no solo de escombros sino de las colas.

Turro (2002), realizó estudios del hidrot transporte de las colas del proceso CARON de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”. En el trabajo realizó una caracterización granulométrica, química y mineralógica de la fase sólida, determinó que las fases principales presentes son: la maghemita, la magnetita y el cuarzo. Obtiene una caracterización reológica de sedimentación y de estabilidad de sus hidromezclas en medio amoniacal. Se determinó que las partículas inferiores a los 43 μm , con una composición química muy uniforme están conformadas por varias fases mineralógicas, en la que sobresale principalmente la magnetita (Fe_3O_4) y la maghemita ($\sigma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). El trabajo no tuvo en cuenta el aprovechamiento de las colas.

Del Toro (2003), realizó una revisión teórica y experimental sobre el posible desarrollo de un método o proceso factible para el tratamiento de las colas de la Tecnología Carbonato Amoniacal de la empresa Che Guevara. El objetivo fundamental de la investigación, fue recuperar el cobalto presente en el desecho industrial, cuyo contenido se encuentra en el orden de 0,08 a 0,12 %. El FeSO_4 , logra romper la estructura cristalina de las asbolanas, lo que propicia que el cobalto atrapado en su estructura aflore y sea pasado a la solución en forma de sulfato. Como resultado del trabajo se obtuvo, mediante la lixiviación con soluciones acidificadas de hierro (II) se extrae cerca del 84 % del cobalto presente. Esta investigación fue sólo un paso más para el tratamiento de las colas amoniacaes, no sólo con el objetivo de recuperar el cobalto existente en ella, sino también el manganeso, aluminio, cobre entre otros. En este caso se tiene como limitante, el enorme volumen de masa que hay que remover para extraer el elemento de interés, cuyo contenido es pequeño.

En el 2004, Ariza lixivió las colas de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” con cuatro ácidos orgánicos (tartárico, oxálico, acético y cítrico). El objetivo fundamental consistió en seleccionar el de mayor capacidad para extraer el níquel y cobalto contenido. El desarrollo de la investigación fue concebido a través

de la aplicación de las técnicas de diseño de experimentos factoriales, para estudiar el comportamiento de las variables tiempo, concentración de ácido y relación líquido/sólido. Los mejores resultados se obtuvieron con el ácido cítrico, con el que se logró extracciones máximas de níquel de 77,40 % y de cobalto de 82,20 %; además de los elementos antes mencionados se realizó extracciones de impurezas: manganeso, magnesio y hierro, con valores de 77,50; 75,30 y 65,70 % respectivamente. La aplicación de este método se limita por la utilización del ácido ya que son muy costosos.

Rodríguez (2004) a partir de la lixiviación ácida reductora (con dióxido de azufre y ácido sulfúrico) de las colas de la planta niquelífera “Comandante Ernesto Che Guevara”, trazó como objetivo principal determinar los parámetros que permiten obtener, con buenos índices de extracción, un licor de sulfato de hierro y de otros metales (níquel y cobalto), para ser utilizado posteriormente en el procesamiento de los nódulos marinos polimetálicos. Como resultado del trabajo se obtuvo, mediante lixiviación de las colas “amoniacales” en un medio ácido reductor y condiciones atmosféricas, altas extracciones del hierro, níquel y cobalto y un licor de sulfato de hierro con una concentración relativamente alta de hierro (II) (agente reductor de posible uso en la lixiviación de los nódulos marinos). La investigación se restringe a obtener un reactivo para utilizarlo en otro proceso, y no para extraer por separado algún elemento de interés, que lo hace muy costoso y prolongado.

En investigación más reciente, García (2011), realizó la lixiviación ácida a presión atmosférica a las colas de la tecnología carbonato amoniacal, con el empleo de ácido sulfúrico, cuya realización se hizo a escala de laboratorio en un reactor de 4,5 L de capacidad. Comprobó que es posible una alta extracción de cobalto de forma selectiva, para temperatura de 95 °C, concentración inicial de sulfato de hierro (II) de 1 g/L, contenido de sólido de 24 % y concentración inicial de ácido sulfúrico de 40 g/L, se obtuvo una extracción de cobalto de aproximadamente 85 % en 15 minutos. El modelo estadístico–matemático obtenido permitió analizar que los parámetros utilizados influyen positivamente en la extracción de cobalto de manera descendente en el orden siguiente: temperatura, contenido inicial de sólido, concentración inicial de ácido sulfúrico y concentración inicial de sulfato de hierro (II). En este trabajo solo se obtiene el modelo estadístico que rige el proceso de lixiviación ácida para la extracción de cobalto.

Hernández (2011) realizó una lixiviación orgánica de los residuos sólidos de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”. Para ello empleó mezclas de ácidos oxálico y tartárico como agente lixivante, se lograron extracciones de cobalto, níquel e hierro de 78, 60 y 35 %, respectivamente. La posterior precipitación y calcinación de las sales metálicas obtenidas a partir del licor de lixiviación, condujo a un producto con contenidos de 1,22 % de níquel, 0,33 % de cobalto y 65,50 % de hierro. Las pruebas de separación magnética húmeda con las colas residuales de la lixiviación muestran una tendencia a enriquecer el hierro en la fracción magnética con valores de hasta 50 %. Al considerar los costos por concepto de consumo de reactivo, sugiere que esta variante puede ser una alternativa viable (para la lixiviación de los residuos). La vía hidrometalúrgica ha sido ampliamente utilizada por investigadores e instituciones en el estudio de las colas de la tecnología CARON, justificado por los bajos costos económicos con respecto a otros procesos.

En el 2011, Penedo experimentó a escala de laboratorio la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, para lo que empleó como agente lixivante el ácido piroleñoso obtenido por pirólisis de bagazo de caña, el residuo de la destilación atmosférica del mismo, así como su combinación con soluciones de ácido sulfúrico. Los factores que se evaluaron fueron: temperatura, relación (Ácido Sulfúrico)/(Líquido pirolítico) y el tiempo. Las máximas extracciones de níquel y cobalto se alcanzaron combinando el ácido piroleñoso con una disolución de ácido sulfúrico; los porcentajes de extracción oscilaron entre el 82 y el 87 % para el Ni y del 87 al 90 % para el Co. En el trabajo se obtuvieron altas extracciones de níquel y cobalto, el agente lixivante empleado fue el ácido piroleñoso, además las condiciones de temperatura fueron bajas, pero el tiempo de lixiviación es elevado.

Mushinga en el 2012, realizó estudios relacionados con la lixiviación de los escombros lateríticos, donde obtiene el modelo estadístico para evaluar la influencia de las variables: temperatura, concentración inicial de agente reductor y la concentración inicial del ácido sulfúrico empleado para la lixiviación. Los resultados mostraron una recuperación de 68 % de cobalto. En esta investigación a diferencia de la desarrollada por Palacios, el agente reductor fue el sulfato de hierro heptahidratado pero la materia prima empleada fue el escombros o laterita fuera de balance. Obtuvo resultados inferiores a los obtenidos por Palacios por procesar laterita fuera de balance.

Urgelles (2014), realizó la lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, con el empleo de ácido sulfúrico; cuya realización se hizo a escala de laboratorio en un reactor de 2 L de capacidad. Comprobó que es posible una alta extracción de cobalto de forma selectiva, para temperaturas de 85 y 100 °C, concentración inicial de sulfato de hierro (II) de 13 y 21 g/L, contenido de sólido de 20 y 40 % respectivamente y concentración inicial de ácido sulfúrico de 49 y 132 g/L, una velocidad de agitación de 750 y 1250 rpm y una granulometría de $-0,044$ y $+ 0,044$ mm, se obtuvo una extracción de cobalto de aproximadamente 47 % en 15 minutos. El modelo estadístico–matemático obtenido permitió analizar que los parámetros utilizados influyen positivamente en la extracción de cobalto de manera descendente en el orden siguiente: temperatura, contenido inicial de sólido, concentración inicial de ácido sulfúrico y concentración inicial de sulfato de hierro (II). En este trabajo se obtuvo el modelo estadístico y cinético que rige el proceso de lixiviación ácida para la extracción de cobalto. La investigación se realizó aplicando un diseño factorial fraccionado en el cual se cometen muchos errores ya que no se estudian todas las combinaciones posibles de las variables en estudio.

Conclusiones del capítulo

1. Se realizó una revisión del estado del arte, relacionado con la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, obteniendo gran cantidad de información relacionada con el tema de la investigación.
2. Se obtuvo la fundamentación teórica del proceso de lixiviación e importantes parámetros que fueron consideradas para la realización del presente trabajo.
3. Se obtuvo la fundamentación teórica para la realización de la investigación cinética.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

El desarrollo de toda investigación necesita de herramientas para alcanzar sus resultados. La correcta selección de los métodos y materiales empleados validan los resultados obtenidos, por eso este capítulo tiene como objetivo exponer los materiales, equipamiento, métodos para la experimentación de la lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal con el objetivo de extraerle el cobalto y establecer la influencia de los parámetros tecnológicos que rigen el proceso. A continuación se exponen los materiales, reactivos y equipos empleados durante la experimentación.

2.1. Materiales

2.1.1. Reactivos

- ✓ Cola
- ✓ Ácido Sulfúrico concentrado (H_2SO_4) de 98 % de pureza.
- ✓ Sulfato de hierro (II) heptahidratado, ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$).

En la tabla 2.1 se presenta la Composición química promedio de las colas

Tabla 2.1 Composición química promedio de las colas

Elementos, %									
Fe	Ni	Co	Al	Mg	Mn	Cr	Zn	Cu	SiO ₂
42,2	0,39	0,086	4,63	2,23	0,74	1,91	0,039	0,01	6,79

De acuerdo con la composición química que se muestra en la tabla, la cola es un residual con bajo contenido de hierro, que necesita beneficiarse para su aprovechamiento integral en cualquiera de sus componentes.

2.1.2. Utensilios

1. Reactor (erlenmeyer de 2 L)
2. Agitador mecánico
3. Balanza Analítica
4. Papel de filtro

5. Termómetro (IMM Tomo)
6. Bomba de vacío (para la filtración)
7. Beaker de 200 ml

2.1.3. Instalación empleada en el proceso de investigación

Para la ejecución de la investigación fue necesario realizar la preparación de la materia prima, que consistió en tamizar los residuos sólidos en las fracciones $\pm 0,044$ mm, las cuales posteriormente fueron sedimentadas para ser empleadas en el proceso de lixiviación. El equipamiento utilizado para realizar la preparación de la muestra fueron una tamizadora automática y una piscina de sedimentación del laboratorio del CEDINIQ , que se muestra en la figura 2.1



Figura 2.1 Tamizadora y sedimentador para la clasificación granulométrica y preparación de las muestras.

El secado de las muestras iniciales y de cada una de las clases de tamaño obtenidas, se realizó en la estufa de control digital modelo DH6-9146A, que se encuentra en el laboratorio de química del ISMM, la misma se muestra en la figura 2.2.



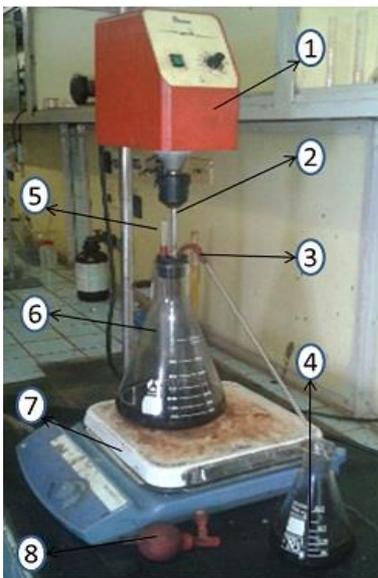
Figura 2.2 Estufa utilizada para el secado de las muestras.

Las muestras y los reactivos se pesaron en una balanza analítica, que se encuentra en el laboratorio de química del ISMM, como se muestra en las figuras 2.3



Figura 2.3 Balanza analítica

Para lograr los objetivos propuestos, la parte experimental se realizó a escala de laboratorio, realizando el proceso de lixiviación ácida, de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal, para lo que se empleó la instalación que se muestra en la figura 2.4, que se encuentra en el laboratorio de química del ISMM.



Leyenda

1. Agitador mecánico
2. Impelente de paletas planas
3. Utensilio para extraer las muestras
4. Almacenaje de la muestra(erlenmeyer 500 ml)
5. Termómetro
6. Reactor(erlenmeyer 2000 ml)
7. Plancha para el calentamiento
8. Pera para la succión de la muestra

Figura 2.4 Instalación

Realizado el proceso de lixiviación las muestras tomadas se sometieron a un proceso de filtración con una bomba de vacío, que se encuentra en el

laboratorio de química del ISMM, como se muestra en las figuras 2.5.



Figura 2.5 Intalación de filtración

El secado de las muestras se realizó en la estufa antes mencionada a 90 °C, durante 3 horas como se muestra en la figura 2.2.

2.2. Metodologías y métodos

2.2.1. Metodología para la selección de los principales factores de la investigación

Los rangos experimentales de los parámetros de estudio se tomaron a partir de las experiencias prácticas de la industria e investigaciones preliminares realizadas, analizadas en el capítulo I.

Los parámetros de estudio son:

- ✓ Temperatura del proceso
- ✓ Concentración inicial de ácido sulfúrico
- ✓ Concentración inicial del agente reductor (sulfato de hierro (II))
- ✓ Velocidad de agitación
- ✓ Granulometría
- ✓ Contenido de sólido

2.2.2. Metodología para la toma de muestra que se empleó en la investigación

Para realizar el muestreo se empleó el procedimiento elaborado por la empresa “Comandante” Ernesto Che Guevara y aprobado por la Oficina Nacional de Recursos Minerales (ONRM, 2007). Se muestra en el Anexo 1.

2.2.3. Metodología para el desarrollo de los experimentos

La metodología que se utilizó para la realización de los experimentos se presenta a continuación:

1. Se tomó una muestra representativa de residuo sólido del depósito y se sometió a un proceso de homogenización y selección mediante el método de cuarteo.
2. El producto obtenido se sometió a análisis químico por fluorescencia de rayos X para determinar la composición química de la materia prima.
3. Las muestras fueron sometidas a proceso de clasificación por medio de un proceso de tamizado y sedimentación para garantizar la granulometría de trabajo.
4. La investigación se realizó a escala de laboratorio en la instalación propuesta para tal objetivo (Figura 2.4), previamente se realizó el cálculo para determinar el volumen útil, ($V_{\text{útil}}$), debido a que los experimentos se realizaron en un reactor de 2 L y coeficiente de utilización (α) es del 85 % :

$$V_{\text{útil}} = V_{\text{total}} \cdot \alpha \quad 2.1$$

$V_{\text{útil}}$: volumen útil (L)

α : Coeficiente de utilización es del 85 % :

5. A partir del conocimiento de la información obtenida y de la matriz de experimentación codificada que se muestra en la tabla 2.2, se determinaron las cantidades de reactivos implicadas en las pruebas.

Para el diseño de la matriz de experimentación se utilizó el método factorial completo, que está basado en todas las posibles combinaciones entre las variables de estudio y los niveles escogidos, para ello se usó la siguiente fórmula:

$$N = n^{\theta} \quad 2.2$$

Donde:

N: Número de experimento

n: Número de niveles

θ : Número de factores

Durante la investigación se estudiaron seis variables y dos niveles, donde se

obtuvo la cantidad de pruebas siguientes: $2^6 = 64$.

En la tabla 2.2 se muestra la matriz codificada de la experimentación

Tabla 2.2 Matriz de experimentación codificada

N ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆
1	-	-	-	-	-	-
2	+	-	-	-	-	-
3	-	+	-	-	-	-
4	+	+	-	-	-	-
5	-	-	+	-	-	-
6	+	-	+	-	-	-
7	-	+	+	-	-	-
8	+	+	+	-	-	-
9	-	-	-	+	-	-
10	+	-	-	+	-	-
11	-	+	-	+	-	-
12	+	+	-	+	-	-
13	-	-	+	+	-	-
14	+	-	+	+	-	-
15	-	+	+	+	-	-
16	+	+	+	+	-	-
17	-	-	-	-	+	-
18	+	-	-	-	+	-
19	-	+	-	-	+	-
20	+	+	-	-	+	-
21	-	-	+	-	+	-
22	+	-	+	-	+	-
23	-	+	+	-	+	-
24	+	+	+	-	+	-
25	-	-	-	+	+	-
26	+	-	-	+	+	-
27	-	+	-	+	+	-
28	+	+	-	+	+	-
29	-	-	+	+	+	-
30	+	-	+	+	+	-
31	-	+	+	+	+	-
32	+	+	+	+	+	-
33	-	-	-	-	-	+
34	+	-	-	-	-	+
35	-	+	-	-	-	+
36	+	+	-	-	-	+
37	-	-	+	-	-	+
38	+	-	+	-	-	+
39	-	+	+	-	-	+
40	+	+	+	-	-	+
41	-	-	-	+	-	+
42	+	-	-	+	-	+
43	-	+	-	+	-	+
44	+	+	-	+	-	+
45	-	-	+	+	-	+
46	+	-	+	+	-	+
47	-	+	+	+	-	+
48	+	+	+	+	-	+
49	-	-	-	-	+	+
50	+	-	-	-	+	+
51	-	+	-	-	+	+
52	+	+	-	-	+	+
53	-	-	+	-	+	+
54	+	-	+	-	+	+
55	-	+	+	-	+	+
56	+	+	+	-	+	+
57	-	-	-	+	+	+
58	+	-	-	+	+	+
59	-	+	-	+	+	+
60	+	+	-	+	+	+
61	-	-	+	+	+	+
62	+	-	+	+	+	+
63	-	+	+	+	+	+
64	+	+	+	+	+	+

Considerando el diseño, se procede al cálculo y determinación de los factores y niveles de experimentación, los cuales se muestran en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Factores y niveles de experimentación

Factores/ Niveles	Temperatura (°C)	Concentración de H ₂ SO ₄ (g/L)	Concentración de FeSO ₄ (g/L)	Agitación (rpm)	Granulometría (mm)	% Sólido
Mínimo	85	49	13	750	-0,044	20
Máximo	100	132	21	1250	+0,044	40

Obtenidos los valores máximos y mínimos se procede a la confección de la matriz real, la cual se muestra en la tabla 2.4

Tabla 2.4 Matriz real de experimentación

	T(°C)	C(H ₂ SO ₄)	C(Fe ₂ SO ₄)	Re	Granulom	% SOLIDO
1	85	49	13	750	-0,044	20
2	100	49	13	750	-0,044	20
3	85	132	13	750	-0,044	20
4	100	132	13	750	-0,044	20
5	85	49	21	750	-0,044	20
6	100	49	21	750	-0,044	20
7	85	132	21	750	-0,044	20
8	100	132	21	750	-0,044	20
9	85	49	13	1250	-0,044	20
10	100	49	13	1250	-0,044	20
11	85	132	13	1250	-0,044	20
12	100	132	13	1250	-0,044	20
13	85	49	21	1250	-0,044	20
14	100	49	21	1250	-0,044	20
15	85	132	21	1250	-0,044	20
16	100	132	21	1250	-0,044	20
17	85	49	13	750	+0,044	20
18	100	49	13	750	+0,044	20
19	85	132	13	750	+0,044	20
20	100	132	13	750	+0,044	20
21	85	49	21	750	+0,044	20
22	100	49	21	750	+0,044	20
23	85	132	21	750	+0,044	20
24	100	132	21	750	+0,044	20
25	85	49	13	1250	-0,044	20
26	100	49	13	1250	+0,044	20
27	85	132	13	1250	+0,044	20
28	100	132	13	1250	+0,044	20
29	85	49	21	1250	+0,044	20
30	100	49	21	1250	+0,044	20
31	85	132	21	1250	+0,044	20
32	100	132	21	1250	+0,044	20
33	85	49	13	750	+0,044	40
34	100	49	13	750	-0,044	40
35	85	132	13	750	-0,044	40
36	100	132	13	750	-0,044	40
37	85	49	21	750	-0,044	40
38	100	49	21	750	-0,044	40
39	85	132	21	750	-0,044	40
40	100	132	21	750	-0,044	40
41	85	49	13	1250	-0,044	40
42	100	49	13	1250	-0,044	40
43	85	132	13	1250	-0,044	40
44	100	132	13	1250	-0,044	40
45	85	49	21	1250	-0,044	40
46	100	49	21	1250	-0,044	40
47	85	132	21	1250	-0,044	40
48	100	132	21	1250	-0,044	40
49	85	49	13	750	+0,044	40
50	100	49	13	750	+0,044	40
51	85	132	13	750	+0,044	40
52	100	132	13	750	+0,044	40
53	85	49	21	750	+0,044	40
54	100	49	21	750	+0,044	40
55	85	132	21	750	+0,044	40
56	100	132	21	750	+0,044	40
57	85	49	13	1250	+0,044	40
58	100	49	13	1250	+0,044	40
59	85	132	13	1250	+0,044	40
60	100	132	13	1250	+0,044	40

61	85	49	21	1250	+0,044	40
62	100	49	21	1250	+0,044	40
63	85	132	21	1250	+0,044	40

2.2.3.1 Metodología de cálculo

Considerando que la densidad de la materia prima empleada es de 2,9 kg/L y usando la expresión: (Palacios 2001)

$$\frac{1}{\rho_{pulp}} = \frac{X_{sólido}}{\rho_{sólido}} + \frac{(1 - X_{sólido})}{\rho_{líquido}} \quad (2.3)$$

Donde:

ρ_{pulp} : Densidad de la pulpa, kg/L

$\rho_{sólido}$: Densidad del sólido, kg/L

$\rho_{líquido}$: Densidad del líquido, kg/L

$X_{sólido}$: Masa del sólido,

$(1 - X_{sólido})$: Fracción másica del contenido de sólido.

Se sustituyen los valores en la expresión 2.3 y teniendo en cuenta los contenidos de sólido:

La masa total de la pulpa se determina por la expresión siguiente:

$$m_{pulp} = \rho_{pulp} \cdot V_{útil} \quad (2.4)$$

Se sustituye y se emplea la expresión (2.4) para determinar la masa total de la pulpa para cada contenido de sólido.

Una vez determinada la masa de la pulpa, se emplea la siguiente expresión para calcular la masa del sólido para cada caso:

$$m_{sólido} = m_{pulp} \cdot \%_{sólido} \quad (2.5)$$

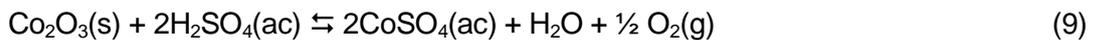
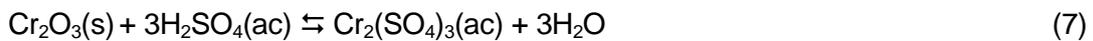
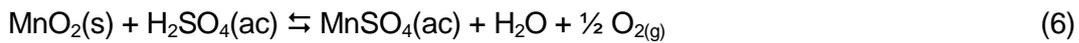
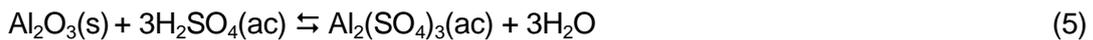
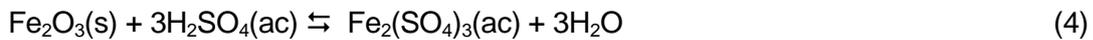
Se sustituye en la expresión 2.5 y se determina la masa del sólido en la pulpa.

La masa total de sólido necesaria para la experimentación es de 53 kg, 16 kg cuando se utiliza el 20 % de sólido y 37 kg cuando se utiliza 40 % de sólido.

Una vez determinada la masa de la pulpa, se emplea la siguiente expresión para calcular la masa del líquido para cada caso:

$$m_{\text{líquido}} = m_{\text{pulpa}} \cdot \%_{\text{líquido}} \quad (2.6)$$

Se sustituye en la expresión 2.6 y se determina la masa del líquido en la pulpa. La masa de ácido sulfúrico se calculó estequiométricamente, basado en la composición química del mineral y la posible extracción según experiencias obtenidas industrialmente y a escala de laboratorio. (Samalea 1986; Del Toro, 2001, Lobaina 2003; Martínez, 2006). Para ello se tuvo en cuenta las posibles reacciones que ocurren en el proceso de lixiviación.



Se calcula la masa de metal contenido en las colas con la expresión siguiente:

$$m_{\text{metal}} = \frac{m_{\text{cola}} \cdot \text{Ley}_{\text{metal}}}{100} \quad (2.7)$$

Se usa la expresión 2.7 para calcular el magnesio contenido en la misma para cada caso.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de magnesio debemos tener en cuenta que solo el 95 % del magnesio se lixivía, por lo tanto se debe calcular el magnesio transformado por la siguiente expresión:

$$m_{\text{metal transf}} = \frac{m_{\text{metal}} \cdot G_{\text{transf metal}}}{100} \quad (2.8)$$

Considerando la masa de magnesio contenido en el 20 % de sólido se utiliza la expresión 2.8 y se calcula el magnesio transformado.

Considerando la masa de magnesio contenido en el 40 % de sólido, se usa la expresión 2.8 para calcular el magnesio transformado.

Una vez determinada la masa de magnesio transformado para los diferentes valores de contenido de sólido, se calcula la masa de ácido sulfúrico por estequiometría aplicando la siguiente expresión:

$$m_{H_2SO_4} = \frac{m_{Metal-transf} \cdot M_{H_2SO_4}}{M_{Metal}} \quad (2.9)$$

Considerando la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de magnesio transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido se usa la expresión 2.7 para calcular el níquel contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se emplea la expresión 2.7 para calcular el níquel contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de níquel se debe considerar que solo el 95,6 % del níquel se lixivía, por lo tanto, usando la expresión 2.8, se calcula el níquel transformado para cada caso.

Considerando la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de níquel transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido se utiliza la expresión 2.7 para calcular el hierro contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se usa la expresión 2.7 para calcular el hierro contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de hierro se debe tener en cuenta que solo el 10 % del hierro se lixivía, por lo tanto usando la expresión 2.8, se calcula el hierro transformado para cada caso.

Considerando la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de hierro transformado para cada contenido de sólido, se puede calcular el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido con la expresión 2.7 se puede calcular el cobalto contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se emplea la expresión 2.7 para calcular el cobalto contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de cobalto se debe tener en cuenta que solo el 95 % del cobalto se lixivía, por lo tanto, usando la expresión 2.8, se puede calcular el cobalto transformado para cada caso.

Teniendo en cuenta la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de cobalto transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido y usando la expresión 2.7 se calcula el aluminio contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se puede usar la expresión 2.7 para calcular el aluminio contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de aluminio se debe tener en cuenta que solo el 10 % del aluminio se lixivía, por lo tanto, usando la expresión 2.8, se calcula el aluminio transformado para cada caso.

Considerando la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de aluminio transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido y usando la expresión 2.8 se calcula el manganeso contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se usa la expresión 2.8 para calcular el manganeso contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de manganeso se debe considerando que solo el 69 % del manganeso se lixivía, por lo tanto, usando la expresión 2.8, se calcula el manganeso transformado para cada caso.

Con la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de manganeso transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

Para un 20 % de sólido y usando la expresión 2.7 se calcula el cromo contenido en la cola.

Para un 40 % de sólido se usa la expresión 2.7 para calcular el cromo contenido en la cola.

Para determinar la masa de ácido sulfúrico necesaria para lixiviar el óxido de cromo se debe tener en cuenta que solo el 5 % del cromo se lixivía, por lo tanto, usando la expresión 2.8, se calcula el cromo transformado para cada caso.

Teniendo en cuenta la expresión 2.9 y los valores de las masas reales de cromo transformado para cada contenido de sólido, se calcula el consumo de ácido para cada caso.

La masa total de ácido sulfúrico consumido se muestra en la tabla 2.5, teniendo en cuenta el 1 % de exceso.

Tabla 2.5 Consumo de ácido sulfúrico.

	20 % sólido	40 % sólido
Metal	Consumo de H ₂ SO ₄ ,(kg)	Consumo de H ₂ SO ₄ ,(kg)
Fe	0,030	0,071
Ni	0,002	0,006
Co	0,00057	0,00134
Al	0,007	0,016
Mg	0,033	0,079
Mn	0,0036	0,008
Cr	0,001	0,002
Total	0,077	0,182
Total con exceso	0,078	0,184

Para determinar la masa de sulfato de hierro (II) heptahidratado se consideraron las reacciones químicas siguientes:



Suponiendo que el 100 % de cobalto y manganeso se reduce, entonces la masa del sulfato de hierro (II) heptahidratado (FeSO₄·7H₂O) se calcula por la siguiente expresión:

$$m_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{Metal}} \cdot M_{\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}}}{M_{\text{Metal}}} \quad (2.10)$$

Sustituyendo los valores en la expresión 2.10, se calcula el consumo de sulfato de hierro (II) heptahidratado para reducir el óxido de cobalto para cada caso de contenido de sólido.

Sustituyendo los valores en la expresión 2.10, se calcula el consumo de sulfato de hierro (II) heptahidratado para reducir el óxido de manganeso.

La masa total de sulfato de hierro (II) heptahidratado se muestra en la tabla 2.6

Tabla 2.6 Consumo de sulfato de hierro (II) heptahidratado.

	20 % sólido	40 % sólido
Metal	Consumo de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	Consumo de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
Co	0,002	0,004
Mn	0,015	0,035
Total	0,016	0,038

Las tablas 2.7 ,2.8 y 2.9 muestran el consumo de agente lixiviante (ácido sulfúrico) y de reductor (sulfato de hierro) que se consume durante la experimentación.

Tabla 2.7 Consumo de reactivo considerando todos los ensayos

Para 20 % de sólido			
Reactivos	Masa (kg)	Volumen (L)	Consumo total (L)
H_2SO_4	0,237	0,132	4
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,023	0,0124	0,4

Tabla 2.8 Consumo de reactivo considerando todos los ensayos

Para 40 % de sólido			
Reactivos	Masa (kg)	Volumen (L)	Consumo total (L)
H_2SO_4	0,559	0,311	10
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,055	0,0291	0,9

Tabla 2.9 Consumo total de reactivo

Reactivos	Consumo total (L)
H_2SO_4	14
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	1,3

2.2.4. Método termodinámico de la investigación.

El método de estudio termodinámico del proceso de lixiviación a escala de laboratorio, tiene como fin la determinación de la influencia de los parámetros de estudio en el mismo, expresado a través de una ecuación que describe el modelo termodinámico.

Las principales transformaciones físicas - químicas que pueden ocurrir durante la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato amoniacal con ácido sulfúrico y en presencia de sulfato de hierro (II) como agente reductor, atendiendo a la forma en que se encuentran los minerales en ellas son:

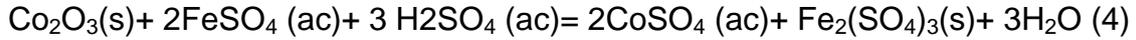
1. $\text{Co (s)} + 2\text{FeSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (s)} + 2\text{H}_2 \text{ (g)}$
2. $\text{Co (s)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + \text{H}_2 \text{ (g)}$
3. $\text{Co(OH)}_2 \text{ (s)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{O}$
4. $\text{Co}_2\text{O}_3 \text{ (s)} + 2\text{FeSO}_4 \text{ (ac)} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = 2\text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (s)} + 3\text{H}_2\text{O}$
5. $\text{Co}_2\text{O}_3 \text{ (s)} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = 2\text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + \frac{1}{2}\text{O}_2 \text{ (g)} + \text{H}_2\text{O}$
6. $\text{CoO (s)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + \text{H}_2\text{O}$
7. $\text{Cr}_2\text{O}_3 \text{ (s)} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (ac)} + 3\text{H}_2\text{O}$
8. $\text{MnO}_2 \text{ (s)} + 2\text{FeSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{MnSO}_4 \text{ (ac)} + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (s)} + 2\text{H}_2\text{O}$
9. $\text{MnO}_2 \text{ (s)} + \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = \text{MnSO}_4 \text{ (ac)} + \frac{1}{2}\text{O}_2 \text{ (g)} + \text{H}_2\text{O}$

Las principales transformaciones físico - químicas que experimenta el compuesto de cromo de la ecuación 7, pero el sulfato de cromo (III) $[\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3]$ obtenido puede interactuar con los óxidos superiores de manganeso, cobalto e hierro, produciéndose el cromo en forma hexavalente por las transformaciones 10, 11 y 12.

10. $3\text{MnO}_2 \text{ (s)} + \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{O} = 3\text{MnSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{CrO}_4 \text{ (ac)}$
11. $3\text{Co}_2\text{O}_3 \text{ (s)} + \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (ac)} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = 6\text{CoSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{CrO}_4 \text{ (ac)} + \text{H}_2\text{O}$
12. $3\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{ (s)} + \text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ (ac)} + 3\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ (ac)} = 6\text{FeSO}_4 \text{ (ac)} + 2\text{H}_2\text{CrO}_4 \text{ (ac)} + \text{H}_2\text{O}$

2.2.5. Método termodinámico del proceso de lixiviación ácida

Para calcular los diferentes valores de concentración de equilibrio del Co^{2+} . Se partió de la siguiente reacción:



Una vez seleccionada la reacción y usando la expresión 2.11 se calcula la constante de equilibrio. Se selecciona esta reacción por que se parte de la extracción de Co.

$$K_e = \frac{c^2 \text{CoSO}_4}{c^2 \text{FeSO}_4 \cdot c^3 \text{H}_2\text{SO}_4} \quad 2.11$$

Aplicando la siguiente expresión:

$$\ln K_e = -\frac{\Delta G}{RT} \quad 2.12$$

Combinando la expresión 2.11 y 2.12 se tiene que:

$$\ln \frac{c^2 \text{CoSO}_4}{c^2 \text{FeSO}_4 \cdot c^3 \text{H}_2\text{SO}_4} = -\frac{\Delta G}{RT} \quad 2.13$$

Aplicando la operación inversa de los logaritmos la expresión queda de la siguiente forma:

$$\frac{c^2 \text{CoSO}_4}{c^2 \text{FeSO}_4 \cdot c^3 \text{H}_2\text{SO}_4} = e^{-\frac{\Delta G}{RT}} \quad 2.14$$

Despejando ($c\text{CoSO}_4$) se tiene que:

$$c^2 \text{CoSO}_4 = e^{-\frac{\Delta G}{RT}} \cdot c^2 \text{FeSO}_4 \cdot c^3 \text{H}_2\text{SO}_4 \quad 2.15$$

Sustituyendo los valores de la reacción 4, en la expresión 2.15 se tiene que la concentración de CoSO_4 es:

$$c^2 \text{CoSO}_4 = e^{-\frac{\Delta G}{RT}} \cdot c^2 \text{FeSO}_4 \cdot c^3 \text{H}_2\text{SO}_4$$

Por tanto el modelo termodinámico queda expresado de la forma siguiente:

$$cCoSO_4 = \sqrt{e^{-\frac{\Delta G}{RT}} \cdot c^2 FeSO_4 \cdot c^3 H_2SO_4} \quad 2.16$$

Realizando simulaciones con la expresión matemática (2.16), puede estimarse la influencia de los principales factores termodinámicos de equilibrio de la reacción.

2.2.6. Método cinético de la investigación.

El método de estudio cinético del proceso de lixiviación a escala de laboratorio, tiene como fin la determinación de la velocidad de las transformaciones físico químicas, así como la influencia de los parámetros de estudio en el mismo, expresado a través de una ecuación que describe el modelo cinético.

Teniendo en cuenta que es un proceso heterogéneo y complejo, se partió de la expresión cinética general siguiente. (Smith 1966; Maslenivski 1969; Zelitman 1975; Rodríguez 1988).

$$-\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot C_1^a C_2^b \dots C_n^f \cdot Re^x \cdot S^y \cdot sol^z \cdot e^{-\frac{E}{RT}} \quad 2.17$$

Donde:

$c(Me)$.- concentración del metal (%).

k .- Constante de velocidad.

$C_{1, 2, n}$.- Concentración de los reactivos 1, 2 - n (g/L).

E .- Energía de activación (kJ/mole).

R .- Constante universal de los gases (kJ/moles·K).

T .- Temperatura (K).

V .- Volumen (L)

S .- Superficie (mm²).

sol .- Contenido de sólido (%).

Re .- Velocidad de agitación (rpm).

a, b, f, x, y, z .- Coeficientes empíricos.

A partir de los resultados experimentales, el diseño empleado, se realiza el análisis individual de cada factor como se muestra a continuación:

Para la influencia del reactivo

$$\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot C_1^a \cdot C_2^b \quad 2.18$$

Para la influencia de la agitación

$$\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot Re^x \quad 2.19$$

Para la influencia de la superficie de contacto

$$\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot S^y. \quad 2.20$$

Para la influencia del porcentaje de sólido

$$\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot sol^z \quad 2.21$$

Para la influencia de la temperatura

$$\frac{dc(Me)}{d\tau} = k \cdot V \cdot e^{\frac{-E}{RT}} \quad 2.22$$

Los coeficientes (a, b, x, E, y, z) se determinan analíticamente

Para determinar "E" se parte de la expresión siguiente que se obtiene despejando la ecuación 2.22:

$$\left(\frac{dc}{d\tau}\right)_1 = k \cdot V \cdot e^{\frac{-E}{RT}_1}; \left(\frac{dc}{d\tau}\right)_2 = k \cdot V \cdot e^{\frac{-E}{RT}_2} \quad 2.23$$

Por tanto

$$\frac{\left(\frac{dc}{d\tau}\right)_1}{\left(\frac{dc}{d\tau}\right)_2} = \frac{k \cdot V \cdot e^{\frac{-E}{RT}_1}}{k \cdot V \cdot e^{\frac{-E}{RT}_2}} \quad 2.24$$

Se simplifica la expresión y obtenemos que

$$\left(\frac{d\tau_2}{d\tau_1}\right) = e^{\frac{-E}{RT_1} + \frac{E}{RT_2}} \quad 2.25$$

Aplicamos logaritmo neperiano a la expresión y se tiene que

$$\ln \frac{d\tau_2}{d\tau_1} = \frac{E}{R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \quad 2.26$$

Por tanto

$$\frac{\ln \left(\frac{d\tau_2}{d\tau_1} \right) \cdot R}{\left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right)} = E \quad 2.27$$

Para determinar el coeficiente "a" se parte de la expresión siguiente que se obtiene despejando la ecuación 2.18:

$$\left(\frac{dc}{dt}\right)_1 = k \cdot V \cdot C_1^a ; \left(\frac{dc}{dt}\right)_2 = k \cdot V \cdot C_2^a \quad 2.28$$

Por tanto

$$\frac{\left(\frac{dc}{dt}\right)_1}{\left(\frac{dc}{dt}\right)_2} = \frac{k \cdot V \cdot C_1^a}{k \cdot V \cdot C_2^a} \quad 2.29$$

Se simplifica la expresión y se obtiene que

$$\left(\frac{d\tau_2}{d\tau_1}\right) = \frac{C_1^a}{C_2^a} \quad 2.30$$

Aplicando logaritmo a la expresión anterior se obtiene que:

$$\ln \left(\frac{d\tau_2}{d\tau_1} \right) = \ln \left(\frac{C_1}{C_2} \right)^a \quad 2.31$$

Por tanto

$$\frac{\ln \left(\frac{d\tau_2}{d\tau_1} \right)}{\ln \left(\frac{C_1}{C_2} \right)} = a \quad 2.31$$

Los coeficientes "b, x, y, z" se determinan de la misma forma que los demás expuestos.

2.3. Técnicas de análisis

2.3.1. Análisis químico por el método de Fluorescencia de Rayos X (FRX)

Consiste en hacer incidir un haz de rayos X con energía suficiente para excitar los diferentes elementos que componen la muestra. Los átomos excitados al pasar al estado normal emiten radiaciones X cuya longitud de onda va a ser característica de cada elemento y la intensidad de su fluorescencia es proporcional al contenido de dicho elemento en la muestra. El espectrómetro es capaz de separar las diferentes longitudes de onda y determinar su intensidad y mediante la resolución de un sistema de ecuaciones se calculan las concentraciones de los diferentes elementos relacionándolos con una serie de muestras patrones con las que se calibra el equipo. Se utiliza en la determinación de la composición química de las muestras sólidas que se obtuvieron producto de la lixiviación.

2.3.2. Análisis químico por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica

Se basa en la absorción selectiva de radiaciones electromagnéticas de diversas regiones del espectro por el sistema homogéneo. Como resultado de la absorción de radiación el cambio de energía del sistema es tan despreciable que generalmente no conduce a la alteración de la integridad de las moléculas de la sustancia absorbente. Cuando la fuente de radiación es específica de un elemento y utiliza la excitación por llamas donde se descompone la sustancia en átomos se denomina método espectrofotométrico de absorción atómica – es el más empleado en este trabajo. Se utiliza en la determinación de la composición química de los licores obtenidos del proceso de lixiviación investigado y como método de control.

Conclusiones del capítulo

- 1- Se expusieron los materiales métodos y metodología empleadas en la realización de la investigación.
- 2- Se empleó el método de diseño experimental factorial completo para analizar la influencia de los principales factores en la extracción del cobalto contenido en las colas de la tecnología carbonato amoniacal.
- 3- Se presentaron los métodos cinético y termodinámico para establecer el comportamiento del proceso.
- 4- El análisis químico del producto obtenido se realizó por el método de Fluorescencia por Rayos X.

3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación se muestran los resultados de la investigación, así como el análisis realizado a cada una de las variables de estudio.

3.1. Análisis termodinámico

La figura 3.1, muestra la posibilidad termodinámica de ocurrencia de las principales reacciones (1 a la 9), que pueden ocurrir durante la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato amoniacal con ácido sulfúrico y en presencia de sulfato de hierro (II) como agente reductor.

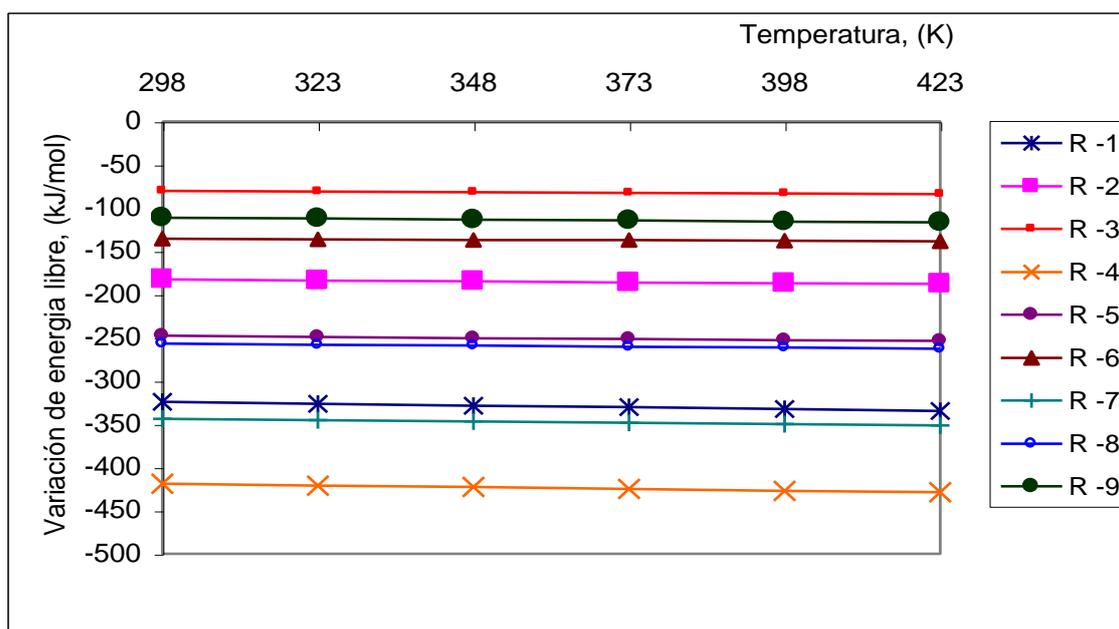


Figura 3.1 Posibilidad termodinámica de las reacciones 1 a la 9

La reacción de mayor espontaneidad es la 4, en la cual, interactúa el óxido de cobalto (III) con el sulfato de hierro (II) en medio ácido, seguida por la reacción 7 donde reacciona el óxido de cromo (III) con el ácido sulfúrico obteniendo como producto el sulfato de cromo (III), el cual posteriormente reacciona con los óxidos superiores de cobalto, manganeso y hierro. Como tercera reacción más probable es la 1, donde el cobalto metálico parcialmente reducido en los

hornos reacciona con el sulfato de hierro (II) en medio ácido; la otra transformación es la 8 en la cual reacciona el óxido de manganeso (IV) con sulfato de hierro (II) también en presencia del ácido sulfúrico.

Se puede decir que: las transformaciones de mayor posibilidad son las que se lixivian con ácido sulfúrico y sulfato de hierro (II), todas reacciones de oxidación reducción, excepto la reacción del óxido de cromo (III) que reacciona con ácido sulfúrico solamente.

En la figura 3.2 se muestra el comportamiento de la variación del potencial isobárico – isotérmico respecto a la temperatura en la interacción de óxidos superiores de hierro, manganeso y cobalto con el sulfato de cromo (III).

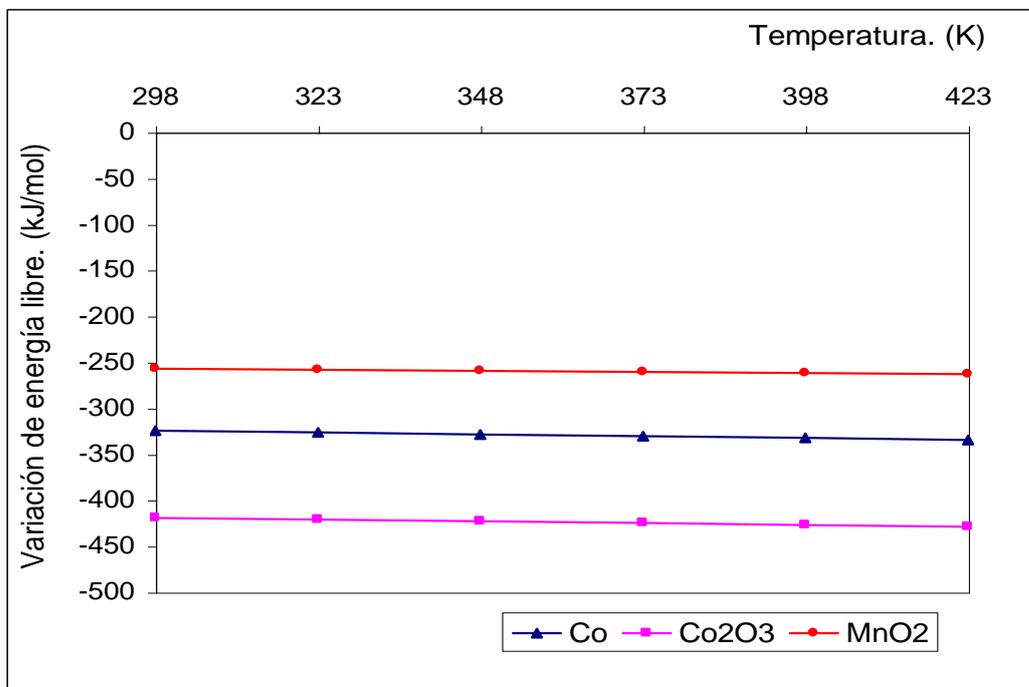


Figura 3.2 Comportamiento de la variación del potencial isobárico - isotérmico respecto a la temperatura en la interacción de óxidos superiores de hierro, manganeso y cobalto con el sulfato de cromo (III).

La reacción de mayor espontaneidad es la del Co_2O_3 , en la cual, interactúa el óxido de cobalto (III) con el sulfato de hierro (II) en medio ácido, seguida por la del Cr_2O_3 que reacciona con el ácido sulfúrico obteniendo como producto el sulfato de cromo (III).

3.1.1. Termodinámica del proceso de lixiviación ácida

Mediante la ecuación 2.16 se determinó la masa de H_2SO_4 y $FeSO_4$. Una vez calculadas las masas de H_2SO_4 y $FeSO_4$ respectivamente se asumió una serie de concentraciones tanto de H_2SO_4 como $FeSO_4$ para analizar el posible comportamiento de la extracción de cobalto bajo diferentes condiciones de trabajo, las concentraciones se asumieron teniendo en cuenta los niveles de experimentación. Los resultados obtenidos se muestran en las figuras 3.3; 3.4 y 3.5 se muestra el comportamiento de la relación entre las variables de estudio y la extracción de cobalto. Los efectos miden la influencia que tiene una combinación de factores en la respuesta.

En la figura 3.3 se muestra la interacción de la temperatura con la concentración de cobalto, teniendo en cuenta la concentración de ácido y de sulfato.

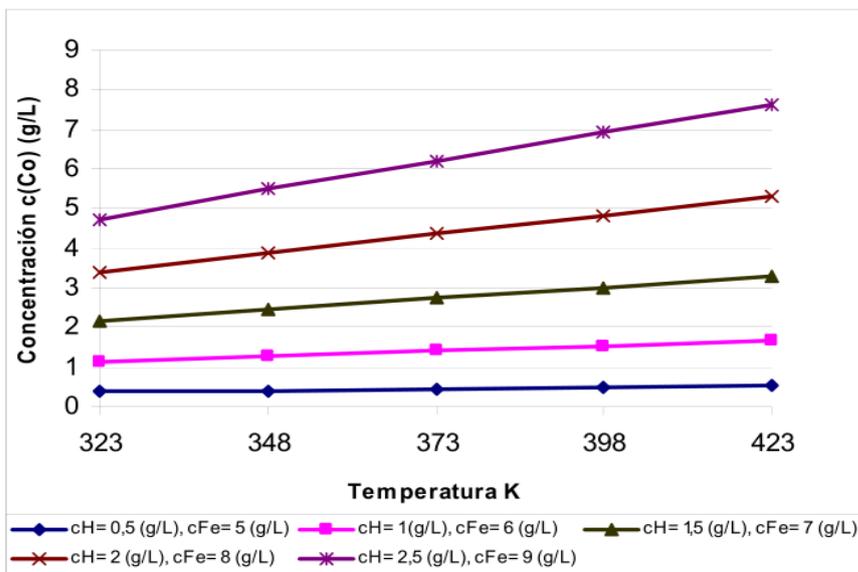


Figura 3.3 Relación de extracción de cobalto (T vs c (Co))

Como se muestra en la figura 3.3 la mayor concentración de cobalto se logra a concentraciones de 2,5 g/L de ácido y 9 g/L de sulfato y a una temperatura de 423 K, a estas condiciones la concentración de Co es de 7,8 g/L. Lo cual indica que la extracción depende significativamente de la concentración inicial de ácido sulfúrico y de sulfato de hierro (II).

La figura 3.4, muestra la interacción entre la concentración de ácido con la concentración de Co, teniendo en cuenta la concentración de sulfato y la temperatura.

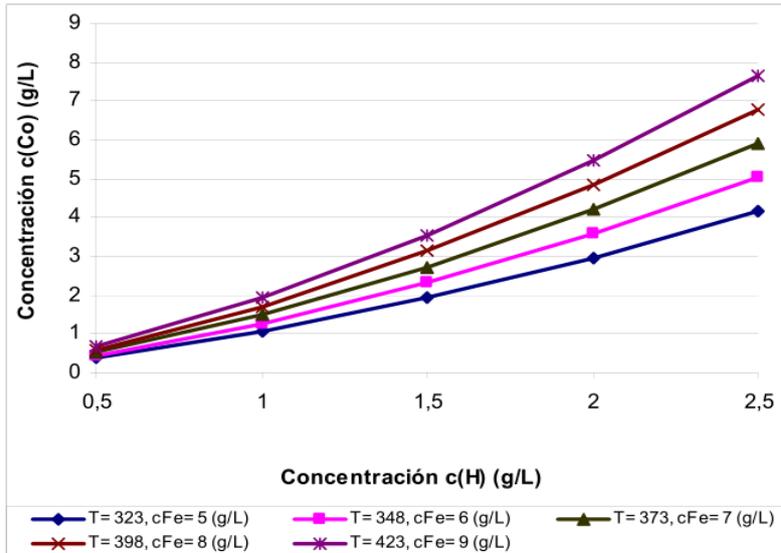


Figura 3.4 Relación de extracción de cobalto ($c(\text{Co})$ vs $c(\text{H}^+)$)

En la interacción, concentración inicial de ácido y concentración de cobalto, la mayor extracción de cobalto ocurre cuando la concentración de ácido es máxima, lo que indica que el parámetro que más influye en la extracción es la concentración inicial de ácido, en la figura se muestra que el valor máximo de concentración de Co se logra a una temperatura de 423 K y a una concentración de 9 g/L de FeSO_4 .

La figura 3.5, muestra la interacción entre la concentración de sulfato de hierro (II) con la concentración de Co, teniendo en cuenta la concentración de ácido y la temperatura.

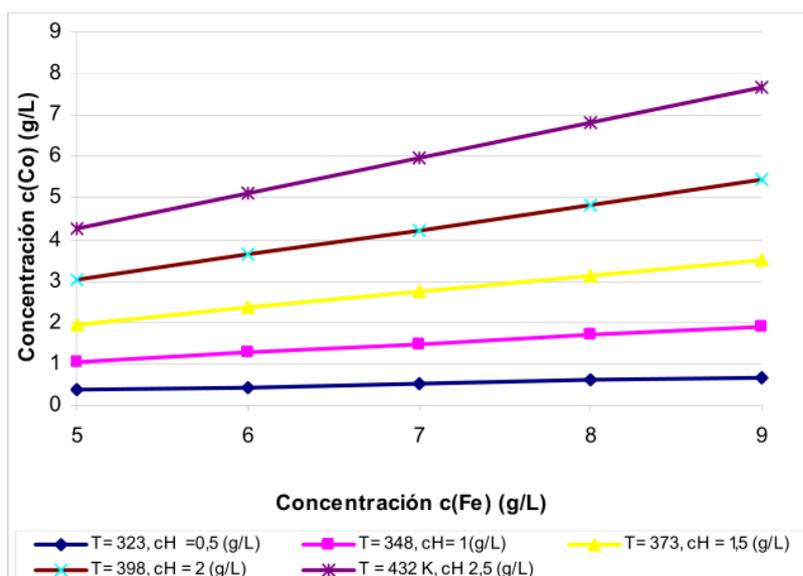


Figura 3.5 Relación de extracción de cobalto ($c(\text{Co})$ vs $c(\text{Fe})$)

En la interacción de las variables concentración inicial de sulfato de hierro (II) y concentración inicial de cobalto, la mayor extracción de cobalto ocurre a una temperatura de 423 K y una concentración de sulfato 9 g/L, lo que refleja la influencia positiva de la concentración de sulfato, a mayor sea esta mayor será la concentración de cobalto y con ello mayor extracción.

3.2. Análisis del comportamiento de las variables de estudio

Los cambios que deben efectuarse para extraer valores metálicos a partir de menas minerales ocurren por lo general mediante procesos heterogéneos.

A continuación se muestran las extracciones promedio considerando los parámetros de estudio y sus respectivos niveles, superior e inferior, tablas 3.1 y 3.2 respectivamente.

Tabla 3.1 Extracción de Co promedio para valores mínimos.

Muestras	Tiempo (min)	Ext-Co a T= 85 C	Ext-Co a c(H ₂ SO ₄)= 49 g/l	Ext-Co a c(FeSO ₄)= 13 g/l	Ext-Co a Vel= 750rpm	Ext-Co a Granul= 0,044 mm	Ext-Co a % Sól= 20
Muestra 1	5	36,771	37,245	39,219	36,707	40,411	44,575
Muestra 2	10	36,409	37,320	35,934	35,934	40,166	43,533
Muestra 3	15	37,147	37,772	36,839	36,839	41,259	45,311
Muestra 4	20	38,075	39,110	38,015	38,015	42,237	46,277
Muestra 5	25	36,560	38,910	40,770	37,574	42,581	46,515
Muestra 6	30	37,622	39,317	40,432	38,453	43,018	46,091

Tabla 3.2 Extracción de Co promedio para valores máximos.

Muestras	Tiempo (min)	Ext-Co a T= 100 C	Ext-Co a c(H ₂ SO ₄)= 132 g/l	Ext-Co a c(FeSO ₄)= 21 g/l	Ext-Co a Vel= 1250rpm	Ext-Co a Granul=0,044 mm	Ext-Co a % Sól= 40
Muestra 1	5	40,810	41,335	38,362	41,874	38,170	34,005
Muestra 2	10	40,681	40,274	39,792	41,660	37,428	34,061
Muestra 3	15	41,151	41,527	39,370	42,460	38,040	33,987
Muestra 4	20	41,222	42,188	41,487	43,283	39,061	35,021
Muestra 5	25	40,757	41,407	40,267	42,743	37,736	33,802
Muestra 6	30	42,049	42,355	40,134	43,219	38,654	35,581

Las tablas 3.1 y 3.2 muestran los resultados de la experimentación reflejando que a valores máximos de temperatura, concentración de ácido, velocidad de

agitación y concentración de sulfato la extracción es superior, siendo al contrario con la granulometría y el contenido de sólido.

. 3.2.1 Influencia de la temperatura sobre la extracción de cobalto

En la figura 3.6 se presenta la influencia de la temperatura sobre la extracción de cobalto. En la misma se muestra, que las extracciones de cobalto a temperaturas de 100 °C son superiores a las que se alcanzan cuando la temperatura es de 85 °C, esto es debido a una mayor ruptura de la estructura cristalina de los minerales portadores de cobalto y a la vez a la activación de estos para interactuar con el agente lixiviante. Las extracciones de cobalto a 100 °C alcanzan valores de 40,810 %, mientras que en la serie a 85 °C promedia valores de 37,749 %, durante los primeros 5 minutos, los resultados de las pruebas se muestran en la Figura 3.6.

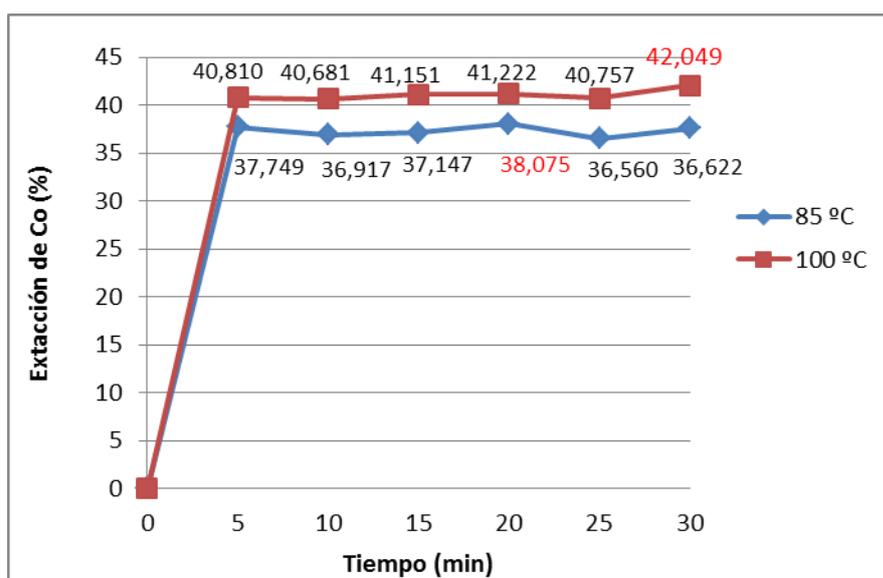


Figura 3.6 Extracción de cobalto en función del tiempo y la temperatura

Como regularidad en las curvas de extracción de cobalto a diferentes temperaturas se aprecia un incremento de la misma durante los primeros 5 minutos, y posterior a los 20 min varía de forma sinusoidal. Este fenómeno resulta más pronunciado a medida que disminuye la temperatura, así por ejemplo las ondulaciones que transcurren a temperaturas de 85 °C son más pronunciadas que las que ocurren a 100 °C,

3.2.2. Influencia de la concentración inicial de reactivo lixiviante sobre la extracción de cobalto

La concentración inicial del agente lixiviante (ácido sulfúrico) es fundamental en la cinética durante la extracción del cobalto a partir de las colas de la tecnología carbonato amoniacal.

Para el análisis de la influencia del ácido sobre la extracción de cobalto durante la lixiviación de las colas se realizó una serie de experimentos según la matriz diseñada y los resultados de las pruebas se muestran en la Figura 3.7.

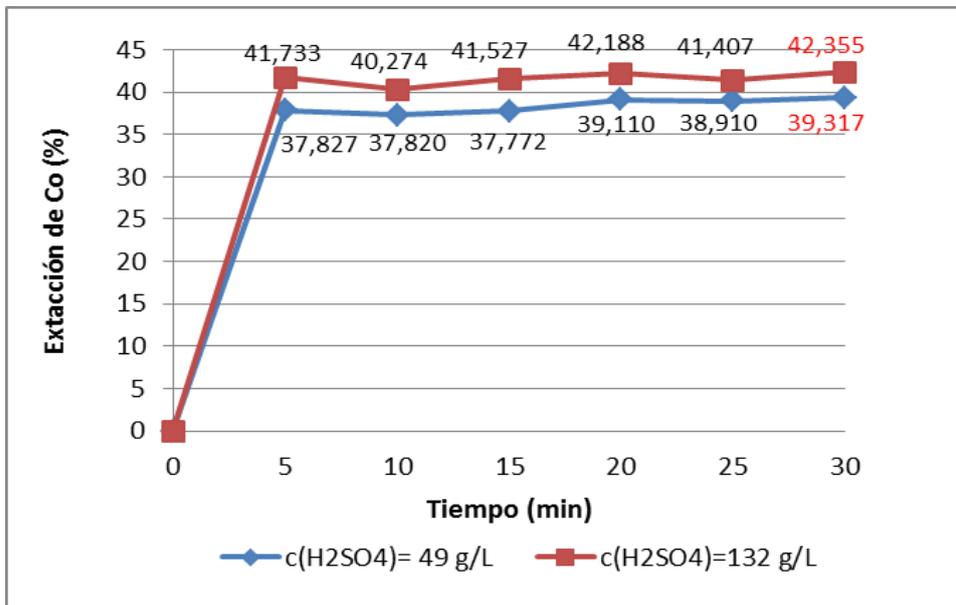


Figura 3.7 Extracción de cobalto en función del tiempo y el contenido inicial de ácido

Se aprecia la tendencia positiva que ejerce el incremento de la concentración inicial de ácido sobre la extracción de cobalto.

Del análisis realizado sobre la influencia de la concentración de ácido inicial en el proceso de lixiviación de cobalto desde las colas se puede concluir que un incremento de la concentración inicial de ácido favorece la extracción de cobalto; desde 49 a 132 g/L.

3.2.3. Influencia de la cantidad inicial de sulfato de hierro (II) sobre la extracción de cobalto

Para el estudio de la influencia del sulfato de hierro (II) sobre la extracción de cobalto durante la lixiviación de las colas, se realizó una serie investigativa donde los resultados de las pruebas experimentales se muestran en la figura 3.8.

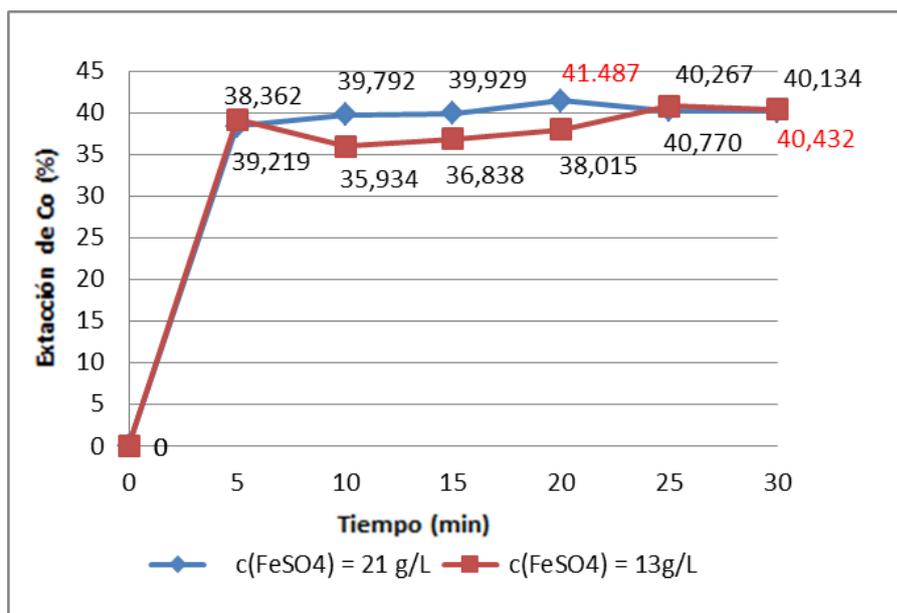


Figura 3.8 Extracción de cobalto en función del tiempo y el contenido inicial de sulfato de hierro (II)

En la figura 3.8 se muestra que la presencia del sulfato de hierro (II) durante la lixiviación ácida de las colas favorece la extracción de cobalto en todas las pruebas realizadas. La comparación de las extracciones en función de las cantidades de agente reductor permite afirmar la existencia de una tendencia general de un incremento no significativo de la extracción de cobalto con el incremento del contenido de sulfato de hierro (II) de 13 a 21 g/L; ya que las curvas se mantienen casi constantes en todo el experimento, solo se incrementa de 39,810 a 41,487 respectivamente a los 20 minutos.

3.2.4. Influencia de la agitación sobre la extracción de cobalto

La función principal de la agitación durante el proceso de lixiviación es homogenizar la pulpa alimentada en el reactor con los reactivos añadidos al mismo, para evitar las sobresaturaciones de reactivos en determinadas zonas, así como la uniformidad de la temperatura en el sistema y la no sedimentación del sólido en el fondo del reactor. Los resultados de las pruebas se muestran en la Figura 3.9.

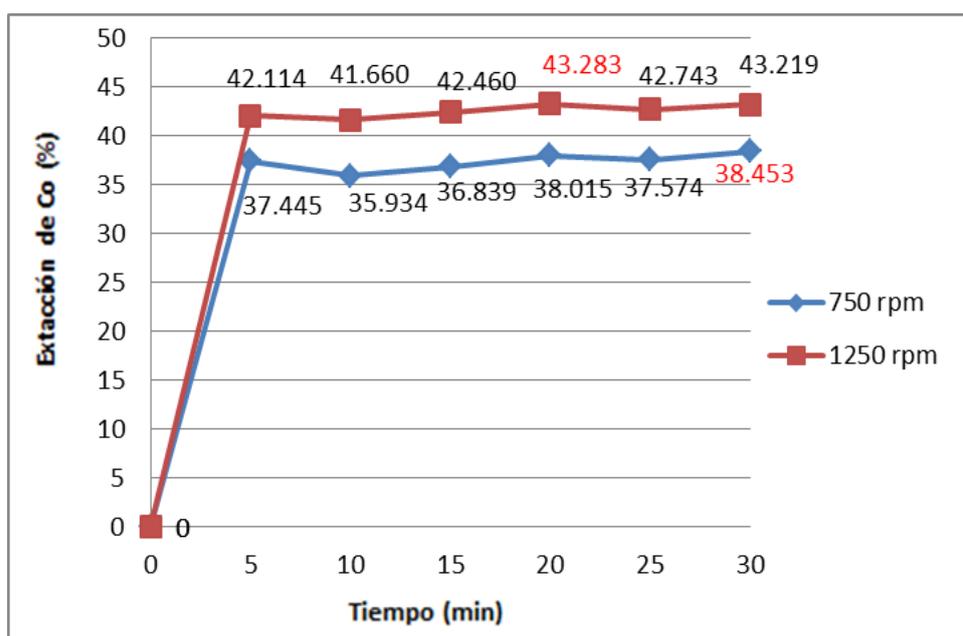


Figura 3.9 Extracción de cobalto en función del tiempo y la agitación

En la figura 3.9 se aprecia una influencia significativa de la agitación sobre la extracción de cobalto durante la lixiviación en el rango estudiado (750–1250 rpm). Esto está dado en el hecho de que los valores del criterio de Reynolds alcanzados en la instalación investigativa se mantenían en el rango pequeño de un régimen hidrodinámico de transición.

3.2.5. Influencia de la granulometría sobre la extracción de cobalto

Como se conoce, una de las etapas principales en la cinética de la lixiviación de las colas es el acto de la reacción química que ocurre en la superficie del óxido lixiviable. La magnitud de esta superficie es determinante en la velocidad de la reacción y la misma depende de la granulometría de la cola que se alimenta al proceso.

En la práctica industrial de lixiviación ácida de lateritas se utilizan tamaños de partículas menores de 0,083 mm y en experimentaciones realizada en la investigación se emplearon granulometrías de $-0,044$ a $0,00$ mm y de $-0,083$ a $+0,044$ mm, todo esto sobre la base de que el cobalto se extrae fundamentalmente desde las partículas más finas.

Las extracciones de cobalto en función de la granulometría de la mena se muestran en la figura 3.10, en la misma se muestra la tendencia de la extracción de cobalto con respecto al tamaño de las partículas. En ella se muestra que a mayores tamaño de partículas, la recuperación del metal es menor debido a que se dificulta la penetración del reactivo lixivante hasta el centro de las partículas, limitando el contacto con los elementos principales a lixiviar, mientras que con la disminución de la granulometría se incrementa la interface de contacto, lo que conlleva a un aumento de la extracción del cobalto durante el proceso.

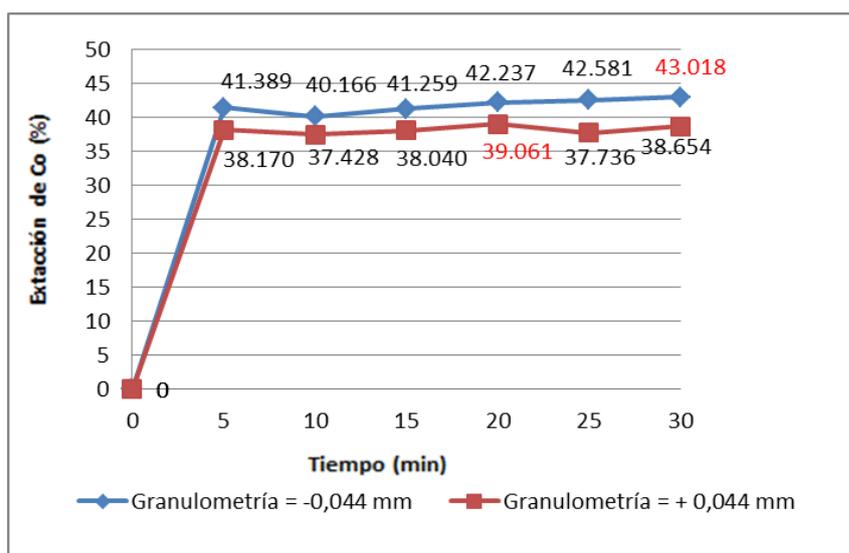


Figura 3.10 Extracción de cobalto en función del tiempo y la granulometría inicial

3.2.6. Influencia del contenido de sólido inicial sobre la extracción de cobalto.

Como regularidad las extracciones de cobalto durante el proceso de lixiviación ácida dependen en gran medida de la cantidad de sólido en un volumen de trabajo determinado, ya que así será la cantidad de reactivo lixivante y la disolución de este. La influencia del contenido de sólido en las pulpas sobre la extracción de cobalto durante la lixiviación de las colas se evaluó en las condiciones de 20 y 40 % de sólido.

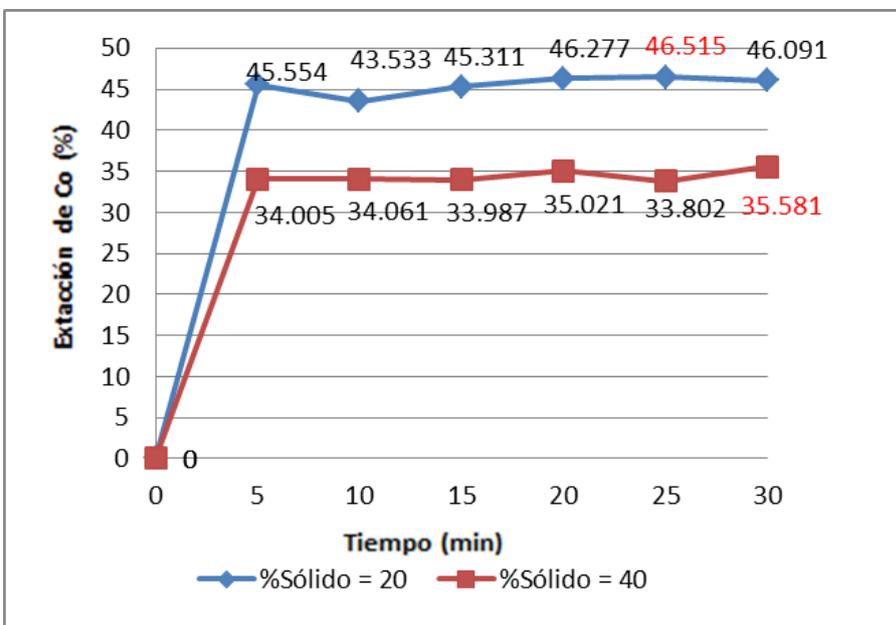


Figura 3.11 Extracción de cobalto en función del tiempo y el contenido de sólido inicial en la pulpa.

De acuerdo con los resultados reflejados en la figura 3.11 se puede establecer que la cantidad de sólido adecuada para garantizar elevadas extracciones de cobalto durante la lixiviación de las colas es de 20 % de la masa de pulpa.

3.3. Modelo cinético del proceso de lixiviación de cobalto

3.3.1. Cinética del proceso de lixiviación

Procesada la información experimental se obtienen los coeficientes empíricos y sustituyen en la ecuación 2.17, obteniendo la ecuación cinética del proceso de lixiviación ácida de los minerales, con el fin de obtener cobalto .

$$-\frac{dc(Co)}{d\tau} = k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} (C_e - C_t) \quad 3.1$$

Donde

$$c_e CoSO_4 = \sqrt{e^{-\frac{\Delta G}{RT}} \cdot C^3_{H_2SO_4} \cdot C^2_{FeSO_4}} \quad 3.2$$

Se multiplica la ecuación por – 1

$$-\frac{dc(Co)}{d\tau} = k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} (C_e - C_t) \quad 3.3$$

$$\frac{dc(Co)}{(C_e - C_t)} = -k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} d\tau \quad 3.4$$

Integrando la ecuación anterior se obtiene:

$$\int_{C_0}^{C_t} \frac{dc(Co)}{(C_e - C_t)} = -k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} \int_0^t d\tau \quad 3.4$$

Al resolver la ecuación anterior el resultado es:

$$\ln(C_e - C_t) / C_0 = -k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} \cdot t \quad 3.5$$

$$\ln \frac{(C_e - C_t)}{(C_e - C_0)} = -k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} \cdot t \quad 3.6$$

Donde:

$$N = -k \cdot V \cdot C_{H_2SO_4}^{0,156} \cdot C_{FeSO_4}^{0,046} \cdot Re^{0,397} \cdot S^{-1,854} \cdot sol^{-0,585} \cdot e^{\frac{401,897}{RT}} \quad 3.7$$

Por tanto

$$\ln \frac{(C_e - C_t)}{(C_e - C_0)} = -N \cdot t \quad 3.8$$

Aplicando exponencial para eliminar el logaritmo y considerando que $C_0 = 0$, la expresión queda de la manera siguiente:

$$\frac{(C_e - C_t)}{(C_e)} = e^{-N \cdot t} \quad 3.9$$

Por tanto el modelo cinético queda expresado de la forma siguiente:

$$C_t = C_e(1 - e^{-N \cdot t}) \quad 3.10$$

3.3.2 Validación del modelo cinético

La validación del modelo se realiza mediante la contraposición de los resultados experimentales y los resultados logrados con ayuda del modelo (ecuación 3.10). Después de simulado el modelo se obtuvieron los resultados teóricos los cuales se comparan con los prácticos, los mismos se muestran en la figura siguiente.

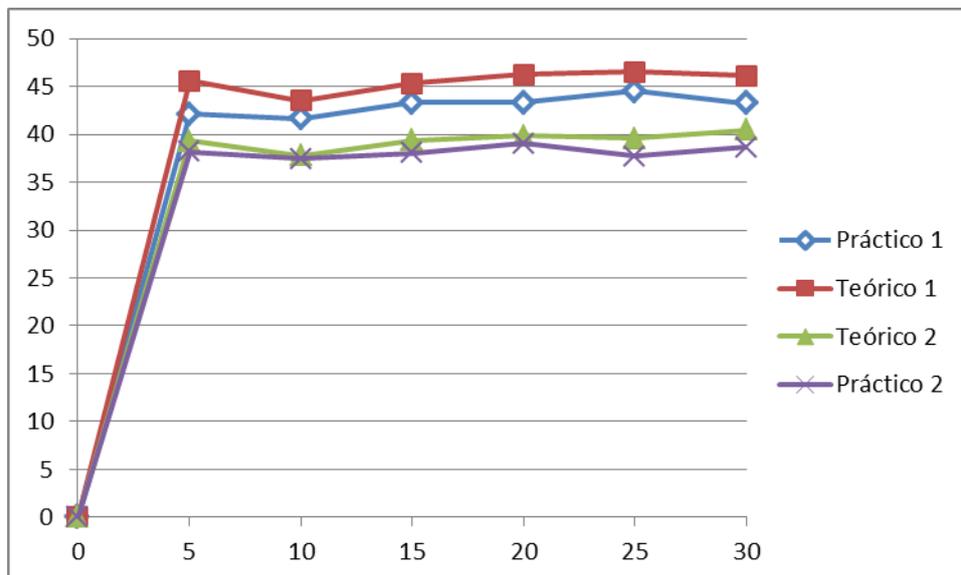


Figura 3.12 Valores obtenidos experimentalmente y por simulación bajo las siguientes condiciones:

Teórico 1: $T= 95\text{ }^{\circ}\text{C}$, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=150\text{ g/L}$, $c(\text{FeSO}_4)=25\text{ g/L}$, $\% \text{ s\u00f3lido}=15$, granulometr\u00eda= $-0,044\text{ mm}$ y $\text{Re}=1750$.

Teórico 2: $T=75\text{ }^{\circ}\text{C}$, $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=40\text{ g/L}$, $c(\text{FeSO}_4)=10\text{ g/L}$, $\% \text{ s\u00f3lido}=45$, granulometr\u00eda= $-0,083\text{ mm}$ y $\text{Re}=750$

Como muestra la figura 3.12, existe similitud entre el modelo te\u00f3rico y el pr\u00e1ctico, lo que demuestra su adecuaci\u00f3n.

3.4. Evaluaci\u00f3n ecol\u00f3gica

Teniendo en cuenta la posibilidad del tratamiento de la cola de la tecnolog\u00eda carbonato amoniacoal como materia prima para la recuperaci\u00f3n de cobalto como elemento principal en el proceso de lixiviaci\u00f3n \u00e1cida a presi\u00f3n atmosf\u00e9rica, es posible proponer un dise\u00f1o de una tecnolog\u00eda para el procesamiento de este residual, el cual se muestra en la figura 3.13.

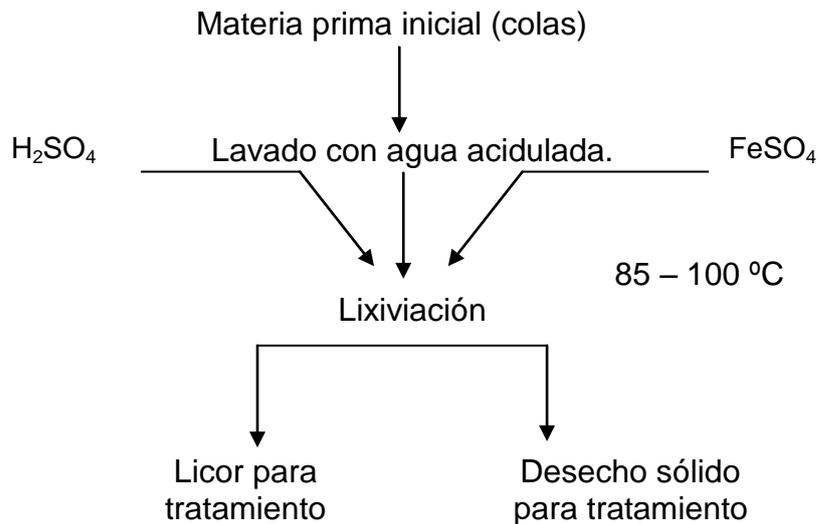


Figura 3.13 Dise\u00f1o tecnol\u00f3gico para el tratamiento de las colas

Ecol\u00f3gicamente es factible en un futuro poder dise\u00f1ar una tecnolog\u00eda que trate las colas amoniacoales, ser\u00eda de gran utilidad ya que se extraer\u00eda el cobalto que se pierde en estos residuales, lo cual proporcionar\u00e1 grandes beneficios a la econom\u00eda del pa\u00eds, adem\u00e1s ayudar\u00eda a eliminar las grandes acumulaciones de este desecho s\u00f3lido y favorecer\u00eda a restablecer el ecosistema de la zona.

Conclusiones parciales

- Las variables independientes de estudio tienen una influencia positiva en la extracción de cobalto, mientras que la granulometría y el contenido de sólido lo hacen de manera inversa, para los tiempos y concentraciones estudiadas.
- El modelo cinético validado arrojó resultados adecuados a los obtenidos experimentalmente.
- El comportamiento de las variables se corresponden con los elementos de simulación cinética.

CONCLUSIONES

Del análisis de los principales resultados del trabajo se concluye que:

Mediante la investigación del proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal se determinó como influyeron cada una de los parámetros tecnológicos en la extracción de cobalto donde se obtuvo que; la temperatura la concentración inicial de ácido, la concentración inicial del sulfato de hierro (II), y la agitación tiene una influencia positiva y directamente proporcional en la extracción del mismo, mientras que el contenido de sólido y la granulometría de las partículas tiene un efecto inverso, y se estableció el modelo termodinámico y cinético que rige dicho proceso.

RECOMENDACIONES

- Realizar la investigación a Escala de Banco.

BIBLIOGRAFÍA

1. Brugueras N. 2005. Evaluación del proceso de recuperación del cobalto mediante la lixiviación con ácidos orgánicos de las menas lateríticas fuera de balance. Tesis en opción al grado científico de Doctor en Ciencias Técnicas. Moa, ISMM.
2. Castillo, G.; Villafañe, C. 2003. Recuperación de Ni y Co de laterita ferruginosa del estado Cojedes a través de la biolixiviación con cultivos de *Aspergillus Niger*. Trabajo especial en opción al título de ingeniero Metalúrgico. Caracas. Universidad Central de Venezuela.
3. Colectivo de autores. 1968. Componente de manganeso – cobalto – níquel en las lateritas. Serie laterita 1. La Habana, Academia de Ciencias de Cuba.
4. Del Toro A. 2001. Lixiviación de residuales sólidos de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” utilizando el sulfato de hierro II como agente reductor y ácido sulfúrico para lixiviar. Trabajo de diploma. Moa, ISMM.
5. Garbey A. 2005. Recuperación de cobalto a partir de las colas de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” mediante el uso de mezclas de ácidos oxálicas y tartáricas. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
6. García-Peña E. et al. 2011. Extracción de cobalto por lixiviación ácida de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal. Tesis en opción al título de Master en Ciencias. Moa. ISMM.
7. Godinez M. 2005. Lixiviación del sólido residual de la tecnología carbonato amoniacal con ácido sulfúrico y sulfato de Fe II como agente reductor en lecho fijo en columnas. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.

8. Jones D. 2000. Procedimiento para la extracción de valores de níquel/cobalto a partir de mena o concentrado, que comprende someter la mena a oxidación a presión, someter el licor obtenido a un tratamiento de precipitación y someter el precipitado a una etapa de lixiviación.
9. Kakovski. 1979. Termodinámica y cinética de los procesos hidrometalúrgicos. Editorial Metalurgia. Moscú. 217p.
10. Lobaina D. 2003. Lixiviación de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal en presencia de ácido sulfúrico como agente lixivante y sulfato de hierro II como reductor. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
11. Martínez L. 2006. Lixiviación del sólido residual de la tecnología carbonato amoniacal con ácido sulfúrico y sulfato de Fe II como agente reductor. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
12. Medrano A. 2007. Lixiviación Ácida de los Residuales Sólidos de la tecnología Carbonato amoniacal. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
13. Mustapha C. 1977. Contribución a la valoración de las ferralitas níquelíferas de Nueva Caledonia. La Habana, CIPIMM.
14. Mushinga, A. 2012. Extracción de cobalto por medio de lixiviación ácida a partir de los escombros lateríticos empleando sulfato de cobre como agente reductor. Trabajo de diploma. Moa, ISMM.
15. Nebreda M. 1998. Método para la recuperación de níquel y de cobalto, a partir de los minerales de laterita, por medio de la lixiviación combinada a presión atmosférica y a presión moderada.
16. Nebreda M. 1999. Recuperación de níquel y cobalto a partir de minerales.
17. Palacios A. 2001. Recuperación de cobalto por medio de la lixiviación ácida de los escombros lateríticos. Tesis en opción al grado de Doctor en
18. Ciencias Técnicas. Moa, ISMM.

19. Peláez R. 2002. Evaluación experimental de la recuperación de cobalto mediante la lixiviación orgánica a partir de las colas de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
20. Penedo, M. et al. 2011. Extracción de níquel y cobalto de colas del proceso Caron aplicando líquidos de pirolisis. Universidad de Oriente. 17 p
21. Perry`s R., Ch. C. 1999. Chemical Engineers Hanbook. Editorial Pueblo y Educación. Tomo I.
22. Ramírez Y. 2002. Recuperación de cobalto a partir de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal empleando mezclas de ácidos orgánicos oxálicos y tartáricos. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.
23. Rodríguez-Dominguez J. 2012. et al. Recuperación de cobalto por lixiviación ácida a partir de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM
24. Samalea G. 1996. Lixiviación de las colas viejas de la tecnología carbonato amoniacal en medio ácido con SO_2 y H_2SO_3 . Informe Técnico. Cuba, Nicaro.
25. Zelikman A “et al”. 1975. Teoría de los Procesos Hidrometalúrgicos. Editorial Metalurgia, Moscú. 492p.
26. Urgelles 2014. Cinética de la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato amoniacal para la extracción de cobalto. Trabajo de Diploma. Moa, ISMM.

ANEXOS

ANEXO 1

Procedimiento empleado para extracción de la muestra de cola en el dique.

Programa para la toma de una muestra representativa de las colas del proceso industrial de la empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”.

INTRODUCCIÓN

La industria del níquel, ya sea mediante la tecnología carbonato amoniacal o la de lixiviación ácida a presión, genera cada año un elevado volumen de residuos sólidos (colas), ya que estos procesos solamente recuperan alrededor del 2 % de los elementos útiles contenidos en las menas enviadas al proceso, su estudio resulta una vía necesaria para el aprovechamiento máximo de nuestros recursos minerales.

Como parte de las investigaciones que se desarrollan para el tratamiento de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, en el Centro de Investigaciones de Níquel (CEINNIQ) se desarrolla el proyecto “Recuperación de Co, Ni y otros valores metálicos a partir de las colas de la tecnología carbonato amoniacal” para lo cual se requiere de una muestra representativa del material depositado en la Presa de Colas de la Empresa “Cdte. Ernesto Che Guevara con un peso aproximado de 3 t, para investigar a escala de laboratorio y miniplanta la posible separación y concentración de los minerales útiles contenidos.

La selección del sitio de toma, la extracción, preparación y caracterización del material y la organización general de los trabajos se realizarán con la participación de especialistas del Centro de Investigaciones del Níquel, de la empresa “Cdte. Ernesto Che Guevara” y del ISMM.

Breve caracterización del lugar de toma de la muestra.

La Presa de Colas de la Empresa “Cdte. Ernesto Che Guevara se localiza a menos de un Km. al oeste de la planta, constituye un depósito ubicado al norte del Yacimiento Punta Gorda, entre la carretera Moa –Baracoa y la franja litoral,

limita al este por el cauce del río Moa y su zona de seguridad medioambiental, al oeste está limitada por las instalaciones del Puerto de Moa. Las colas almacenadas durante más de 20 años, provienen mayoritariamente del procesamiento de las menas limoníticas y serpentínicas del Yacimiento Punta Gorda, y a partir del 2005 del Yacimiento Yagrumaje Norte.

La cortina de la presa está siendo sistemáticamente modificada para incrementar su capacidad según el ritmo de producción de la Planta, sus características principales son:

Cota inicial de la superficie terreno ----- 5.0 m SNM.

Superficie actual ----- 232,0 Ha.,

Perímetro actual ----- 7,2 Km.

Altura referente al nivel del mar (Mínima) ----- 5,0 m

Altura referente al nivel del mar (Máxima) ----- 15,0 m

Crecimiento estimado de la cortina por año ----- 1,5 m

Altura final estimada por proyecto ----- 21,0 m

Está ubicada dentro de las siguientes coordenadas Este 701000/703500; Norte 222380/224000.

Caracterización geoquímica de los materiales depositados

Sobre las operaciones de vertimiento de residuales del proceso industrial de la planta en la Presa de Colas se tienen datos confiables a partir de 1987 hasta la fecha.

La tabla No.1 muestra el tonelaje de los materiales vertidos por año y el contenido de Níquel, Hierro y Cobalto. Se destacan valores paulatinamente descendentes del contenido de Níquel en las colas debido al descenso del contenido de níquel en el mineral y al incremento de la eficiencia industrial. De manera que los mejores contenidos se encuentran en la parte inferior del perfil y en las áreas de almacenamiento iniciales.

También se cuenta con los registros de cuatro pozos perforados en el Sector de Inicio del almacenamiento, los mismos cuentan con datos de las muestras tomadas a lo largo de todo el perfil, alcanzado con perforaciones con auxilio de barrenas helicoidales, estas muestras tienen además de sus descripciones, resultados de Ni, Co, Fe, SiO₂, MgO, Mn, S, Zn, Ca y Cao. [Ver Tabla No. 2.]

Tabla No. 1 Cantidad de Mineral depositado en el dique de colas.

Año	Toneladas de mineral.	Ni	Co	Fe
1987	230095	0,600	0,087	*43,886
1988	860049	0,545	0,079	*43,886
1989	1194438	0,485	0,079	43,886
1990	965667	0,490	0,08	44,656
1991	913130	0,390	0,077	44,830
1992	980684	0,462	0,079	44,045
1993	928822	0,446	0,085	43,951
1994	894896	0,462	0,091	44,260
1995	1363864	0,407	0,095	45,219
1996	1873932	0,385	0,095	47,500
1997	2506242	0,374	0,101	46,990
1998	2576590	0,307	0,080	49,130
1999	2655524	0,308	0,079	47,150
2000	2732629	0,291	0,076	47,570
2001	2680996	0,306	0,084	47,630
2002	2746407	0,320	0,097	47,922
2003	2740388	0,310	0,090	46,830
2004	2759113	0,286	0,083	47,460
2005	2800679	0,334	0,081	43,880
2006	2858602	0,290	0,075	43,563
2007	2908050	0,269	0,069	45,656
2008	2587617	0,277	0,072	47,154
2009	2568435	0,342	0,076	47,796
TOTAL	45326849	0,340	0,083	46,369

Nota: * Asumido.

En el mes de Agosto de 2006, la UB Minera indicó la realización de 4 perforaciones orientativas en la Presa de Colas con el objetivo de caracterizar un sector para la extracción de una muestra con fines tecnológicos. Un

resumen de los resultados, se presentan en la Tabla No. 2. Estos pozos fueron perforados en el depósito inicial (1987-1997), situado cerca de la carretera, la distancia entre los mismos es de unos 12-15 m y se encuentran alineados Tabla 2. Aproximadamente en la dirección Oeste-Este.

No. pozo	Este	Norte	Cota Boca del
1	701164,1090	222563,8740	15,1610
2	701521,5850	222535,8680	15,0660
3	701879,5830	222507,7250	15,6210
4	702235,7420	222479,6200	15,9750

En la Tabla No.2, se muestra una evaluación comparativa de los resultados promedio de cada uno de los pozos con el material depositado en los tres primeros metros a partir de la boca de los pozos. Los cálculos para los tres primeros metros, se efectuaron, teniendo en cuenta el comportamiento del alcance promedio de la retroexcavadora, prevista como equipo de extracción, bajo las condiciones de un solo banco, así como las condiciones de seguridad de las operaciones.

En la misma se destaca que, en general, los mayores contenidos de Níquel se encuentran hacia los niveles más bajos, coincidiendo con las capas depositadas en los primeros años. El comportamiento de la variabilidad de los contenidos en profundidad, se muestra en la Tabla. No 2 A, en la misma se observa que de los elementos útiles el más variable es el Níquel, presentando valor máximo en el Pozo No.1. El elemento menos variable en profundidad, de los 10 estudiados, es el Hierro, con coeficientes de variación muy estables, entre 2,41 y 2,59 %. Del resto de los elementos estudiados, el más variable es el Azufre S, alcanzando su coeficiente de variación un valor máximo de 131,19% en el Pozo No. 3.

Comportamiento de la variabilidad vertical en los pozos. Tabla 3

Pozo	%SiO ₂	%MgO	%Ni	%Fe	%Co	%Cu	%Zn	%Mn	%Ca	%CaO	%S
1	14,04	15,05	28,20	2,41	25,15	17,26	13,60	14,95	80,26	71,92	18,61
2	15,52	17,46	24,72	2,49	10,95	23,83	4,59	16,14	22,40	20,94	24,31
3	15,88	20,79	19,25	2,59	7,87	16,57	8,73	14,42	39,93	40,09	131,9
4	14,42	16,29	17,06	2,41	8,50	15,52	8,78	13,93	20,26	19,95	94,66

Selección de los puntos de muestreo

Considerando que el resultado promedio de la calidad de los materiales depositados desde el año 1987 hasta el 2009 es:

Elementos

Ni = 0,340 %; Co = 0,083% ; Fe = 46,369 %

Tendremos que los mismos son representativos de todo el material depositado durante más de 20 años de operaciones de la Planta Industrial. Estos materiales son característicos, casi exclusivamente del procesamiento del mineral del Yacimiento Punta Gorda, pues las operaciones en el Yacimiento Yagrumaje Norte comenzaron a principios del 2005 alimentándose a la Planta en cantidad limitada. Si se comparan los resultados promedio de los tres primeros metros en cada uno de los pozos, con los resultados promedio de todo el material almacenado, se puede ver que el Pozo No. 2 es el que mejor se ajusta a la condición de representatividad, según se muestra en la tabla No. 4.

Tabla No. 4

Localización	Ni %	Co%	Fe%
En toda la Presa	0.340	0.083	46.369
En el Pozo N o. 2	0.330	0.080	42.100
Desviación %	5.17	4.76	8.84

La Tabla No 4 muestra las desviaciones en % al comparar la calidad de todo el material depositado con cada uno de los pozos perforados.

Tabla No. 5

Criterios comparados	Elementos	
	Ni %	Co%
Fe%		
Presa - Pozo No. 1	16.70	7.32
5.95		
Presa - Pozo No. 2	5.17	4.76
8.84		
Presa - Pozo No. 3	0.57	10.71
11.87		
Presa - Pozo No. 4	13.79	7.14
11.22		

Teniendo en cuenta que las desviaciones posibles de obtener por extrapolación de los contenidos dentro del área de influencia de los Pozos (8 metros) no superan el 10 %, se considera que se puede obtener una muestra de todo el material depositado con una desviación total que no debe superar el 15 %. Por todos estos aspectos, el estudio y localización del punto de extracción, pueden garantizar una muestra representativa de los materiales promedios depositados con la confiabilidad adecuada para el propósito de este proyecto.

Partiendo de los resultados anteriores, de las características del material almacenado y de las áreas donde los equipos puedan trabajar sin peligro, se determina que se puede realizar la extracción del material del Pozo No.2.

Organización de los trabajos de extracción

Características ingeniero- geológicas del área.

El área del depósito de colas presenta un corte que en forma descendente, está formado por las siguientes capas:

- Una capa de color negro, de composición limo arcillosa, no plásticas. La que se clasifica por el SUCS, como ML. Este material cuando está saturado es muy blando llegando a fluir.
- Una capa de cieno, de composición areno arcillosa con abundante materia orgánica constituida por mangles en descomposición, corales y conchas con un fuerte olor propio de la materia en descomposición. Este material clasifica por el SUCS como SM.
- La capa siguiente está constituida por arcilla muy plástica de color abigarrado, con pequeñas concreciones duras de Fe. Este material clasifica por el SUCS, como CH.
- Le sigue una capa de sedimentos marinos de composición arenosa de granos gruesos con restos de corales, conchas y caracoles. Este material clasifica por el SUCS, como SM.

De acuerdo con las características de las primeras tres capas sobre la que yace el depósito de colas, y la alta humedad del área; la extracción del mismo tiene un alto grado de complejidad, no así el de la muestra la que puede ser extraída sin grandes dificultades.

Para la extracción de la muestra se hará una excavación de tres metros de profundidad por cuatro en los lados; teniendo como centro el punto definido por las coordenadas X-701521; Y- 222535 (Pozo No 2). Esta excavación se realizará con una retroexcavadora y el transporte deberá ser en 3 big bag de 1t, en un camión.

El material extraído será trasladado hacia el Centro de Investigaciones del Níquel para su homogeneización y caracterización.

Secuencia del trabajo:

1. Se marcarán las cuatro esquinas del área y luego se delimitarán los bordes con una marca visible sobre la cola.

2. Se sitúa la retroexcavadora alineada con el sentido de la excavación y se mueve hasta un punto donde pueda realizar un corte vertical del extremo opuesto de la excavación.
3. Se comienza a realizar la excavación en una esquina, hasta alcanzar tres metros de profundidad. Cuidando no llenar el cubo; para evitar una presión excesiva, que provoque el derrumbe de las paredes o el atascamiento de la retroexcavadora.
4. Se desplaza la excavación hacia el otro lado hasta llegar al límite y cuidando que se conserve la profundidad de tres metros.
5. Se desplaza la retroexcavadora y se comienza un nuevo ciclo hasta terminar la extracción.

Medidas para evitar el atascamiento de los equipos:

1. La retroexcavadora no llenará el cubo para evitar sobrecargas en las orugas.
2. Solamente se trabajará después de no menos de cuatro días sin lluvias.
4. Se tendrá en el área alguna madera u otro material que pueda ser empleado para aumentar la superficie de apoyo de la retroexcavadora por si ocurre algún peligro de atascamiento.

Validación de la muestra

Para la validación de la muestra, se establece un sistema de muestreo aleatorio después de la homogenización y se analiza por absorción atómica en el laboratorio central del CEINNIQ.