

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/319143228>

CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA DE LOS ESTÉRILES MINEROS: YACIMIENTO MOA. HOLGUÍN. CUBA

Article · January 2006

CITATIONS

0

READS

104

7 authors, including:



[María Caridad Ramírez Pérez](#)

Universidad de Moa

5 PUBLICATIONS 4 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



[José Alberto Pons Herrera](#)

Instituto Superior Minero Metalúrgico Dr. Antonio Núñez Jiménez

8 PUBLICATIONS 5 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



[Arisbel Cerpa](#)

European University of Madrid

3 PUBLICATIONS 0 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



[Roberto Lorenzo Rodríguez Pacheco](#)

Instituto Geológico y Minero de España

151 PUBLICATIONS 580 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Stability calculation of "El Descargador" tailing dam (Cartagena, Spain) [View project](#)



Uso de Escorias Siderurgicas [View project](#)



Roberto Rodríguez y Ángel García Cortés (Eds.), *LOS RESIDUOS MINERO-METALÚRGICOS EN EL MEDIO AMBIENTE*
 ©Instituto Geológico y Minero de España, Madrid, 2006.
 ISBN 84-7840-656-5

CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA DE LOS ESTÉRILES MINEROS: YACIMIENTO MOA. HOLGUÍN. CUBA

María Caridad Ramírez Pérez¹, Francisco José Alguacil Priego², José Alberto Pons Herrera¹,
 Arisbel Cerpa Naranjo¹ y Roberto Rodríguez³

⁽¹⁾ Departamento de Metalurgia. Facultad de Metalurgia Electromecánica. Instituto superior Minero-Metalúrgico
 "Antonio Núñez Jiménez". 83329 Moa, Holguín (Cuba)
 maricarirp@yahoo.es, japonsito@yahoo.es, arisbels@yahoo.com

⁽²⁾ Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM). Departamento de Metalurgia y Reciclado de Materiales.
 Avenida: Gregorio del Amo, 8. 28040 Madrid (España)
 fjalgua@cenim.csic.es

⁽³⁾ Departamento de Química. Facultad de Ciencias. Universidad de Girona. Campus Montilivi. 17071 Girona, España
 roberto.rodriguez@udg.es

1. INTRODUCCIÓN

Los yacimientos de lateritas ferro-niquelíferas de Cuba están ubicados fundamentalmente en la parte norte de la Isla. Las mayores reservas se localizan en la región nororiental, en la provincia de Holguín. Los depósitos de lateritas existentes en Cuba constituyen una de las mayores reservas de níquel y cobalto a nivel mundial conjuntamente con Nueva Caledonia, Rusia, Canadá, Corea, China y Brasil. En la figura 1 se destacan los principales distritos mineros existentes en la región oriental de Cuba.

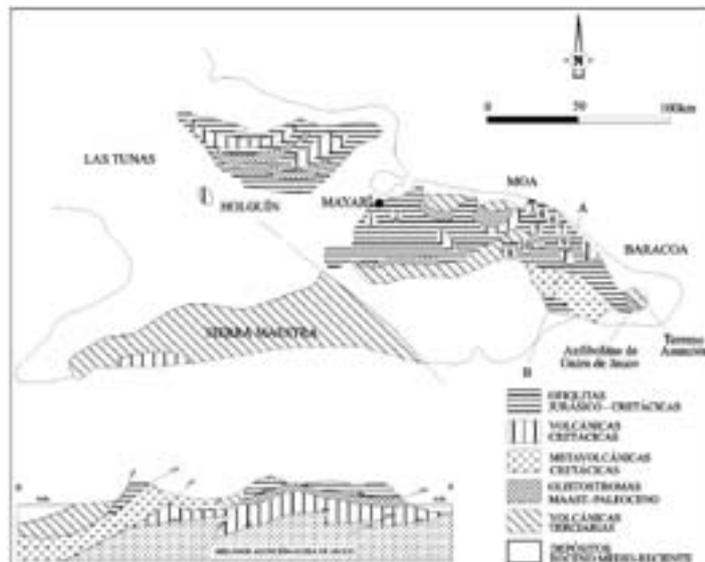
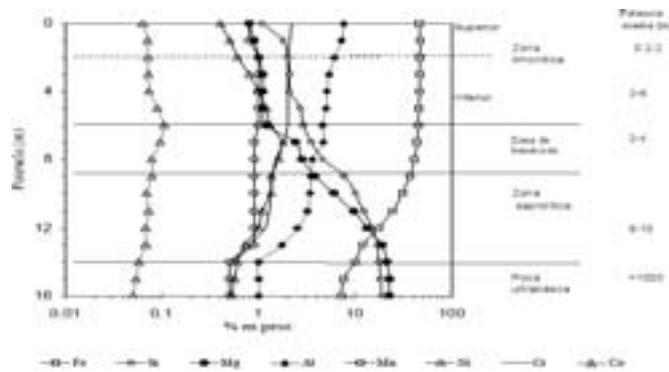


Figura 1. Ubicación de la faja ofiolítica Mayarí-Baracoa (modificado de Iturrealde-Vinent, 1996 en Rodríguez, 2002). Los números indican la ubicación de las principales áreas de distribución de los depósitos lateríticos de níquel y cobalto: 1- Pinares de Mayarí, 2- Nicaro, 3- Moa, 4- Punta Gorda-Yagrumaje, 5- Las Camariocas, 6- Cantarana-La Delta, 7- Santa Teresita, 8-La Fangosa, 9- Iberias y 10- Piloto.



MARÍA CARIDAD RAMÍREZ PÉREZ, FRANCISCO JOSÉ ALGUACIL PRIEGO, JOSÉ ALBERTO PONS HERRERA, ARISBEL CERPA NARANJO Y ROBERTO RODRÍGUEZ

El perfil de estos yacimientos lateríticos se caracteriza por una concentración variable en profundidad de los elementos químicos Ni, Co, Fe, Mg, Si, Cr, Mn, etc. En la figura 2 se pueden ver un perfil de la distribución de estos elementos en el corte de acuerdo a las diferentes zonas de meteorización y grado de oxidación. La explotación de estos yacimientos se realiza por el método de minería a cielo abierto (figura 3). Durante este proceso de apertura del yacimiento para la extracción de la masa mineral útil es donde se generan los escombros lateríticos. Estos estériles mineros están integrados por la parte superior del corte laterítico donde la masa mineral del depósito presenta una concentración de níquel inferior al 0.8% en peso. Estos estériles son extraídos y acumulados en las cercanías de la propia mina como se puede apreciar en la figura 3. A estas acumulaciones artificiales se les conoce con el nombre de escombreras.



SCHEMATIC LATERITE PROFILE	COMMON NAME	APPROXIMATE ANALYSIS (%)				EXTRACTION PROCESS
		Ni	Co	Fe	MgO	
	RED LIMONITE	<0.8	<0.1	>50	<0.5	
	YELLOW LIMONITE	0.8 to 1.5	0.1 to 0.2	40 to 50	0.5 to 5	
	TRANSITION	1.5 to 4		25 to 40	5 to 15	
	SAPROLITE/ GARNIERITE/ SERPENTINE	1.0 to 3	0.02 to 0.1	30 to 25	10 to 20	
	FRESH ROCK	0.3	0.01	5	20 to 40	

Figura 2. Parte superior perfil del corte del yacimiento laterítico Moa y distribución de los principales elementos químicos en el corte de acuerdo con la profundidad (Rodríguez, 2002). En la parte inferior un esquema de las diferentes zonas del corte laterítico y los diferentes procesos metalúrgicos que se utilizan a nivel mundial para su explotación.



Figura 3. Vista de la mina a cielo abierto de uno de los yacimientos de níquel en explotación, se observan las diferentes acumulaciones de los estériles mineros en las escombreras y la inundación por agua en la parte baja (Rodríguez, 2002).

El mineral extraído es procesado en dos plantas metalúrgicas existentes en las proximidades del depósito. En estas dos plantas se emplean dos métodos o procesos metalúrgicos para la extracción del mineral. El proceso de lixiviación carbonato amoniacal y el proceso de lixiviación ácida. En la figura 2 se puede observar la parte del corte laterítico donde se extrae la masa mineral que es empleada en cada proceso metalúrgico.

Los escobros se acumulan año tras año en las llamadas escombreras como resultado de la explotación del mineral laterítico, cuyas reservas en los sectores del yacimiento explotado superan los 100 millones de toneladas (Palacios, 2001). Estos materiales representan un problema ambiental pues debido a las altas precipitaciones que se producen en la zona son erosionados por la escorrentía superficial y contaminan las aguas superficiales con metales pesados (Rodríguez, 2002). El aporte de sedimentos a las aguas de escorrentía superficial y constituyen un foco de contaminación ambiental ocasionando un serio desequilibrio en los ecosistema de la región continental y marina. El arrastre de sedimentos tan finos incrementa la turbidez del agua y con ello evita la entrada de la luz y afecta el desarrollo de plantas y animales (Ramírez y Pons, 2001, Rodríguez, 2002).

2.1. Antecedentes en el estudio de los estériles mineros (escobros) de los yacimientos lateríticos de Cuba

La caracterización de los escobros lateríticos cubanos se ha realizado por varios investigadores (Swardjo, 1969, Torralba, 1976, Vershinin *et al.*, 1984). Estos trabajos se han desarrollado en diferentes depósitos. Los escobros de los yacimientos de Pinares de Mayarí, Mina Martí, Atlantic y Yamanigüey han sido los más estudiados. Las primeras investigaciones se desarrollaron en el Centro de Investigaciones Metalúrgicas (CIME), destacándose los trabajos de Swardjo (1969) y Torralba (1976), los cuales estuvieron dirigidos, fundamentalmente, a la obtención de concentrados de hierro para la producción de arrabio y aceros.

Desde el punto de vista mineralógico, Vershinin *et al.*, (1984) plantean que en la composición mineral



de los ocres predominan la goethita, la aluminogoethita, la maghemita, la hematita y la hidrargilita coincidiendo con los trabajos realizados por Blanco (1985) y Rojas (1995) los que además demostraron que los principales minerales portadores de níquel y de cobalto en el corte laterítico del yacimiento Moa son la goethita y la hidrargoethita. En esencia, los autores caracterizan a estas lateritas como una mena de hierro con altos contenidos de níquel, cobalto y cromo. Ostroumov y Rojas (1985) demostraron que, en la mineralogía de los escombros lateríticos de Moa (sectores Atlantic y Yamanigüey), predominan las fracciones mayores 80 micras y las fases minerales de goethita, hematita, magnetita, maghemita e hidrargilita.

La distribución de los elementos químicos en los granos de diferentes tamaños ha sido otra de las investigaciones realizadas (Almaguer y Zamarzy, 1993). Estos investigadores concluyeron que el hierro, níquel y el cobalto se encuentra en mayor medida en las fracciones más gruesas (mayores de 1.6 mm) y en las más finas (menor de 0.05 mm), siendo las principales fases portadoras, la hematita y las gibbsita. Falcón y Hernández (1993) demuestran que en el escombros, los contenidos de níquel, hierro, óxido de cromo y cobalto son: 0.43%; 50.1%; 2.95 y 0.029% en peso, respectivamente, y que el aumento del hierro en la clase mayor de 0.83 mm es debido a la separación de los perdigones constituidos por aglomerados naturales con elevados contenidos de hierro. También se observaron contenidos elevados de este metal en las clases más finas.

La información básica que debe recoger la caracterización de una mena o mineral, incluye la composición química global, los minerales presentes y su composición y el tamaño del grano de los minerales y su interrelación (textura) (Ballester, 1995). Días y Mojena (1990), estudiaron por la técnica de microsondas, las fracciones granulométricas del escombros laterítico de Pinares de Mayarí concluyendo que la fracción mayor de 2 mm está compuesta por una masa $(\text{Fe}_2(\text{Al},\text{Si})+\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$ predominando el Al sobre el Si y apareciendo como inclusión Ni y Mn, además de algunas segregaciones de cuarzo. Los granos más compactos son aquellos que contienen menos Al y el cambio de las tonalidades de color de los granos está en dependencia del contenido de dicho elemento.

El comportamiento térmico de los escombros del yacimiento Moa y los de mina Martí fue estudiado por García *et al.*, (1990), para ello hicieron uso del análisis termogravimétrico y termodiferencial. En los resultados de sus experimentos hasta 1000 °C se observaron efectos endotérmicos debidos a la pérdida de agua de constitución de la goethita que por deshidratación pasa a hematita y efectos exotérmicos que indicaron la presencia α -Antigorita.

Un caso particular lo constituye los escombros del Sector A de la mina de la Empresa Pedro Soto Alba Moa Nickel S.A, en Moa, en los que los autores han centrado la atención en los últimos cinco años. El presente trabajo tiene como objetivo principal caracterizar este residuo sólido a través del estudio de sus propiedades físicas y químicas y en segundo lugar sentar las bases para seleccionar esquemas de tratamiento y proponer vías para su utilización industrial. A los millones de toneladas generados y acumulados en la cercanía de la mina no se les ha encontrado ninguna aplicación práctica durante los más de 40 años de actividad extractiva en la región de Moa y 60 en la zona de Nicaro.

2 MATERIALES Y MÉTODOS

2.1. Preparación de las muestras

La muestra para el estudio fue tomada de las escombreras del Sector A, de la Empresa Pedro Soto Alba Moa Nickel S.A. en Moa, Cuba. Se tomaron 1000 kg de escombros lateríticos. Las muestras fueron homo-





geneizados, cuarteados. A partir de este proceso fue seleccionada la muestra representativa. Posteriormente se efectuó un tamizado con el objetivo de obtener las fracciones granulométricas +10; -10+8; -8+6; -6+4; -4+2; -2+0.83 y -0.83 mm) deseadas para la investigación. Las fracciones, así como una muestra sin tamizar, fueron pulverizadas, por separado, en un molino de bolas para lograr el tamaño de partículas micrométricos de acuerdo a los análisis químicos y las técnicas analíticas a emplear en el desarrollo de trabajo que se describen a continuación.

2.2. Equipos y técnicas empleadas en la caracterización de los escombros

La composición química de los elementos de interés, se determinó en un equipo de Absorción Atómica de Llama, SpectrAA-220FS, VARIAN. El contenido de los elementos en forma de óxidos fue determinado en un Espectrómetro de Fluorescencia de Rayos X por Dispersión de Longitudes de Onda (FRX-dí), PHILIPS, PW1404. Se utilizó el método de las cápsulas compactadas con lecho de ácido bórico.

La caracterización mineralógica se efectuó en un Difractómetro automático para texturas, Difraktometer D5000 Siemens, con monocromador para haz difractado LIF (LIF 100), un goniómetro de alta precisión. Los difractogramas se registraron con una constante de tiempo de 5 segundos y con una velocidad de exploración del papel de 0.030 °/s. Para la identificación de las fases se utilizaron los ficheros Powder Diffraction File. Hanawalt Search Manual for Experimental Patterns Inorganic Phases. ISO 9001. Años: 1941-2001 y los datos de JCPDS.

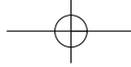
Un Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL-JXA-840 con Difractómetro de rayos X acoplado, se utilizó para observar la morfología de los granos de mineral y sus colonias. Con el mismo equipo se realizó el análisis cualitativo y semicuantitativo de los componentes del grano en las muestras. De cada ensayo realizado se obtiene una imagen de la muestra y análisis puntuales o totales de la composición de un grano o de un sector de este. Las probetas fueron embutidas en frío con resina epoxi, desbastadas con papeles abrasivos de tamaño de grano decreciente y finalmente, pulidas con pasta de diamante para obtener una superficie plana libre de relieves.

Antes de ser examinadas, las probetas fueron recubiertas con una película fina de grafito con lo cual se logra la conductividad de las mismas. Éste es un requisito indispensable, pues en caso contrario, se acumula carga negativa neta en su superficie como consecuencia del barrido electrónico. Esta carga desvía el haz electrónico haciendo imposible la observación (Ballester, 1995).

Las fracciones granulométricas así como la muestra sin tamizar, la que denominaremos de aquí en adelante, *entera*, fueron estudiadas por la técnica de calorimetría diferencial de barrido (CDB), desde la temperatura ambiente (22 °C) hasta 650 °C en atmósfera de Ar para evitar procesos de oxidación y reducción en el mineral. La velocidad de flujo del gas fue 20 mL/min y la velocidad de barrido 20°C/min. La masa de las muestras empleada era entre 26.33 y 35.68 mg, pesadas todas en crisoles de alúmina. Las mediciones de flujo de calor fueron realizadas en un analizador DSC-50, de la firma japonesa ZHIMATZU.

Hemos de señalar que la calorimetría diferencial de barrido, junto con otras técnicas de análisis térmico, ha sido ampliamente utilizada para la caracterización de varios materiales, sólidos residuales de los procesos de lixiviación, residuos y mezclas de compuestos, caracterización de zeolitas y lateritas, así como para la investigación térmica de la reducción directa de hierro, las transformaciones de fases de las lateritas, descomposición térmica de mezclas de carbonatos y óxidos, de oxalatos y para el estudio de la cinética de descomposición de diferentes materiales. Entre estos podemos citar un gran número de trabajos (Barrado *et al.*, 2002; Prieto *et al.*, 2001, 2002; Strezov *et al.*, 2004; Berbenni y Marini, 2002; L'vov, 2001; Englert y Rubio, 2005; Zhan *et al.*, 2005; Romero y Llópiz, 2000).





3. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

3.1. Caracterización granulométrica

Los intervalos de fracciones granulométricas escogidas para el trabajo son las siguientes: +10; -10+8; -8+6; -6+4; -4+2; -2+0.83 y -0.83 mm. Este amplio espectro de diámetros de partículas permite caracterizar tanto las partículas gruesas que conforman estos escombros, como las más finas. La característica granulométrica parcial del material estudiado, se reflejan en la figura 4.

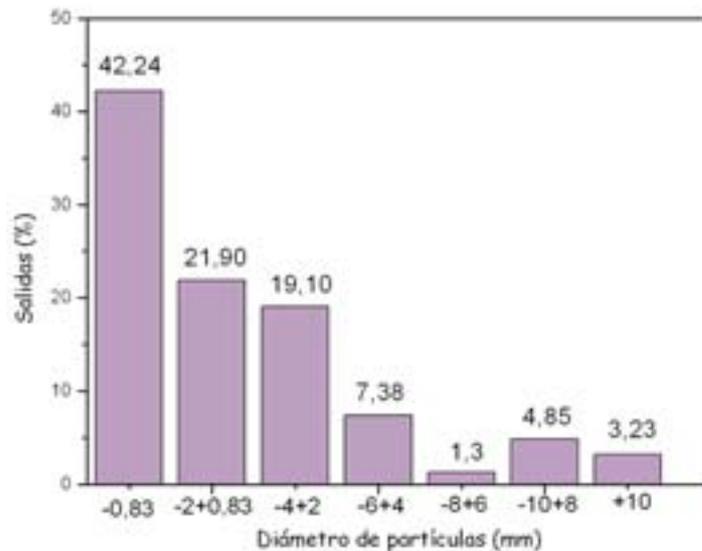


Figura 4. Distribución de las fracción granulométrica del escombro laterítico por intervalos.

De acuerdo con la Figura 4 los escombros lateríticos están caracterizados por partículas mayores de 0.83 mm agrupando el 57.76 % de los granos que componen el material; en las que predominan las de tamaños entre 0.83 y 4 mm que representan el 41% (Sosa, 1978; Ostroumov *et al.*, Almaguer, 1995).

En las partículas mayores de 2 mm se concentran los llamados perdigones, utilizados experimentalmente en los procesos siderúrgicos (Pons *et al.*, 1995, 1996 y 1997) y que constituyen objeto de actuales investigaciones con vistas a darles un uso más eficiente (Ramírez *et al.*, 2001). Estas partículas se caracterizan por presentar un elevado contenido de hierro (entre 51 y 54%) y otros elementos en forma oxidada como níquel, cobalto y cromo. Estas partículas agrupan el 35.866 % del mineral, aspecto que se debe tener en cuenta para definir las posibles vías de utilización de esta materia prima.

La fracción 2 a +0.83 mm representa el 21.9% y es rica en aluminio, cromo y níquel aunque las menores de 0.83 mm superan a esta fracción en cuanto a contenido de estos elementos. El contenido de hierro es elevado, 48,66%, pero menor que en las partículas más gruesas (Tabla 1 y figura 4).

En cuanto a las partículas más finas, menores de 0.83 mm, agrupan el 42.24 % de estos escombros y son contenedoras de minerales arcillosos en las que están presentes el aluminio, magnesio y el silicio. Es en esta fracción donde el aluminio alcanza su máximo contenido, 10%, lo mismo le sucede al cromo. En resumen, los escombros lateríticos del Sector "A" están caracterizados por partículas mayores de 0.83 mm entre las que predominan las de tamaños medios entre 4 y 0.83 mm.



3.2. Caracterización química

El contenido de los elementos químicos de interés y de sus respectivos óxidos presentes en los escombros que se estudian, se muestra en la tabla 1 y figura 5. Como se puede observar, el contenido de hierro varía proporcionalmente con el diámetro de las partículas. Los mayores contenidos se encuentran en las fracciones mayores de 2 mm, específicamente en las partículas entre 2 y 8 mm donde alcanza valores entre 51 y 53.97% (Figura 2). Este comportamiento del hierro es característico de este tipo de material y coincide con trabajos realizados anteriormente. (Amador y Gallardo, 1996; Andrade y Gutiérrez, 1995; Pando y Sosa, 1995 y Ramírez, 1994).

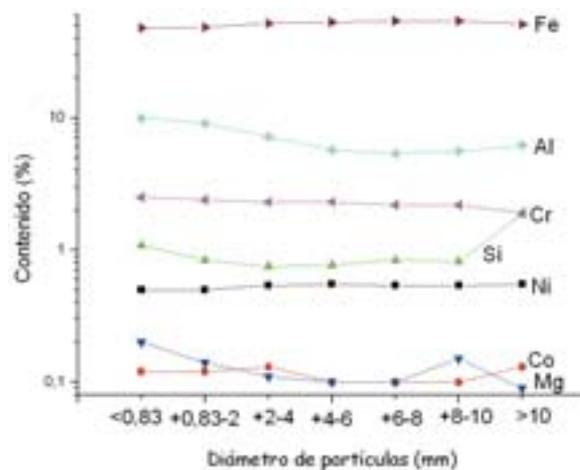


Figura 5. Contenido de los elementos en las fracciones granulométricas.

La presencia mayoritaria del hierro y su amplia distribución en el perfil granulométrico estudiado justifican, en cierto modo, la presencia de goethita, hidrogoethita y hematita o maghemita como fases principales en los escombros lateríticos (Rojas y Carballo, 1993).

El aluminio es el segundo de los elementos mayoritarios en el escombros, su contenido aumenta en la medida que disminuye el diámetro de las partículas, aunque se puede observar un ligero aumento en su contenido en la fracción mayor de 10 mm (Figura 5). Esta composición justifica que las fases presentes sean consideradas como óxidos de hierro con diferentes grados de inclusión de aluminio o una mezcla de hidróxidos de hierro y aluminio (Días y Mojena, 1990).

El cromo mantiene su contenido prácticamente constante en el espectro de partículas estudiadas, aunque se puede notar un ligero aumento de su contenido con la disminución del tamaño de las partículas (figura 5 y tabla 1).

El níquel muestra un comportamiento similar al hierro, los mayores contenidos se encuentran en las partículas con tamaños superiores a 2 mm con un promedio de 0.54% de este elemento (figura 5 y tabla 1). Esta similitud en la distribución de estos elementos, se atribuye a que los óxidos e hidróxidos de hierro predominantes en esos granos, son fases portadoras de níquel (Rojas y Carballo, 1993; Almaguer y Zamarzy, 1993 y Rojas, 1994).

Los mayores contenidos de cobalto aparecen en las fracciones +10 mm y en las menores de 4 mm

(figura 5 y tabla 1). Este discreto incremento en el contenido del metal en las fracciones finas está reportado en los trabajos de Almaguer y Zamarzy (1993) y Palacios (2001), demostrándose que el cobalto está asociado a los óxidos e hidróxidos impuros de manganeso (asbolanas), este último con mayores contenido en las fracciones menores (Ramírez y Pons, 2002). Existen además, posibles formas amorfas de este mineral no detectados por DRX.

El contenido de magnesio aumenta con la disminución del tamaño de las partículas alcanzando su mayor valor (0.20 %) en las menores de 0.83 mm (figura 5 y tabla 1).

Por su parte el silicio muestra sus mayores contenidos en la fracción +10 mm y en la menor de 0.83 mm (figura 5 y tabla 1). Este elemento forma combinaciones químicas muy importantes con el aluminio y con el magnesio, ya se analizó anteriormente que estos últimos aumentan sus contenidos en las partículas más finas.

Tabla 1. Contenido de los óxidos de interés en los escombros de la Pedro Soto Alba Moa Nickel S.A. Zona "A"

Fracciones granulométricas (mm)	Contenido de óxidos de los elementos (% en peso)							
	Fe ₂ O ₃	NiO	CoO	Cr ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MnO	MgO
+10	73.16	0.70	0.16	2.80	11.66	4.02	0.924	0.15
-10 + 8	77.13	0.68	0.13	3.21	10.53	1.75	0.676	0.25
-8 + 6	77.18	0.68	0.13	3.21	10.15	1.80	0.683	0.17
-6 + 4	75.87	0.70	0.13	3.36	10.72	1.65	0.707	0.17
-4 + 2	74.14	0.68	0.16	3.36	13.54	1.60	0.785	0.18
-2 + 0,83	69.60	0.70	0.15	3.50	17.11	1.80	0.768	0.23
- 0,83	68.51	0.70	0.15	3.65	18.80	2.31	0.707	0.33
Muestra entera								
	71.54	0.70	0.13	3.36	15.23	2.22	0.729	0.21

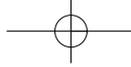
3.3. Estudio por difracción de RX

El estudio se realizó a las muestras en estado natural, o sea, sin tratamiento térmico previo, y a las muestras calentadas a 200 y 330 °C. Los difractogramas correspondientes a los diferentes tamaños de partículas, así como a la muestra entera, sin calentamiento, se pueden observar en la figura 3.

Se observan picos con altas intensidades que indican la presencia de las fases cuarzo y la maghemita (γ -Fe₂O₃) y goethita (α -FeO.OH) como las mayoritarias. La existencia de esas fases se corresponde con los elevados contenidos de hierro en los escombros lateríticos, entre 47.91 y 53.97%. Los análisis por FRX indican contenidos de los óxidos de hierro entre 68 y 77% (figura 6).

Solo se reporta cuarzo (SiO₂) en la fracción mayor de 10 mm y es en ésta, precisamente, donde mayor contenido de silicio indican los análisis químicos, 1.88% (4.02% del óxido) en dicha fracción. En el resto de las fracciones y en la muestra entera, no aparecen reflejos de esta fase lo que puede estar justificado por los bajos contenidos de silicio inferior al 1% en estas muestras. El pico de mayor intensidad, aparece en un ángulo de 26° (figura 6). El resto de los reflejos para este compuesto son de muy bajas intensidades y se muestran de igual forma hasta los 100°.

El pico de mayor intensidad para la maghemita aparece a un ángulo de 35° (figura 6). Se puede inferir, por la intensidad de estos picos, que los mayores contenidos de esta fase se encuentran en las partículas con diámetros entre 10 y 4 mm. Este comportamiento corrobora los resultados de los análisis quí-



micos y de FRX que indican contenidos de óxidos de hierro en estas partículas de 77.13; 77.18 y 75.87% respectivamente (tabla 1). Entre 42 y 62° aparecen otros de menores intensidades.

En la figura 6 se puede apreciar como la intensidad de los picos del difractograma tiene una disminución a partir de las partículas con diámetros menores de 4 mm.

En lo concerniente a la goethita, los reflejos son de baja intensidad si se comparan con los de la maghemita, y aparecen entre 20 y 36°, observándose que los mayores corresponden a las partículas menores de 2 mm (figura 6).

La presencia mayoritaria del hierro y su amplia distribución en el perfil granulométrico estudiado justifican, en cierto modo, la presencia de goethita, hidrogóethita y maghemita como fases principales en los escombros lateríticos. Estos resultados son coherentes con los trabajos de Ramírez y Pons, (2002 y Rojas y Carballo, (1993).

La complejidad del análisis de fases de las lateritas por el método de DRX se debe a que las mismas están constituidas por mezclas de minerales estrechamente enlazados con una simetría en su estructura generalmente baja; lo que produce un gran número de reflejos en el difractograma, los cuales se superponen mutuamente. *Ejemplo:* los reflejos de las cromoespinelas se superponen con los de la magnetita, maghemita y goethita, aún así, varios investigadores han revelado su existencia, principalmente, como fase secundaria, con valores promedios que oscilan entre 2.55–2.81% (Ostroumov *et al.*, 1985).

3.4. Análisis Térmico

Calorimetría diferencial de Barrido

El análisis térmico se realizó tanto a las fracciones granulométricas escogidas para el estudio como a la muestra entera. La figura 7 muestra la variación del calor cuando las muestras fueron calentadas hasta 650 °C bajo las condiciones antes indicadas.

Se puede observar que todas las muestras tienen un comportamiento térmico similar. Un único efecto endotérmico que aparece entre 250 y 375 °C y con pico máximo alrededor de los 300 °C. Este comportamiento es característico de los procesos de deshidratación y deshidroxilación de los óxidos de hierro hidratados como es el caso de la goethita, fase mineral que ya ha sido reportada en los análisis de rayos X. El calor involucrado en el proceso hasta los 250 °C, está asociado a la eliminación de la humedad del mineral y a la deshidratación parcial de los oxi-hidróxidos amorfos de hierro que no son detectables en los patrones de DRX (Barrado *et al.*, 2002; Liu., 2004).

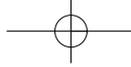
En el intervalo de temperaturas señalado anteriormente, es donde el material experimenta los mayores cambios. Es importante señalar que otros autores, en sus trabajos con minerales de hierro, han demostrado que a estas temperaturas tiene lugar la deshidratación total de la fase goethita y de los oxi-hidróxidos de hierro en la hematita (α -Fe₂O₃) (Barrado *et al.*, 2002; García *et al.*, 1990; Liu, 2004; Swamy, 2003; Cerpa, 1997).

El área del pico en cada curva de la figura 7, se corresponde con los valores de ϕH involucrados en la transformación endotérmica que se puede representar como:



Estos valores de calor adsorbido por fracción granulométrica fueron calculados a través del software de procesamiento de la información acoplado al equipo. En la figura 8 se puede observar como la magnitud del calor adsorbido esta asociado a las partículas de menor diámetro, aunque se aprecia un pico de inflexión en la fracción -8+6 mm, Los valores oscilan entre 91.63 y 130.22 J/g. Los menores valores corres-





MARÍA CARIDAD RAMÍREZ PÉREZ, FRANCISCO JOSÉ ALGUACIL PRIEGO, JOSÉ ALBERTO PONS HERRERA, ARISBEL CERPA NARANJO Y ROBERTO RODRÍGUEZ

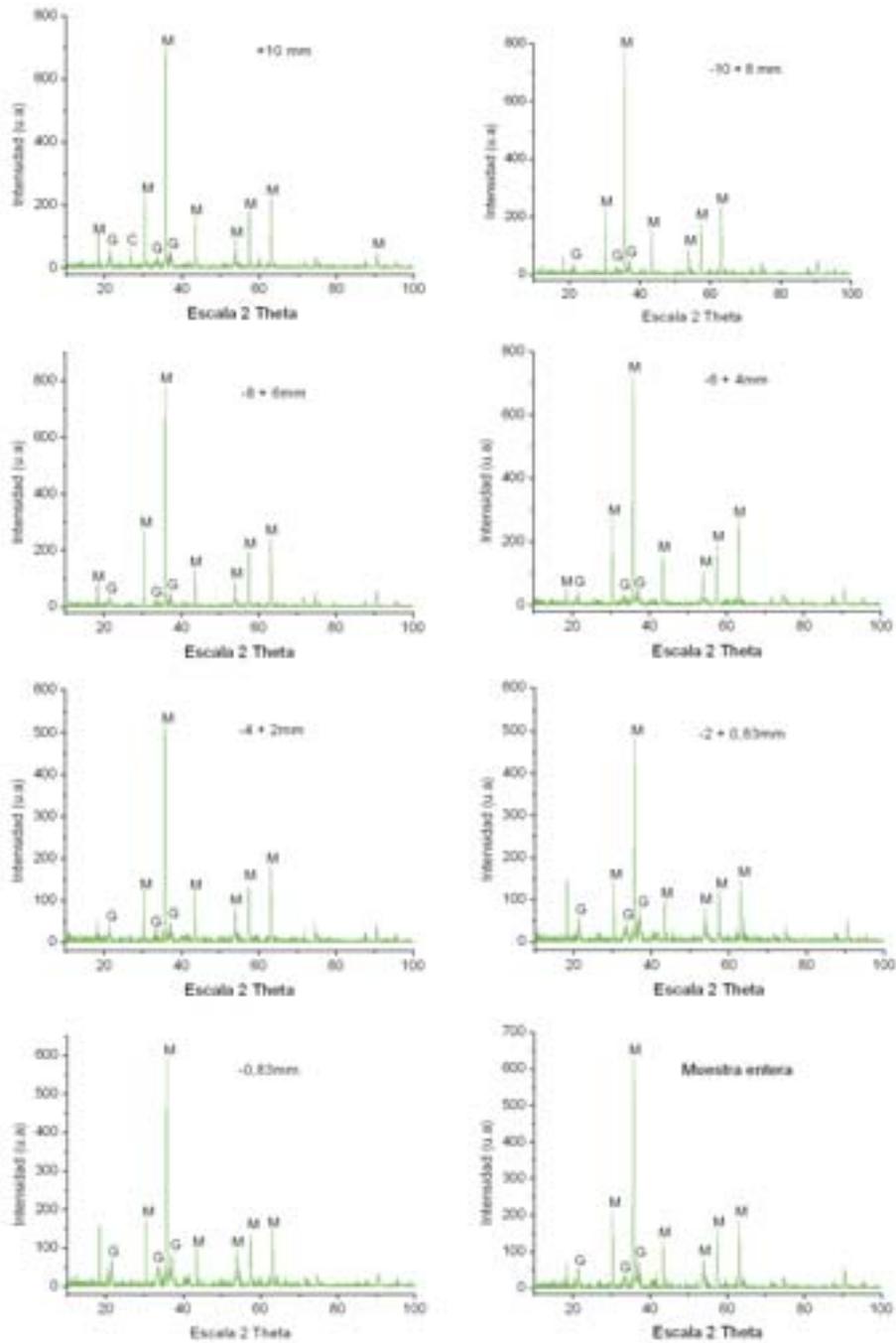


Figura 6. Difractogramas de las muestras sin calentar. Fracciones granulométricas y muestra sin tamizar (entera). (M) maghemita; (G) goethita; (C) cuarzo.



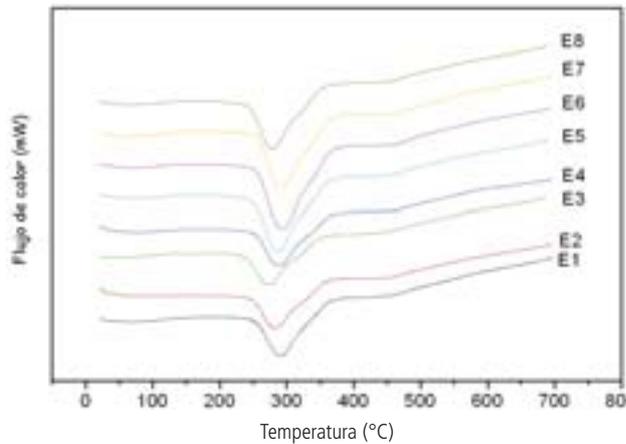


Figura 7. Curvas obtenidas en el análisis de calorimetría diferencial de barrido para las fracciones granulométricas y la muestra entera. (E1) fracción +10 mm; (E2) fracción -10 +8 mm; (E3) fracción -8 +6 mm; (E4) fracción -6 +4 mm; (E5) fracción -4 +2 mm; (E6) fracción -2 +0.838 mm; (E7) fracción -0.83 mm y (E8) muestra entera.

ponden a las fracciones -10+8 y -8+6 mm como se muestra en la figura 6. El hecho de que la mayor parte del calor adsorbido se encuentra en las fracciones de menor tamaño se debe a que presentan una mayor superficie específica que las partículas de mayor tamaño que en realidad constituyen agregados de partículas finas.

Difracción de rayos X después de calentadas las muestras

Una vez que fueron calentadas las muestras a 200 y a 330°C fueron analizadas por DRX. En la figura 9 se observa que en las muestras calentadas a 200 °C aún aparecen algunos reflejos de goethita que indican que la transformación a maghemita no se ha completado, sin embargo, los difractogramas de las muestras calentadas a 330 °C indican la ausencia total de esta fase. Solo se muestra la fracción +10 mm a modo de ejemplo, en el resto de las fracciones sucede exactamente lo mismo.

Es interesante señalar que, como se puede observar en los difractogramas de RX para las muestras sin calentar (Figura 6), los reflejos de goethita se hacen más intensos en la medida que disminuye el diámetro de las partículas, pudiéndose inferir que cualitativamente, el contenido de esta fase es mayor en los granos más finos del mineral. Este razonamiento hace suponer que a la temperatura señalada, el calor involucrado en la transformación es pro-

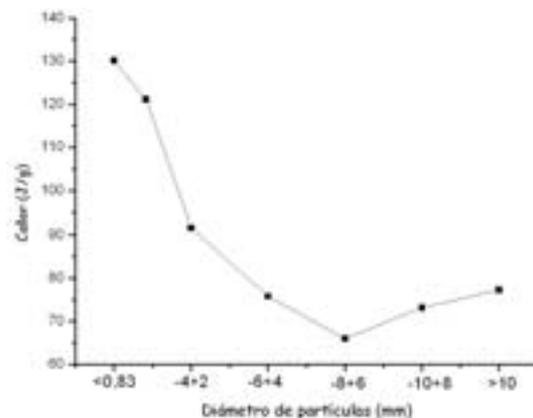


Figura 8. Calor absorbido en los escombros lateríticos a la temperatura de 300 °C en función del diámetro de las partículas.



ducto únicamente de la transformación de la goethita y su magnitud es directamente proporcional al contenido de la fase en el mineral.

Nótese que no existe otro efecto importante en las curvas. La ausencia de efectos exotérmicos alrededor de los 500 °C justifican los resultados de RX, o sea, que no es probable la existencia de la fase magnetita por cuanto ella se descompone exotérmicamente próximo a los 500 °C. Por otra parte, el color de estos minerales, pardo con matiz rojizo, descartan la posibilidad que la magnetita se encuentra en cantidades considerables. Desde el punto de vista térmico, la muestra entera se comporta de igual forma que las fracciones granulométricas.

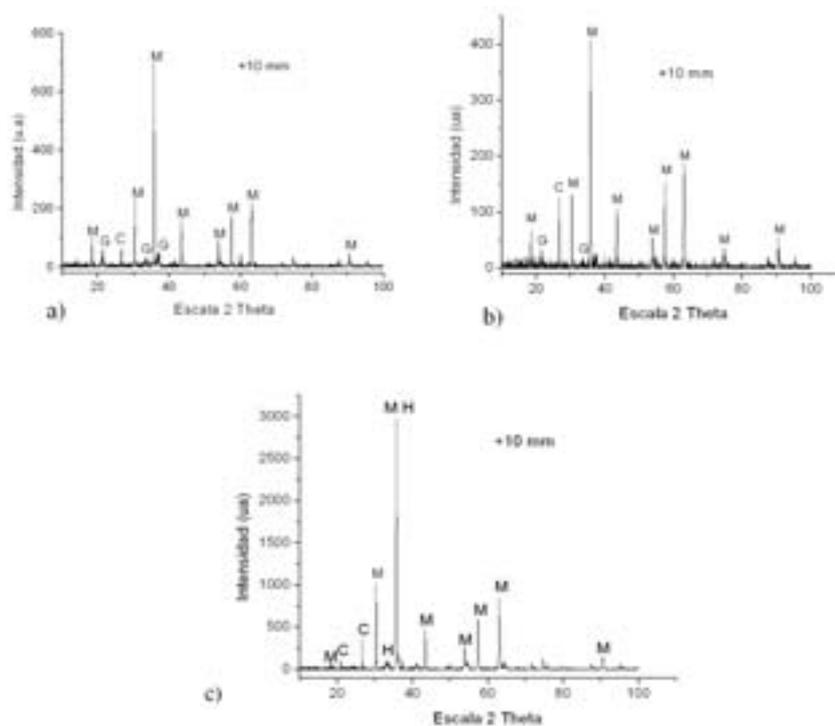


Figura 9. Difractogramas de la fracción +10 mm, a) sin calentar; b) calentada a 200 °C y c) calentada a 330 °C.

3.5. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Resultados sobre muestras inyectadas en resina y pulidas

En las siguientes figuras se exponen vistas generales o de secciones de los granos que componen las diferentes fracciones granulométricas del escombro. Se observa que los granos son, por lo general, de forma esférica, compuestos por hierro y aluminio mayoritariamente. Las proporciones de estos elementos son variables y le confieren a los granos diferentes tonalidades en su color.



La figura 10a muestra dos granos diferentes de la fracción +10 mm uno de aspecto más redondeado que el otro. El análisis de barrido del grano menos redondeado (figura 10b) indica que éste está compuesto mayoritariamente por silicio (44.96%) y aluminio (10%), acompañándole pequeñas cantidades de hierro, potasio y magnesio. El elevado contenido de silicio ya fue reportado en los análisis de DRX y se corresponde además, con los resultados del análisis químico para esta fracción, figura 10c.

Al analizar el grano de la figura 10b, se pudo comprobar que en la zona más oscura el contenido de aluminio es elevado, mucho mayor que el de hierro; mientras que en la zona más clara sucede exactamente lo contrario, el elemento mayoritario es el hierro.

La figura 11 muestra la imagen de un grano de la fracción granulométrica -10+8 mm. Igual que la fracción antes analizada, en ésta predomina la forma esférica de los granos con matices grises claros y oscuros. El análisis semicuantitativo en las zonas clara y oscura se muestra en las figuras 11b y 11c. En la zona gris claro (figura 11a) el contenido de hierro supera considerablemente al del resto de los elementos que le acompañan (cromo, aluminio y silicio), mientras que la zona oscura (figura 11c) está constituida prácticamente por aluminio, las cantidades de hierro que le acompañan son ínfimas, no se detectan otros elementos, solo el oxígeno, que por la naturaleza de estos minerales, siempre está presente.

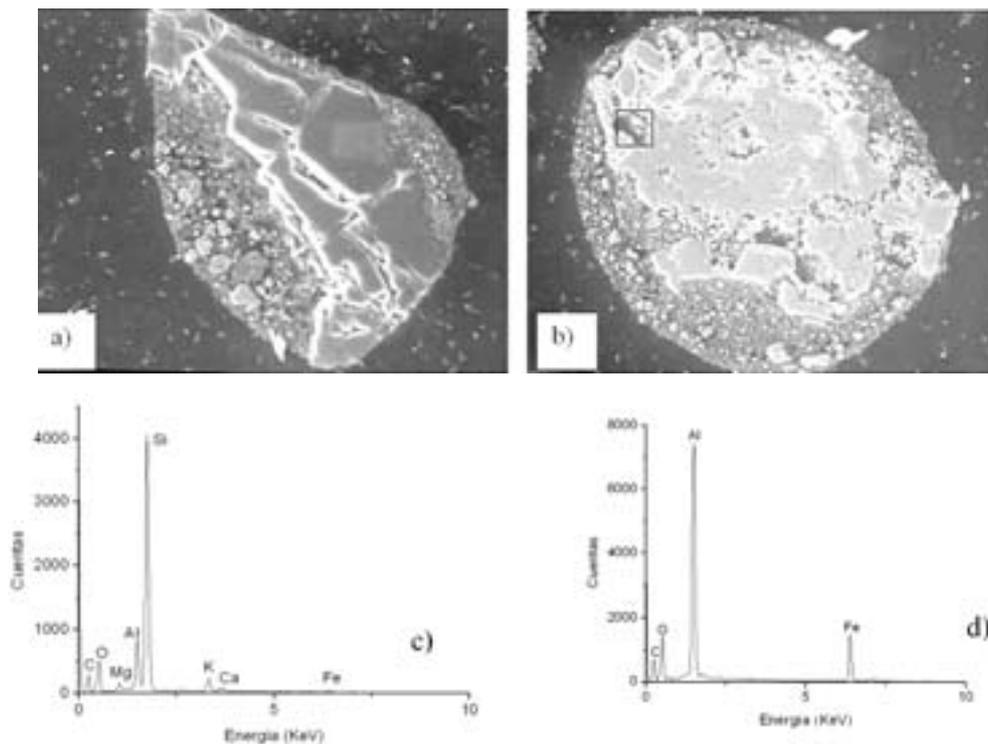


Figura 10. Imagen de una muestra de la fracción granulométrica mayor de +10 mm obtenida con el MEB: a) un grano irregular y b) grano de forma redondeada, c) espectro correspondiente a análisis químico realizado con MEB sobre el grano de la imagen 10a) y d) espectro correspondiente a la zona marcada en la imagen 10b).

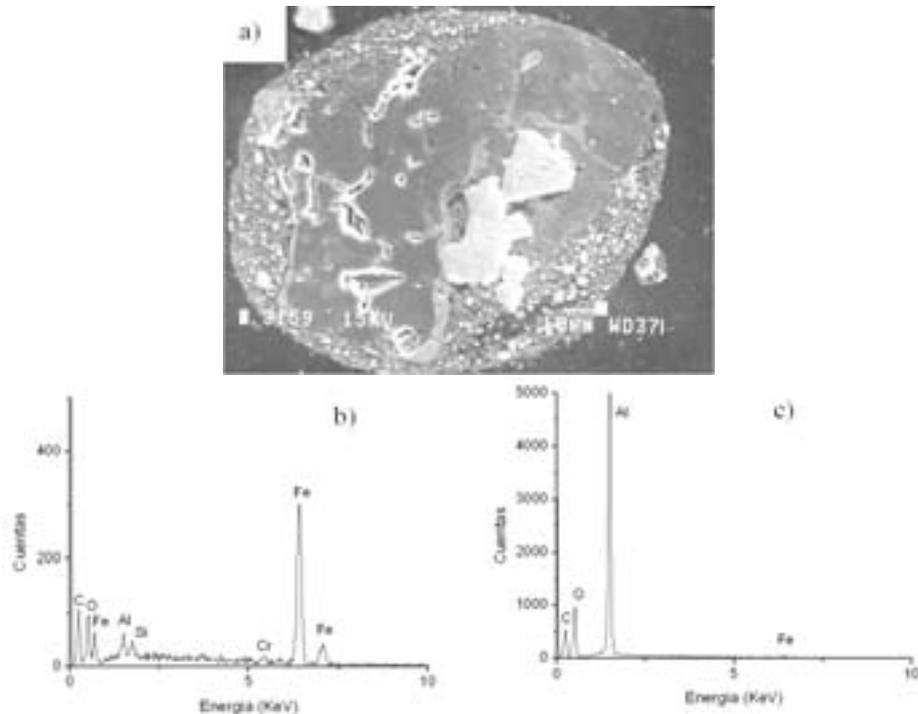


Figura 11. a) Imagen de un grano de la fracción -10+8 mm tomada con el MEB, b) espectro correspondiente a la zona clara en la figura 11a y c) espectro correspondiente a la zona oscura en Figura 11a.

La figura 12a muestra un grano de la fracción -8+6 mm, muy heterogéneo, constituido por partículas de tamaños muy pequeños entre las que destacan las de color claro, constituidas fundamentalmente por hierro y junto con éste el cromo, el aluminio y el silicio, en menor medida (figura 12b). Las partículas oscuras contienen aluminio mayoritariamente y pequeñas cantidades de hierro y silicio (figura 12c).

En la figura 13a muestra una vista general de la fracción -6+4 mm. En ella se puede observar la que predomina la forma esférica de los granos y la presencia de zonas oscuras y claras en los mismos, como se ha comentado anteriormente en las demás fracciones.

El barrido a un grano de esta muestra (figura 16) indica que está constituido por el hierro como elemento primario y por aluminio, silicio y cromo.

Una vista general de la fracción -4+2 mm se puede observar en la figura 14a. Se observan granos de diferentes tamaños con matices claros y oscuros como las fracciones analizadas anteriormente. El análisis de un grano de esta fracción (figura 14b) indica que está compuesto por hierro, aluminio y a diferencia de otras, las cantidades de cromo, silicio y magnesio son considerables apareciendo además, el manganeso. En esta fracción se observa que los granos son más homogéneos en cuanto a color, lo que está en correspondencia con el análisis semicuantitativo descrito anteriormente.

La figura 15a muestra dos granos de la fracción -2+0.83 mm. En esta fracción, igual que en las ya analizadas, predomina la forma esférica de los granos y los matices claros y oscuros dados por el contraste en cuanto a contenido de hierro y aluminio (figuras 15b y 15c).

En la figura 16a se muestra un grano de la fracción -0.83 mm. La forma es perfectamente esférica con un borde exterior del grano de color claro, muy homogéneo con elevado contenido de cloro.

Los análisis puntuales en el interior del grano denotan un espectro similar al de la figura 23 en cualquiera de las zonas analizadas. Observando la figura 22 se puede apreciar que ya en las partículas menores de 0.83 mm, el contraste de grises claros y oscuros es menos perceptible y por tanto, existe menor dife-

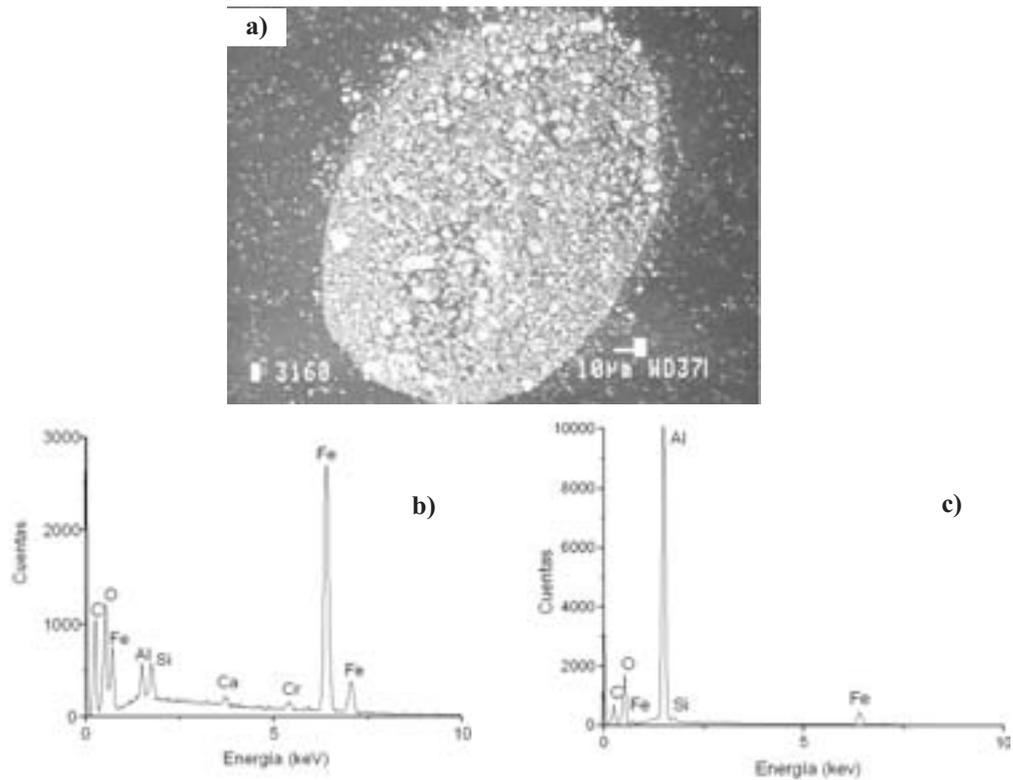


Figura 12. a) Imagen de un grano de la fracción $-8+6$ mm tomada con un MEB, b) espectro de la zona clara en la figura 12a y c) espectro de la zona oscura en la figura 12a.

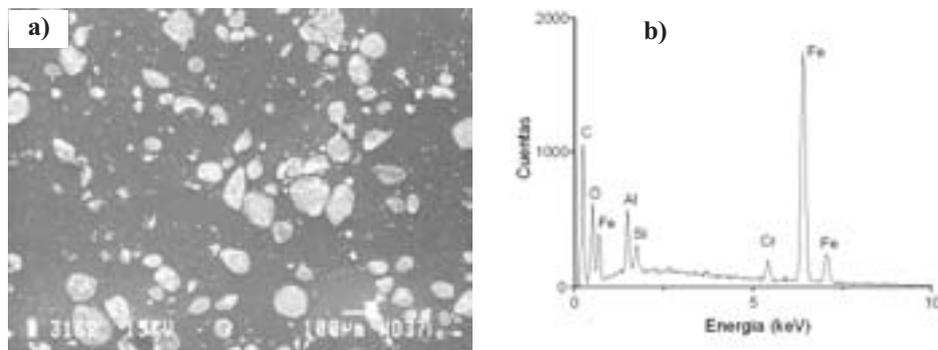


Figura 13. a) Vista general de la fracción $-6+4$ mm tomada con el MEB y b) espectro correspondiente al grano señalado en la figura 13a.

rencia en cuanto a los contenidos de hierro y aluminio, lo que indica que estos elementos se encuentran formando soluciones sólidas junto con el silicio, cromo y manganeso.

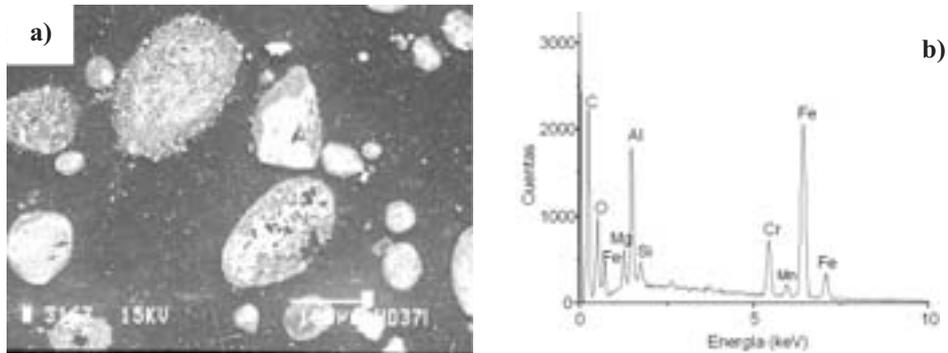


Figura 14. a) Vista general de la fracción -4+2 mm tomada con el MEB y b) espectro correspondiente al grano señalado en la figura 14a.

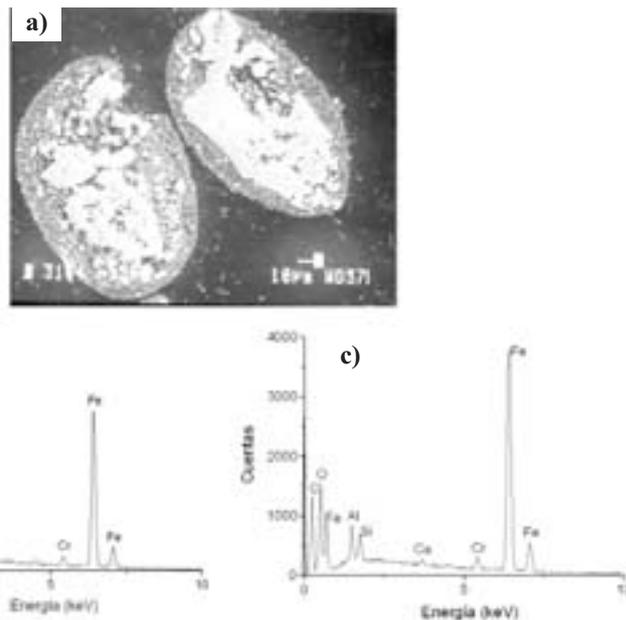


Figura 15. a) Imagen de dos granos de la fracción -2+ 0,83 mm tomada con el MEB, b) espectro de la zona oscura de un grano de la figura 15a y c) espectro de la zona clara de un grano de la figura 15a.

La imagen de un grano de la fracción de escombros sin tamizar (entera), se muestra en la figura 17. El análisis en la zona más clara y compacta (figura 17b), indica que el hierro es elemento mayoritario con un contenido elevado. Se observan partículas dispersas de menores tamaños y de matices más claros que el resto en las que el elemento mayoritario siempre es hierro.

Junto con el aluminio, silicio y el hierro, los granos están compuestos por cromo, manganeso y magnesio, lo que confirma que las fases de hierro y aluminio presentes en los escombros, son portadoras de

varios elementos incluso, de cobalto que no se han detectado en este estudio por su bajo contenido y el níquel que se ha reportado solo en esta fracción. Se conoce que la goethita y la hematita son los principales portadores de níquel y cobalto, además este último se encuentra asociado a los óxidos impuros de manganeso en las asbolanas y se ha encontrado al examinar los granos de las muestras estudiadas (figura 25).

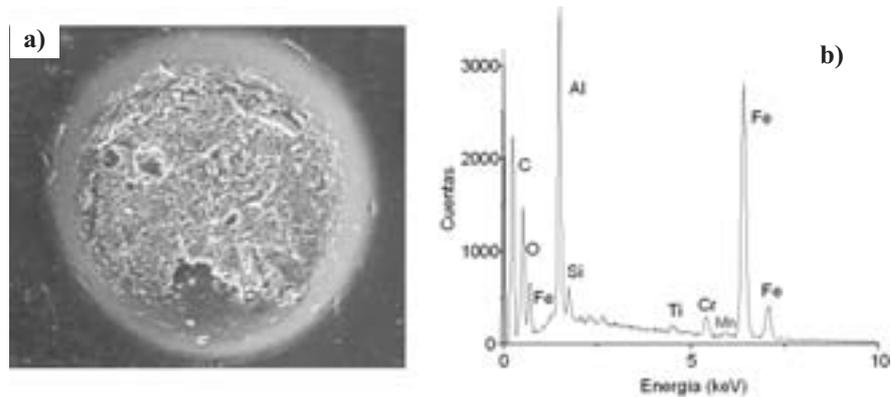


Figura 16. a) Imagen de un grano de la fracción - 0.83 mm obtenida con el MEB y b) espectro del interior del grano observado en la figura 16a.

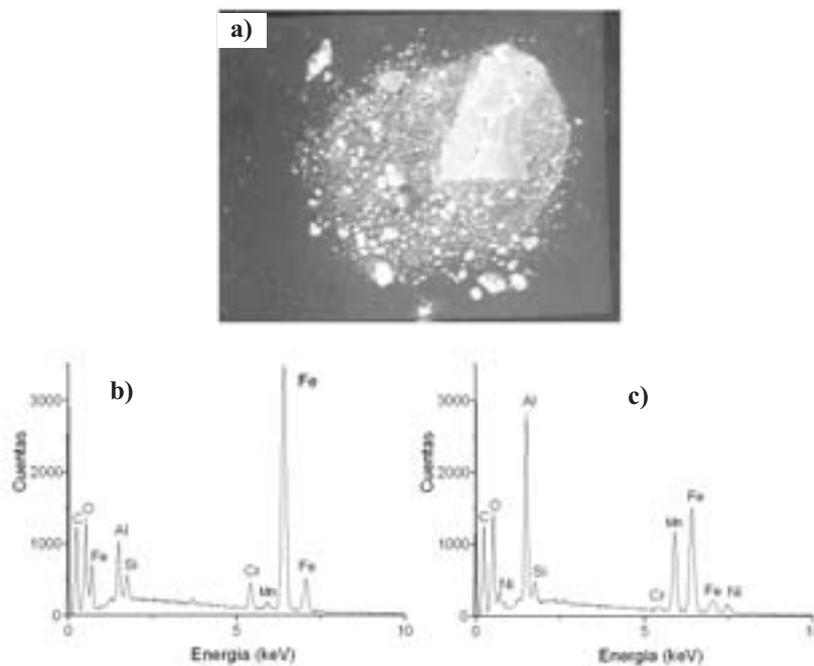
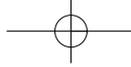


Figura 17. a) Imagen de un grano de la fracción entera tomada con el MEB, b) espectro de la zona clara en un grano de la fracción entera de la figura 17a y c) espectro de la zona oscura en un grano de la fracción entera figura 17a.



MARÍA CARIDAD RAMÍREZ PÉREZ, FRANCISCO JOSÉ ALGUACIL PRIEGO, JOSÉ ALBERTO PONS HERRERA, ARISBEL CERPA NARANJO Y ROBERTO RODRÍGUEZ

De manera general se observó que los granos más compactos son aquellos que contienen menos aluminio y que el cambio de tonalidad en ellos está en dependencia del contenido de dicho elemento.

4. CONCLUSIONES

Los escombros estudiados de acuerdo a los ensayos granulométricos por tamizado en seco están compuestos por partículas mayores de 0.83 mm. Las partículas finas son contenedoras mayoritariamente de hierro, aluminio y cromo. Las principales fases detectadas en los análisis de rayos X son óxidos e hidróxidos de hierro como la maghemita y la goethita. Estas fases tienen incorporados en sus estructuras al aluminio, cromo, silicio, níquel, cobalto, magnesio mayoritariamente, lo que se comprobó al analizar la composición química de diferentes granos de material con el uso del Microscopio Electrónico de Barrido. Fue cuantificado un único pico endotérmico entre los 250 y 375 °C en los ensayos de DSC comprobándose que el calor involucrado se encuentra alrededor de los 300 °C. Este pico corresponde a la deshidratación y deshidroxilación de la goethita hasta maghemita. Se pudo comprobar que el calor adsorbido es mayor en las fracciones más finas. La principal diferencia entre las diferentes fracciones granulométricas es en cuanto a la concentración de los elementos químicos presentes en los estériles.

AGRADECIMIENTOS

A la Red ALFA por habernos permitido la estancia de investigación en el CENIM donde se realizaron los ensayos de caracterización.

