



MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR  
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO  
Dr. "Antonio Núñez Jiménez"

Facultad Metalurgia y Electromecánica  
Departamento de Metalurgia

**EFFECTIVIDAD DEL EQUIPAMIENTO PARA LA LIXIVIACIÓN  
ESTÁNDAR EN LA PLANTA DE HORNOS DE LA EMPRESA  
ERNESTO CHE GUEVARA**

**TESIS EN OPCIÓN AL TÍTULO DE  
INGENIERO METALÚRGICO**

***YOEL REYES MONTERO***

**Moa  
2012**



MINISTERIO DE EDUCACIÓN SUPERIOR  
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO  
Dr. "Antonio Núñez Jiménez"

Facultad Metalurgia y Electromecánica  
Departamento de Metalurgia

**EFFECTIVIDAD DEL EQUIPAMIENTO PARA LA LIXIVIACIÓN  
ESTÁNDAR EN LA PLANTA DE HORNOS DE LA EMPRESA  
ERNESTO CHE GUEVARA**

**TESIS EN OPCIÓN AL TÍTULO DE  
INGENIERO METALÚRGICO**

Autor: Yoel Reyes Montero

Tutores: Inv. Auxil. Ing. Jorge Miranda López, MSc

Prof. Asist. Ing. Evangelia García Peña, MSc

**Moa  
2012**

## Declaración y Autoridad

Yo, Yoel Reyes Montero declaro por la presente, que este trabajo de diploma titulado **“Efectividad del equipamiento para la lixiviación estándar en la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara”** entregada para optar al título de Ingeniero metalúrgico al Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa certifico su propiedad intelectual a favor de dicho Instituto de Educación Superior para su posterior uso con fines docentes, educativos e investigativos.

---

**Yoel Reyes Montero**

---

**Fecha**

---

MSc. Jorge Miranda López

---

MSc. Evangelia García Peña

---

**Fecha**

---

**Fecha**

## ***Dedicatoria***

*Este trabajo va dedicado a todos aquellos que han contribuido en buena manera al desarrollo de mi formación profesional.*

*Ä A mis padres Concepción Montero De la cruz y Edeleide Reyes Blanco por su apoyo incondicional.*

*Ä A mis hijos, para que sigan este ejemplo y llegado el momento sean mejores que yo.*

*Ä A todas mis familias que de una forma u otra fueron partícipes de mi formación.*

*Ä A mis profesores, compañeros de estudios de este nivel y al que estuvo en algún momento y que por la ley de la vida ya no está.*

*Ä A mis amigos entrañables por alentarme a lo largo de mis estudios universitarios así, como a mis compañeros de trabajo por su aliento y apoyo en los momentos difíciles.*

*A todos ustedes ¡muchas gracias por ayudarme!*

## **Agradecimientos**

*Agradezco la realización de este trabajo:*

- Ø A Dios por darme la fuerza y la voluntad de seguir adelante sin importar el sacrificio.*
- Ø A mis padres Concepción Montero De la cruz y Edeleide Reyes Blanco por su amor, cariño y por enseñarme a caminar por el sendero del saber, la honestidad y sinceridad. Aportando todo su empeño para lograr exitosamente mis metas.*
- Ø A mis tutores Inv. Auxil. Ing. Jorge Miranda López, MSc y la Prof. Asist. Ing. Evangelia García Peña, MSc, por su preocupación, y ayuda en la gestión y análisis de información para la realización de este trabajo.*
- Ø A mi esposa Lietty Ávila Navarro, por su amor, cariño y su ayuda incondicional en todo momento.*
- Ø A mis hijos, Yoel Daniel Reyes Cuenca y Arián Reyes Ávila por su cariño y las veces que oraron por mí.*
- Ø A todos los profesores que de una forma u otra me enseñaron y prepararon para enfrentar la vida.*
- Ø A mis amigos por su apoyo y confianza depositada en mí.*

*A todos ustedes ¡muchas gracias!*

## **SÍNTESIS**

La investigación tuvo como objetivo determinar la efectividad del equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar de la muestra (HR4) en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara, empleando los reactores existentes. Para llevar a efecto tal propósito se seleccionó un reactor (cántara), al que se le realizó modificaciones al impelente, se cambió el sifón por un tomamuestra, que se ubicó a una altura de 10 mm del fondo de dicho reactor, se evaluaron las condiciones hidrodinámicas del proceso de forma tal que permitió mejorar la cantidad de sólido que se obtiene cuando se filtra la muestra y se cambió el ángulo de inclinación del ducto de adición del aire comprimido a  $15^{\circ}$ . Para el análisis de los resultados se empleó el software STATGRAPHICS plus 5.1. Se obtuvo que con las modificaciones realizadas al equipo donde se desarrolla la lixiviación estándar de la muestra (HR4) se logran resultados más reales de extractables de níquel y cobalto, lo cual permite utilizar esta como una muestra de control del proceso metalúrgico, lo que demuestra la factibilidad del equipo modificado.

## **ABSTRACT**

The investigation had like objective to determine the effectiveness of the equipment that is used for the standard leaching of sample HR4 in the laboratory of the plant of furnaces of the Ernesto Che Guevara enterprise, using the existing reactors. In order to take to effect such intention a reactor was selected (stainless steel recipient), to which was made modifications to him to the propelling one, changed the siphon by it takes sample, which it was located to a height of 10 mm of the bottom of this reactor, evaluated the conditions hydrodynamics of the process so that it allowed to improve the amount of solid that is obtained when the sample filters and the rake of pipe of addition of the compressed air to 15°. For the analysis of the results was used software STATGRAPHICS version 5.1. Which was obtained that with the modifications made to the equipment where the standard leaching of sample HR4 is developed they obtain more real results of nickel and cobalt extractable, allows to use this as a sample of control of the metallurgical process, which demonstrates the feasibility of the modified equipment.

| <b>ÍNDICE</b>                                                                                                                                          | <b>PÁG.</b> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| <b>INTRODUCCION .....</b>                                                                                                                              | <b>1</b>    |
| <b>CAPÍTULO 1 MARCO TEORICO .....</b>                                                                                                                  | <b>4</b>    |
| 1.1 Teoría del Proceso de lixiviación.....                                                                                                             | 4           |
| 1.1.1 Fundamentación del procedimiento de la lixiviación estándar mineral reducido HR4.....                                                            | 5           |
| 1.1.2 Sistema de la lixiviación estándar del mineral reducido HR4 .....                                                                                | 7           |
| 1.2 Antecedentes.....                                                                                                                                  | 8           |
| <b>CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS .....</b>                                                                                                           | <b>14</b>   |
| 2.1 Materiales, reactivos y equipamiento para la preparación de la muestra de mineral reducido (HR4) y el análisis químico .....                       | 14          |
| 2.1.1 Materiales.....                                                                                                                                  | 14          |
| 2.1.2 Equipos para la preparación de la muestra en planta de hornos .....                                                                              | 14          |
| 2.1.3 Reactivos químicos para la lixiviación .....                                                                                                     | 14          |
| 2.1.4 Equipos para la preparación de la muestra de pulpa en el laboratorio analítico .....                                                             | 14          |
| 2.1.5 Reactivos para análisis químico.....                                                                                                             | 15          |
| 2.2 Instalación empleada para la experimentación .....                                                                                                 | 15          |
| 2.3 Métodos empleados .....                                                                                                                            | 17          |
| 2.3.1 Evaluación de los reactores experimentales actuales para la lixiviación estándar del mineral reducido HR4 en la empresa Ernesto Che Guevara..... | 17          |
| 2.3.2 Metodología de lixiviación estándar.....                                                                                                         | 18          |
| 2.3.3 Preparación de la muestra HR4 en el laboratorio analítico cuando la relación liquido/sólido cumple con la norma de muestreo NEIB 22-03-2003..... | 20          |
| 2.3.4 Análisis químico por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica .....                                                                  | 21          |
| 2.3.5 Metodología para evaluar el régimen hidrodinámico .....                                                                                          | 21          |

|                                                                                                                                   |           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 2.3.6 Metodología comparativa de la lixiviación estándar con el equipo actual y con el de las modificaciones.....                 | 22        |
| <b>CAPÍTULO 3 DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>                                                                         | <b>23</b> |
| 3.1 Determinación del régimen hidrodinámico .....                                                                                 | 23        |
| 3.2 Metodología comparativa para la lixiviación estándar con el equipamiento actual y el que se le realizaron modificaciones..... | 24        |
| 3.2.1 Resultados de los experimentos y estudios estadísticos para el procesamiento de los datos.....                              | 24        |
| 3.3 Comparación de datos pareados .....                                                                                           | 26        |
| 3.3.1 Análisis para el níquel .....                                                                                               | 27        |
| 3.4 Análisis para el cobalto .....                                                                                                | 28        |
| 3.4.1 Resumen estadístico de la lixiviación estándar del cobalto en el equipo actual y en el modificado .....                     | 28        |
| 3.5 Estudio comparativo con respecto al proceso hidrometalurgico a escala comercial.....                                          | 32        |
| 3.6 Análisis estadístico de los resultados.....                                                                                   | 33        |
| 3.7 Muestras pareadas del extractable de níquel con el equipo modificado & recobrado segunda etapa de lixiviación.....            | 33        |
| 3.7.1 Resultados del estadígrafo.....                                                                                             | 33        |
| 3.8 Valoración económica.....                                                                                                     | 36        |
| <b>CONCLUSIONES .....</b>                                                                                                         | <b>38</b> |
| <b>RECOMENDACIONES .....</b>                                                                                                      | <b>39</b> |
| <b>BIBLIOGRAFÍA .....</b>                                                                                                         | <b>40</b> |
| <b>ANEXOS</b>                                                                                                                     |           |

## **INTRODUCCION**

El esquema tecnológico de la empresa Ernesto Che Guevara está basado en el esquema de lixiviación carbonato – amoniacal del mineral reducido, o proceso Caron. La decisión de utilizar el proceso de lixiviación carbonato – amoniacal se explica por las ventajas propias de esta tecnología.

Es un proceso continuo que se realiza en las condiciones de presión atmosférica. El equipamiento tecnológico del proceso se distingue por su sencillez y amplia utilización de los aparatos conocidos (hornos de soleras múltiples, espesadores, columnas de destilación, etc.). Estas características favorecen la creación de una producción con alto nivel de mecanización y automatización. El esquema amoniacal admite la elaboración de las mezclas de los minerales lateríticos y serpentiniticos.

Tomando en consideración el déficit de energía eléctrica en Cuba, el proceso amoniacal consume mucha energía eléctrica, al mismo tiempo se realiza con un consumo de reactivo relativamente pequeño; el único reactivo que utiliza en grandes cantidades es el amoníaco.

El producto final de la fábrica es el sínter y el óxido de níquel que son productos estables de exportación en el mercado mundial. La aplicación de esta tecnología permite aumentar el porcentaje de extracción de cobalto y níquel de la fábrica.

La Unidad Básica Productiva Hornos de Reducción tiene como objetivo reducir el óxido de níquel y de cobalto presentes en los minerales hasta níquel y cobalto metálicos, haciéndolos aptos para la lixiviación amoniacal. Para ello cuenta con la instalación de 24 hornos, 12 transportadores rotatorios e igual número de enfriadores como equipos fundamentales.

Previo al proceso de reducción estos minerales se someten al secado y molienda en la planta de Preparación de Minerales, mezclándose con el petróleo aditivo portador del carbono que actúa como agente reductor dentro de los hornos.

Después de reducido el óxido de níquel y los óxidos superiores de hierro a níquel

metálico y hierro metálico, la mezcla de minerales es descargada del horno al transportador rotatorio, a su vez este entrega el mineral al enfriador. Este último tiene el objetivo de enfriar el mineral hasta una temperatura por debajo de los 260 °C.

El mineral que sale del enfriador cae a una de las canales de contacto, por donde se introduce una corriente de una solución carbonato amoniacal formando una pulpa que va a los tanques de contacto.

Son conocidos los factores que intervienen en el proceso de recuperación del níquel y cobalto de los minerales que componen las pulpas lixiviadas en la tecnología carbonato amoniacal. Una de las causas que impiden la total recuperación del níquel y cobalto a partir de la mezcla, consiste en que en ocasiones se obstruyen o impiden liberarse de ellas los elementos metálicos que la integran, por mecanismos de quimi-absorción, sustituciones isomórficas, inclusiones, oxidación etc.; la lixiviación depende en gran medida del grado de deleznablez del sólido o del actual proceso de tratamiento metalúrgico (entre ellos la agitación o el beneficio) a que son sometidos.

La lixiviación estándar es el procedimiento que se realiza a la pulpa de los tanques de contacto, con el objetivo de determinar el extractable de níquel y cobalto de la planta de hornos de reducción.

Estudios desarrollados a escala de laboratorio Miranda (2010), permitieron demostrar que el equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar de la muestra de mineral reducido, no cumple con los estándares internacionales con respecto a datos geométricos de sus partes para que ocurra una buena turbulencia en toda la pulpa que en él participa y obtener una recuperación de níquel y cobalto adecuada, constituyendo esto la **Situación Problemática** de la investigación.

El **Problema** es el insuficiente conocimiento sobre la efectividad del equipamiento para la lixiviación estándar en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara.

El **Objeto** de estudio es el equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara.

El **Objetivo** de la investigación consiste en determinar la efectividad del equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara.

**Hipótesis científica**

Si se determina la efectividad del equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara, entonces se podrá obtener una adecuada extracción de níquel y cobalto.

**Objetivos específicos.**

- Ø Diagnosticar el sistema convencional de la lixiviación estándar en el laboratorio de la planta de hornos de reducción de la empresa Ernesto Che Guevara.
- Ø Determinar la efectividad del equipamiento de la lixiviación estándar después de realizar las modificaciones.

**Métodos de investigación**

1. Método histórico – lógico en la revisión bibliográfica para la sistematización del conjunto de conocimientos y teorías relacionadas con el objeto de estudio.
2. Método de investigación experimental para describir y caracterizar el proceso de lixiviación del níquel y el cobalto.
3. Método de la observación durante la ejecución de la investigación para la obtención de los resultados.

Los aportes esperados en la investigación son los siguientes:

**En lo científico**

Aplicación del procedimiento de la lixiviación estándar a las pulpas amoniacaes del tanque de contacto.

**En lo económico**

Incremento del extractable de níquel y cobalto lo que reportaría un ingreso superior en moneda libremente convertible a la economía del país.

## CAPÍTULO 1 MARCO TEORICO

### 1.1 Teoría del Proceso de lixiviación

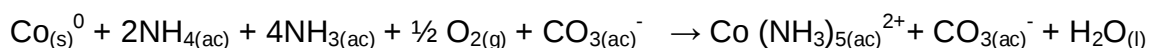
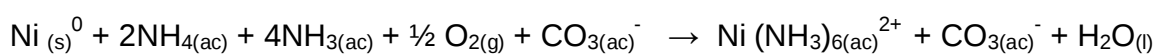
El proceso de lixiviación es un proceso heterogéneo, el cual transcurre en varias etapas fundamentales:

1. Difusión del reactivo desde el volumen de 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 sólido.
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.

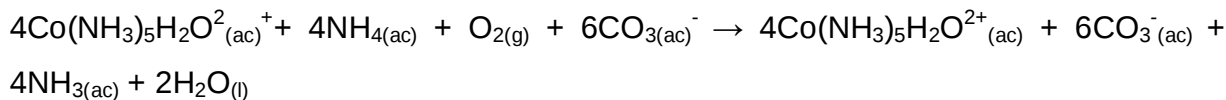
Las reacciones químicas de interacción sólido/líquido en el proceso carbonato amoniacal en la práctica comienzan parcialmente desde la descarga en la canal del mineral reducido, que interactúa con el licor de contacto y posteriormente en el tanque de contacto, ya que parte de los elementos metalizados se quedan inicialmente sin lixiviar en el mineral reducido, operación que incrementa su lixiviación durante el transcurso de las etapas de lixiviación y lavado, operaciones que integran dicho sistema.

En el tanque de contacto la relación líquido/sólido se pretende siempre conservar con una relación de 6:1 aunque en ocasiones llega a 5:1 en las plantas productoras de níquel y cobalto en Cuba y este procedimiento se regula en función de lograr una densidad de contacto que se encuentre en el rango de 1130 – 1140 g/L.

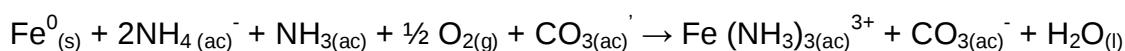
Durante las reacciones de aereación que comienza en los turboaeradores, en presencia de oxígeno que incorpora el aire, el níquel y el cobalto metálicos entran en la solución del complejo carbonato-amoniacal, por medio de las siguientes reacciones:



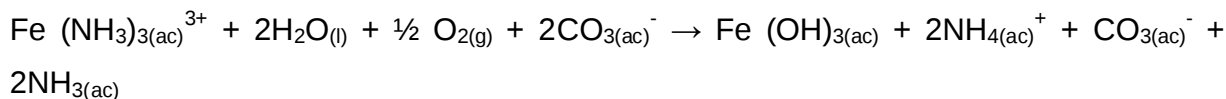
Seguidamente se lixivia el cobalto en solución, es oxidado al estado amina cobáltica, como indica la reacción siguiente:



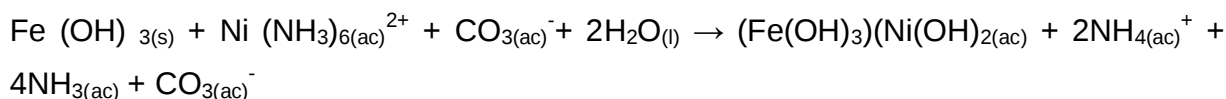
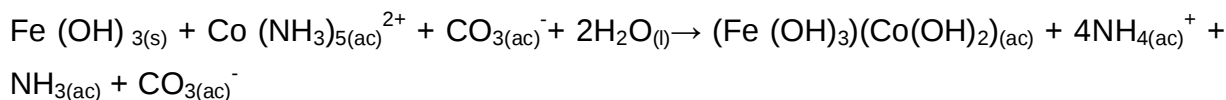
Durante la reacción de lixiviación en presencia de oxígeno, el hierro toma parte de las reacciones, y precisamente el hierro metálico es el primero en lixivarse, entrando en la solución formando un complejo ferroso amoniacal, a través de la reacción.



El complejo ferroso amoniacal es seguidamente oxidado y al cabo de los 15 min, el hierro comienza a precipitar en forma de hidróxido férrico u óxido de hierro hidratado debido a un exceso de oxígeno a un pH 10,5.



Este óxido hidratado de hierro al precipitarse, absorbe y co-precipita fundamentalmente cobalto y casi como insignificante cantidad de níquel, lo que provoca que sea muy difícil restablecerlo finalmente, la reacción fundamental para el cobalto y el níquel son las siguientes:



Si se analizan las reacciones anteriormente citadas se puede apreciar que a un pH de 10,5, al mezclarse el amoniaco con el mineral reducido comienza a incrementar el potencial de oxidación.

### 1.1.1 Fundamentación del procedimiento de la lixiviación estándar mineral reducido HR4

La lixiviación amoniacal estándar se ha clasificado por dos objetivos fundamentales en dependencia de las necesidades que se persiguen:

- 1.- Extracción máxima potencial del níquel y el cobalto.
- 2.- Predicción del lixiviado o lixiviado total en determinada parte del proceso.

El primer caso tiene como objetivo tratar en condiciones extremas el mineral reducido en el proceso de lixiviación, con el fin de que todo el níquel y el cobalto reducido pase a solución, es decir, los elementos metálicos pasen a solución, esto significa que aunque no sea así en la realidad, ya que quedan elementos metálicos dentro del sólido no lixiviable, se considera que esta operación consiste en detectar todo el extractable dentro del mineral reducido, ya que puede estar comprendido en distintas condiciones de operación en los reactores de la lixiviación estándar, entre ellas tenemos diversos rangos: con concentraciones desde los 100 hasta 140 g/L de amoníaco ( $\text{NH}_3$ ), con un tiempo de agitación de 2 a 4 h, y una relación sólido/líquido de 1/10 hasta 1/16 según las necesidades que se busquen.

Para el segundo caso, se somete el mineral reducido hasta obtener una pulpa artificial (Sintética) o en caso contrario una pulpa compósito natural del tanque de contacto, a un proceso de extracción del níquel y cobalto con licor fresco diluido, que puede variar según la operación de la primera etapa de lixiviación, a concentraciones en un rango de 75 a 84 g/L de amoníaco( $\text{NH}_3$ ), es decir, la concentración del licor fresco y dióxido de carbono( $\text{CO}_2$ ) se pretende que sea muy similar al del licor de contacto en el proceso industrial, con esto se logra simular la primera etapa del proceso de lixiviación y a la vez predecir el máximo que se puede extraer en dicho proceso en condiciones industriales.

Es bien conocido en la literatura especializada, dada por diversos autores y según Viera (1991), existen variables físico-químicas que son necesarias tener en cuenta a la hora de estudiar las pulpas amoniacaes, las cuales se muestran a continuación:

- Coeficiente de difusión.
- Constante de la velocidad de reacción.
- Tensión superficial gas-líquido.
- Viscosidad y densidad de la fase líquida.
- Presión parcial del gas.
- Distribución del tamaño de partícula.
- Densidad de la partícula sólida.
- Concentración de las partículas o relación líquido/sólido.

Para ello también hay que tener en cuenta las variables de operación, entre ellas están:

- Velocidad de agitación del impelente.
- Caudal o flujo de la corriente gaseosa.
- Caudal o flujo de la suspensión líquido-sólido.
- Volumen de la suspensión líquido-sólido en el reactor o cántara.

Se suma además las variables del dispositivo de contacto como principal objeto de estudio a valorar, ellas son:

- Tipo, diámetro y número de partes que moverán la pulpa con el impelente.
- Relaciones geométricas del sistema de agitación.

### **1.1.2 Sistema de la lixiviación estándar del mineral reducido (HR4)**

En el sistema que se analiza para la lixiviación estándar del mineral reducido (HR4), puede considerarse no tan importante las variables físico-químicas del sistema, ya que pueden mantenerse bajo control, trabajando siempre con pulpas formadas por mineral reducido y licor fresco (pulpas naturales del proceso) a una misma relación sólido/líquido, también se pueden mantener constantes las variables de operación como son el flujo o caudal de suspensión líquido/sólido, así como el volumen, por lo que: en el trabajo que se desarrolla se incluyen aquellos de relevancia, para tener seguridad de los resultados que se obtengan. Para ello, hay que prestar atención a las variables que describen el dispositivo de contacto (tipo o forma del impelente), la constante de la velocidad de agitación del impelente, el caudal o flujo de la corriente gaseosa y por último las relaciones geométricas del sistema de agitación (impelente-reactor), esta última reviste gran importancia por los bajos resultados de las actuales extracciones que se obtienen hoy en la industria, además por la formación de modo visual de las partículas segregadas dentro del sistema, lo que hace que se estudie con prioridad.

Por tal motivo es necesario evaluar la efectividad del equipamiento actual que se utiliza para la lixiviación estándar en la empresa Ernesto Che Guevara. Para llevar a efecto tal propósito se debe estudiar las dimensiones del impelente, respecto al reactor y la ubicación del sifón para la toma de muestra, para una mayor eficiencia del proceso que

se estudia, lo cual se verá reflejado en el extractable de níquel y cobalto, así como el régimen hidrodinámico en que tiene lugar el proceso.

## **1.2 Antecedentes**

Las primeras investigaciones desarrolladas por el autor de la tecnología carbonato amoniacal Caron, (1950 a) muestran que la formación del hidróxido de hierro III causa una parcial co-precipitación del cobalto disuelto en el licor, el cual se puede contrarrestar con el uso de licores fuertes en contenidos de amoniaco. En el trabajo aunque se plantea que los resultados que se obtienen son satisfactorios, no se muestran los valores y solo se tiene en cuenta para el análisis, la formación del hidróxido de hierro III.

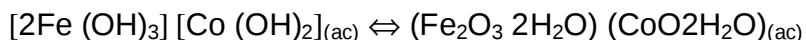
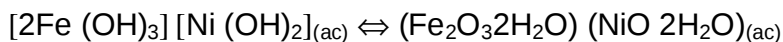
Caron (1950 d), estableció experimentalmente que una aleación de hierro-níquel-cobalto, sería el resultado de un beneficio selectivo del mineral, que es necesario para hacer que el mineral sea dócil ante la lixiviación amoniacal, y debe tenerse en cuenta que una sobre-reducción, así como una infra-reducción no son deseables, demostrando de esta forma que el hierro se disuelve más rápidamente que el cobalto y el níquel, y que los tres elementos en estado metálico entraran en la solución como iones bivalentes, pero el hierro y el cobalto serán convertidos al estado trivalente por medio del mecanismo de aereación. El autor observó que el cobalto es fácilmente co-precipitado de los licores amoniacales por el hidróxido ferroso, probablemente como un hidróxido también. En el trabajo no se muestran valores que demuestren las afirmaciones que se realizan sobre la precipitación de los elementos.

Algo esencial para comprender la naturaleza de los minerales y su proceso de lixiviación son los aspectos mostrados por Caron (1950 d), donde describe que la aleación de hierro- níquel – cobalto proveniente de la reducción, pertenece a un grupo que puede convertirse en pasivo bajo ciertas condiciones que presenten los licores amoniacales. Por lo que recomendó que durante el proceso de aereación–lixiviación deba usarse como mínimo tres turboaeradores del mismo tipo y tamaño, para que se cumplan los requisitos del proceso y evitar una posible pasividad parcial durante el proceso de lixiviación. Para ello, asumió que la disolución completa de los valores tiene que ser hecha, por lo menos por tres agitadores conectados en serie, además que una mayor cantidad de turboaeradores, no permita mostrar un mayor efecto durante la

lixiviación, ya que comienza un proceso de pasividad o muy bien llamados por otros, de saturación del licor producto cuando se trabaja con bajas y moderadas concentraciones de dióxido de carbono y amoniaco. En el trabajo no se muestran valores de los resultados que se obtienen y solo se tiene en cuenta el efecto de las concentraciones de amoniaco y dióxido de carbono

Otros autores Haver (1953); Dean (1955); y Chang et al (1993) mostraron que la precipitación del cobalto por el hidróxido de hierro III, ocurre por el mecanismo de hidrólisis, en Marinduque, Nonoc, Filipinas, Colvin, (1979); en Yabulu, Queensland, Reid, (1980, 2004), confirmando los resultados obtenidos por Caron, pero el objetivo del trabajo no es evaluar la extracción de níquel y cobalto, sino ver la co-precipitación del cobalto disuelto en el licor amoniacal.

Se evidencia que en los diagramas brindados por Queneau et al (1946) y Ósseo-Asare (1979 a), no se muestra la influencia de la temperatura, donde las reacciones que se originan dentro de la pulpa lixiviada dificultan la recuperación, fundamentalmente del cobalto y en algo la del níquel, debido a una rápida cinética de hidratación-oxidación, como se ilustra a continuación en las ecuaciones siguientes:



Ecuaciones semejantes, fueron desarrolladas y presentadas por otros investigadores del proceso hidrometalúrgico, entre ellos: Ósseo-Asare (1975 b); Ósseo-Asare et al (1980.a); Chang et al (1993). En los trabajos desarrollados no se tiene en cuenta la efectividad de extracción de los elementos níquel y cobalto.

Según Ósseo-Asare et al. (1980) los primeros experimentos realizados en la Refinería de Yabulu mostraron que durante la lixiviación el proceso de co-precipitación de cobalto, se debe a la adsorción en las superficies de los minerales portadores del componente de sílice en la pulpa lixiviada a un pH cercano a 10. El objetivo del trabajo es analizar la co-precipitación del cobalto y además se realiza en la refinería donde el equipo empleado es diferente al que se emplea para la lixiviación estándar.

El trabajo realizado por Lindstrom (1968), mostró el efecto que implica la molienda seca de los minerales serpentiniticos en la activación de la superficie de sílice, y por tanto,

asumieron las consecuencias que pueden acarrear en la precipitación del cobalto en el proceso hidrometalúrgico de la tecnología Caron. En el trabajo solo se tiene en cuenta los efectos de la molienda sobre la precipitación de cobalto.

Espinosa y Santiesteban (2011) desarrollan una investigación donde varían las condiciones de operación y obtuvieron valores de extractables superiores a los reportados por la Ernesto Che Guevara, se propone realizar la lixiviación estándar al mineral reducido (HR4) con la siguiente concentración de amoníaco 82-90(g/L). Aunque se obtienen buenos resultados de extractable en el trabajo, las variaciones se realizan a las condiciones de operación, especialmente a la concentración de amoníaco.

En el trabajo desarrollado por Chang-Cardona; Toirac-Suárez y Arce- Molina en (2005), se hace un estudio para establecer modelos multivariantes para predecir el extractable de níquel por la composición química de la mena tecnológica en el proceso Caron. El procesamiento estadístico de las bases de datos se realizó en EXCEL, como resultado se obtuvo varios modelos multi-variables con efectividades de pronóstico del extractable de níquel superiores a 95% para ser probados en el escalado hacia toda la planta de horno. Los resultados que se obtienen son satisfactorios pero solo es un pronóstico, lo cual tendría que ser validado al realizar el escalado en la planta de hornos.

Chang (2000) realizan una investigación relacionada con la lixiviación del proceso Caron. El principal objetivo del trabajo es fundamentar las vías para incrementar la extracción de cobalto sin sacrificar la de níquel en la lixiviación del proceso Caron, se analizaron las causas de pérdidas de níquel y cobalto por la pasivación de las ferroaleaciones con níquel y cobalto en la mena reducida, basado en los resultados científicos y tecnológicos de investigadores cubanos y extranjeros, que se han validado por la práctica industrial; se interrelacionan los factores de todos los tipos de pérdidas de cobalto y níquel para fundamentar las principales líneas de perfeccionamiento de la operación de lixiviación en las dos plantas cubanas de forma integral, analizándolas como un sistema formado, además por las operaciones de: reducción, absorción del dióxido de carbono y amoníaco para producir licor fresco, y por la precipitación del sulfuro de cobalto. El trabajo está encaminado fundamentalmente a determinar las vías

para el incremento de la extracción de cobalto sin sacrificar níquel pero teniendo en cuenta la pasivación de las ferroaleaciones.

Lazo y Mendoza en (1990), realizan un trabajo de diploma donde hacen un análisis estadístico de los parámetros que influyen sobre las extracciones de níquel y cobalto en la lixiviación carbonato-amoniaca, el objetivo que se persigue es realizar una valoración estadística de la influencia de dichos parámetros en la planta de lixiviación y lavado.

Se concluye que las variables que ejercen una mejor influencia sobre la extracción absoluta de níquel y cobalto son:

- 1.- La granulometría para las clases comprendidas entre -0,147 mm y +0,074 mm.
- 2.- A medida que aumenta la aereación aumenta la extracción absoluta del níquel y el cobalto.
- 3.- Al aumentar el contenido de cobalto en el mineral alimentado aumenta la extracción absoluta de níquel y cobalto.
- 4.- Al aumentar la concentración de amoníaco y dióxido de carbono en el licor aumenta la extracción absoluta de níquel y cobalto. En el trabajo los parámetros que se evalúan son la granulometría, la aereación, el contenido de cobalto en el mineral alimentado

Castellanos en (1985) realiza el estudio de la intensificación de la lixiviación carbonato-amoniaca y su introducción en la práctica social donde propone el mecanismo de la lixiviación con solución carbonato amoniacal proveniente del tanque de contacto y la etapa cinética que aparentemente se encuentra limitada por la velocidad de disolución del níquel y cobalto. Se establecieron y determinaron las condiciones de intensificación del proceso de lixiviación, a través de la inyección de dióxido de carbono (7-10%) en la corriente de aire (mezcla). La extracción del níquel y cobalto se incrementa en un 5% como mínimo y disminuye la disolución del hierro(II), además mostró la posibilidad de intensificar la lixiviación en un reactor tubular con altas extracciones relativas de los metales (95 - 100% de níquel y 100 - 120% de cobalto) en un tiempo de 40 - 80 segundos. Se demostró que la inyección del dióxido de carbono era factible para disminuir el consumo de aire, por lo que es de esperar una reducción en las pérdidas de amoníaco en el sistema, aunque se obtienen buenos resultados en la investigación,

el equipamiento que se utiliza es un reactor tubular y no se muestran aspectos relacionados con los parámetros geométricos del mismo.

Alepuz (2007) realizó una investigación encaminada a evaluar la efectividad del método de lixiviación estándar que se emplea en el CEDINIQ y comparar los resultados con los obtenidos por el procedimiento que se emplea en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara. Los extractables que se obtuvieron por el procedimiento del CEDINIQ estuvieron alrededor del 80%, mientras que los de la empresa Ernesto Che Guevara se mantuvieron en valores de 76%. En esta investigación aunque se obtienen resultados satisfactorios, el objetivo no está encaminado a variar parámetros geométricos del equipamiento.

Miranda L. J, et al (2011) se hace un estudio donde evalúa la recuperación de níquel y cobalto en el proceso de lixiviación empleando el procedimiento convencional y ultrasonido. Se comprobó estadísticamente que en condiciones ideales de trabajo (alta concentración de amoníaco y dióxido de carbono) la recuperación de cobalto por el procedimiento ultrasónico es mayor significativamente que el convencional. Aunque los resultados son satisfactorios el equipamiento empleado es el ultrasónico y las condiciones de amoníaco y dióxido de carbono propuestas son ideales para lograr el objetivo.

Majendíe et al (2011), desarrolla el trabajo relacionado con la propuesta de un diseño mejorado de la muestra de pulpa de mineral reducido (HR4). En el mismo se realiza un diagnóstico del procedimiento de la toma y preparación de la muestra, de la metodología de la prueba de lixiviación estándar (QT) y de la preparación de la muestra en el laboratorio analítico central. Se realiza además el cálculo de los parámetros de muestreo según normas estandarizadas.

Los principales resultados del trabajo mostraron las dificultades detectadas en la supervisión y preparación de la muestra, los resultados en la verificación de la representatividad de los datos reportados por el sector de muestreo y en las muestras tomadas a diferentes alturas en el tanque de contacto (serie c), así como el resultado del cálculo de los parámetros de muestreo. En este caso el objetivo del trabajo es diagnosticar las principales dificultades presentadas con los aspectos relacionados con la propuesta de un diseño mejorado de la muestra de pulpa de mineral reducido (HR4).

Santiesteban et al (2011), desarrollan una investigación relacionada con la propuesta de mejora para el método de lixiviación estándar (QT). En el mismo se realizó la evaluación de la efectividad de dos reactores (uno pequeño y uno grande) para realizar la lixiviación; se evaluaron además otras condiciones de la QT como el tiempo de reacción, concentración de amoníaco y relación líquido – sólido con un flujo de aire constante en los reactores, establecido por cálculo. Los resultados establecen un incremento de los extractables de níquel y cobalto con relación a los que se obtienen en la empresa Ernesto Che Guevara. En el trabajo se muestran resultados importantes relacionados con el proceso de lixiviación estándar, aunque se evalúa el tipo de equipamiento a emplear, no tienen en cuenta aspectos geométricos del mismo.

Miranda ( 2011), en estudios realizados con el equipamiento existente en el laboratorio de la planta de hornos de reducción para desarrollar la lixiviación estándar, demostró que es necesario la modificación de los parámetros geométricos de dicho equipamiento donde se planteó que con sólo un impelente de diámetro superior, se mejoraría los resultados del criterio de Reynolds, se muestra el poco contenido de sólido de la pulpa filtrada para realizar los ensayos químicos, para lo que recomienda cambiar el sifón por la toma de muestra por el fondo del reactor.

En el trabajo aunque se tienen en cuenta aspectos relacionados con los parámetros geométricos del equipamiento no se obtienen resultados satisfactorios en cuanto al extractable de níquel y cobalto.

## **CAPÍTULO 2 MATERIALES Y MÉTODOS**

### **2.1 Materiales, reactivos y equipamiento para la preparación de la muestra de mineral reducido (HR4) y el análisis químico**

#### **2.1.1 Materiales**

- Papel de filtro de porosidad media.
- Muestra de pulpa.

#### **2.1.2 Equipos para la preparación de la muestra en planta de hornos**

- Balanza de brazo colgante de 90 kg.
- Recipiente de 1L de capacidad.
- Frascos plásticos con tapas, capacidad de contenido de 500 mL.
- Sifón.
- Turboareador.
- Vara metálica de 4 m.
- Cántara de acero – níquel, peso 17,2 kg y de capacidad: 14 L.
- Rotámetro.

#### **2.1.3 Reactivos químicos para la lixiviación**

- Licor amoniacal de  $82 \pm 2$  g/L.

#### **2.1.4 Equipos para la preparación de la muestra de pulpa en el laboratorio analítico**

- Molinos y planetario.
- Estufas de calentamiento de tiro forzado con regulación de temperatura en el rango de 0 a 200 °C.
- Agitadores mecánicos de hélice con regulación de velocidad.
- Sistema de extracción de polvo y gases.

- Bomba de vacío.
- Frasco para filtración a vacío (Kitasatos) de 1 y 5 L.
- Embudo Buchner de 19 cm de diámetro.
- Platillo metálico de acero inoxidable de 18 cm de diámetro.
- Probeta de 100 mL.
- Recipientes metálicos de forma cilíndrica de 12 cm de diámetro interior x 22,5 cm de alto con capacidad de 2 L.
- Bureta de 50 mL
- Equipo de absorción atómica
- Balanza analítica
- Plancha de calentamiento

### 2.1.5 Reactivos para análisis químico

- Solución de licor fresco al 7 %.
- Solución de licor fresco al 3 %.
- Mezcla de ácido nítrico y clorhídrico.
- Ácido clorhídrico 1:1.

### 2.2 Instalación empleada para la experimentación

En la figura 2.1 a, se muestra el reactor con el sifón del sistema convencional actual y en la figura 2.1 b, se muestra el reactor con el tomamuestra del sistema con las modificaciones.



Figura 2.1 a, Sistema convencional actual



Figura 2.1 b, Sistema con las modificaciones

En la figura 2.2 a, se muestra el diámetro del impelente (73mm) y el conducto de inyección de oxígeno en el sistema convencional actual. En la figura 2.2 b, se muestra el impelente (100mm) y el conducto de inyección de oxígeno a un ángulo de  $15^{\circ}$  en el sistema convencional modificado.

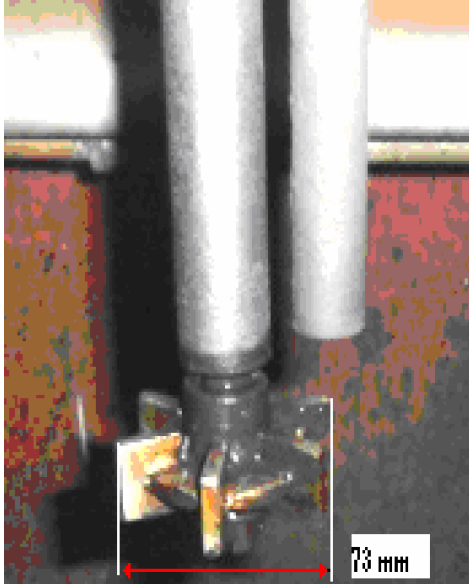


Figura 2.2 a, Impelente convencional

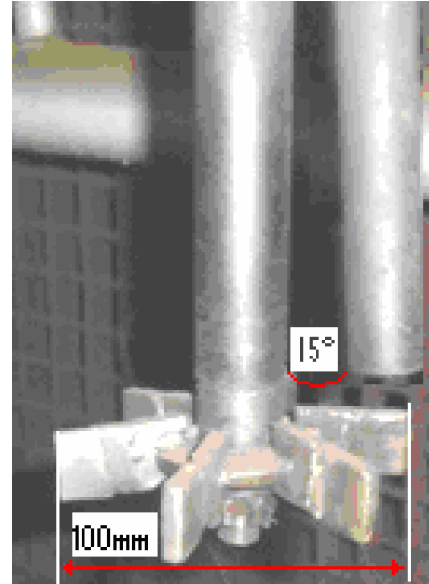


Figura 2.2 b, Impelente modificado

En la figura 2.3 se muestra la balanza para el pesaje de los reactores.



Figura 2.3 Balanza para el pesaje de los reactores.

## 2.3 Métodos empleados

### 2.3.1 Evaluación de los reactores experimentales actuales para la lixiviación estándar del mineral reducido (HR4) en la empresa Ernesto Che Guevara

Para determinar la influencia de las dimensiones del reactor experimental se presentan criterios de evaluación de dicho equipamiento. Se realizaron mediciones físicas de las principales dimensiones del mismo y su comparación con el estándar presentado en la literatura internacional.

En la Figura 2.4, se muestra las dimensiones de los reactores actuales existentes en la empresa Ernesto Che Guevara los cuales están constituidos de acero inoxidable.

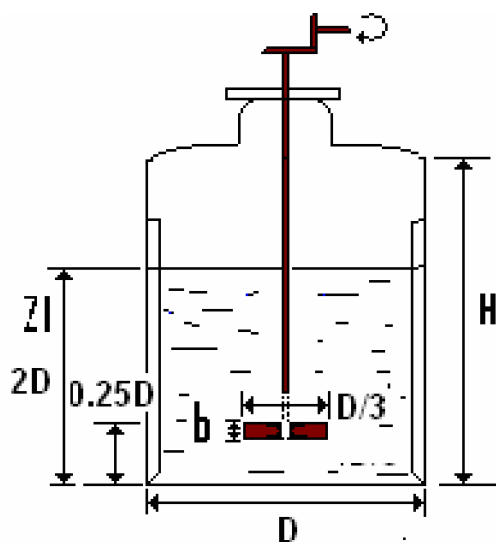


Figura 2.4 Dimensiones del reactor actual

Las mediciones realizadas arrojaron los siguientes resultados:

|                                                                          |         |
|--------------------------------------------------------------------------|---------|
| • Diámetro interior del reactor $D$ , mm                                 | 300     |
| • Altura total (reactor $H$ ), mm                                        | 380     |
| • Altura del impelente desde la tapa hasta el interior de la cántara, mm | 330     |
| • Ancho de los deflectores ( $a$ ), mm...                                | 30      |
| • Ancho y largo de las paletas del impelente ( $b$ ), mm                 | 25      |
| • Impelente de tipo turbina de paletas planas rectas, No.                | 6       |
| • Velocidad de agitación del impelente ( $w$ ), rpm                      | 1200    |
| • Flujo de aire ( $f$ ), kPa ó L/h                                       | 5 ó 2,5 |

|                                                                                |       |
|--------------------------------------------------------------------------------|-------|
| • Diámetro del impelente ( $d_{ag}$ ), mm                                      | 73    |
| • Altura respecto al fondo (h), mm                                             | 45    |
| • Altura que ocupa la pulpa en el reactor (Zl), mm                             | ~ 200 |
| • Tiempo de reacción (t), min.                                                 | 120   |
| • Relación Sólido/Líquido                                                      | 1:10  |
| • Concentración másica $NH_3/CO_2$ , el $CO_2$ no se determina con frecuencia: | 84/42 |
| • Número de baffles                                                            | 4     |
| • Peso de la cántara vacía con tapa, kg.                                       | 17,4  |
| • Peso de la cántara llena de pulpa con tapa, kg.                              | 22,4  |

El suministro de aire comprimido es por un tubo metálico, colocado a 30 mm por encima de las paletas del impelente dentro del reactor.

Para calcular el diámetro del impelente con respecto al diámetro del reactor se emplea la fórmula:

$$D_{imp} = \frac{D_{total}}{3} \quad (1)$$

Donde:

$D_{imp}$ .- Diámetro del impelente;  $D_{total}$ .- Diámetro del reactor o cántara.

### 2.3.2 Metodología de lixiviación estándar

La metodología de investigación se basa en evaluar el procedimiento de lixiviación amoniacal Estándar del mineral reducido (HR4), la cual permite apreciar las cantidades de níquel y cobalto extractable del mineral reducido, pero esta vez en forma de sólido o mineral reducido formando una pulpa sintética para su estudio comparativo y en forma de pulpa amoniacal industrial-natural que se forma en la canal, y su estadío superior en el tanque de contacto, experimentados en las instalaciones en el laboratorio de la planta de hornos de reducción de la empresa Ernesto Che Guevara.

La metodología que se sigue para realizar la lixiviación estándar de la muestra de mineral reducido (HR4) es la siguiente:

1. Se pesa la cántara vacía con la tapa, (peso 1) (P1).
2. En la cántara se echan 4 L de licor fresco con una concentración de  $82 \pm 2$  g/L.

3. Deposite en la cántara las muestra de 500 mL que va tomando cada una hora, desde la primera hasta la cuarta, o sea de 7:00AM – 10:00AM.
4. Instala la cántara en el turboaereador y agita la muestra durante 15 min.
5. Después deja la cántara en reposo durante 90 min.
6. Extraer el líquido contenido en la cántara con el sifón (cuide que no cambie el color del líquido para no perder sólidos).
7. Seguidamente pesar la cántara (peso 2) (P2) y por diferencia de peso con el peso inicial de la cántara se obtiene el peso 3 (P3) que está dado por: (P2-P1), esta diferencia indica la cantidad de sólidos totales en kg, tomados en 4 h. Luego de tenerse a P3 para adicionar la cantidad de licor fresco con la misma concentración de  $82 \pm 2$  g/L, se debe remitir a la tabla 1 y tener en cuenta lo siguiente:
  - Si el peso de la muestra no excede de 1,5 kg, añada a la cántara la cantidad necesaria de solución amoniacal (tabla 2.1), añada la quinta muestra. Instálela en el turboaereador por dos horas y abra el aire de 2,5 L/min, arranque el turboaereador.
8. Luego proceda a tomar 1 L de la pulpa con el sifón dentro de la cántara de una altura del fondo de 50 mm, enváselo en un pomo, identifíquelo bien y envíelo al laboratorio central.

Tabla 2.1 Correlación del volumen del licor fresco a añadir a la muestra con relación al peso de la misma una vez descartado el líquido.

| Peso de la muestra (kg) | Volumen del licor fresco (L) |
|-------------------------|------------------------------|
| 0,2                     | 0,5                          |
| 0,3                     | 0,6                          |
| 0,4                     | 0,8                          |
| 0,5                     | 1,0                          |
| 0,6                     | 2,0                          |
| 0,7                     | 3,0                          |
| 0,8                     | 4,0                          |
| 0,9                     | 5,0                          |
| 1,0                     | 6,0                          |
| 1,1                     | 7,0                          |

| Peso de la muestra (kg) | Volumen del licor fresco (L) |
|-------------------------|------------------------------|
| 1,2                     | 8,0                          |
| 1,3                     | 9,0                          |
| 1,4                     | 10,0                         |
| 1,5                     | 11,0                         |

### **2.3.3 Preparación de la muestra HR4 en el laboratorio analítico cuando la relación líquido/sólido cumple con la norma de muestreo NEIB 22-03-2003**

Si la muestra HR4 cumple con lo que establece la norma (NEIB 22-03-2003) referente al cumplimiento del valor de la densidad de la muestra entonces la metodología a seguir para la preparación de la muestra es la que se muestra a continuación:

- Homogenizar la pulpa en el agitador mecánico por 35 min a una velocidad de 430 rpm, utilizando los recipientes metálicos de forma cilíndrica de 12 cm de diámetro interior x 22,5 cm de alto con capacidad de 2 L.
- Transcurrido el tiempo, coger una medida de aproximadamente 250 a 300 mL de la muestra para el proceso de lavado.
- Realice la operación de filtración y lavado.
- Desconecte la toma de vacío del kitasato y vierta la torta lavada en un platillo de acero inoxidable.
- Con el platillo encima de la meseta gire el embudo de tal forma que coincida la parte superior de este y si es necesario golpee suavemente hasta que se desprenda la torta.
- Retire el papel de filtro e identifique la muestra debidamente para su control. Ponga la muestra en la estufa a  $160 \pm 5$  °C por espacio de 2 h.
- Alcanzado el tiempo deseado saque la porta muestra de la estufa, refrésquela y pulverícela en el molino planetario, según la instrucción de operación del equipo.
- Verifique la granulometría después de la molienda utilizando un tamiz de malla 100 mesh.
- Envase la muestra en un sobre debidamente codificado, tal como se describe en el epígrafe 5.7 del procedimiento.

- Póngala en desecadora y entregue al cuarto de control de proceso para análisis químico.

En la figura 2.5 se muestra el equipamiento de absorción atómica empleado para la realización de los análisis químicos de la muestra obtenida al desarrollar la lixiviación estándar.



Figura 2.5 Equipamiento de absorción atómica AA 5FL.

#### **2.3.4 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.

#### **2.3.5 Metodología para evaluar el régimen hidrodinámico**

Para la evaluación del régimen hidrodinámico se utilizó el criterio de Reynolds (Re), el cual se emplea para hacer el análisis dimensional, que permite en forma útil obtener las

variables implicadas en el proceso de mezclado y agitación en reactores por medio de impelentes.

Calculando el número de Reynolds (Re), se puede clasificar en tres categorías de régimen a escala de laboratorio (según Brown 1990) el proceso que se evalúa.

La fórmula que se emplea para el cálculo es:

$$Re = (n D_{imp}^2 \rho) / \mu \quad (2)$$

Donde los valores actuales son:

$D_{imp}$ .- Diámetro del impelente (m) [0,73 m].

$\rho$ .- Densidad de la pulpa ( $kg/m^3$ ). [1145  $kg/m^3$ ].

$n$ .- Revoluciones por minutos o velocidad de rotación (rpm). [20 s].

$\mu$ .- Coeficiente dinámico de viscosidad (velocidad dinámica) (Pa.s) [0,03429 Pa.s = 0,03429  $kg/m.s$ ].

### **2.3.6 Metodología comparativa de la lixiviación estándar con el equipo actual y con el de las modificaciones**

Para el análisis estadístico comparativo de los datos se utilizó el programa profesional de estadística STATGRAPHICS plus 5.1, el que está destinado a examinar las diferencias significativas entre dos muestras de datos, las cuales se han agrupado en pares, se calculan los estadísticos y se realizan los gráficos para las diferencias entre los datos pareados.

## CAPÍTULO 3 DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.

En el capítulo se exponen los resultados de la experimentación realizada.

### 3.1 Determinación del régimen hidrodinámico

Para determinar el régimen de la evaluación del proceso se aplica la ecuación 2 del capítulo 2, para ello se muestra en la tabla 3.1 como se clasifican los regímenes hidrodinámicos de acuerdo al valor del criterio de Reynolds.

Tabla 3.1 Clasificación del régimen de agitación en dependencia de Re.

| Régimen    | Número de Reynolds |
|------------|--------------------|
| Laminar    | $Re < 2100$        |
| Transición | $2100 < Re < 4000$ |
| Turbulento | $4000 < Re$        |

Los cálculos basados en el criterio de Reynolds y de la confirmación de los datos anteriores, es decir, el cálculo del número de Reynolds en el sistema de estudio, especialmente de los aspectos geométricos de correspondencia entre el reactor-impelente, para obtener un régimen turbulento en toda la pulpa que participa en el análisis de la lixiviación estándar debe cumplirse que ( $Re > 4000$ ).

En estudios desarrollados se demostró que los actuales equipamientos no reúnen las condiciones idóneas que muestren resultados con cantidad y la calidad de muestra que queda al ser filtradas las pulpas que se sifonean, después de ser agitada por 2 horas de forma parcial para la lixiviación estándar, es decir, el sólido que se recoge en dos litros de pulpa es insuficiente para determinar los componentes químicos y calcular los extractables de las muestras.

En la figura 3.1, se muestra la cantidad de sólido que queda después del filtrado en el equipo actual.

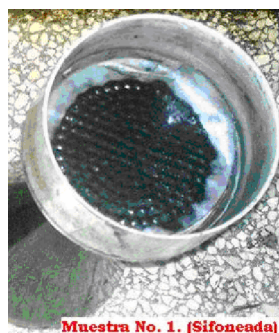


Figura 3.1 Contenido de sólido retenido al filtrar la pulpa que se obtiene con el equipamiento actual

### **3.2 Metodología comparativa para la lixiviación estándar con el equipamiento actual y el que se le realizaron modificaciones**

Para desarrollar el trabajo se hace una comparación del procedimiento convencional de la lixiviación estándar con el equipamiento que existe actualmente en la planta de horno de la empresa Ernesto Che Guevara y al que se le realizó modificación.

Para el análisis estadístico comparativo de los datos se utilizó el programa profesional de estadística STATGRAPHICS.

#### **3.2.1 Resultados de los experimentos y estudios estadísticos para el procesamiento de los datos**

Para dar respuesta a los objetivos planteados, se realiza la experimentación en el equipo convencional que se emplea actualmente en la planta de hornos y en el equipo modificado, donde se estima la extracción potencial de níquel y cobalto.

Se aplicaron métodos estadísticos que permiten realizar la evaluación, para la cual se utilizó la comparación de dos muestras a través del estadígrafo de muestras pareadas, donde se hace el contraste de hipótesis y métodos gráficos para determinar la normalidad de las muestras.

En la tabla 3.2, se muestra los resultados promedios de la determinación de los extractables empleando el equipo actual y el modificado para una misma pulpa tomada durante varios días en el laboratorio de la planta antes mencionada

Tabla 3.2 Resultados de los extractables de níquel y cobalto con el equipamiento actual y el modificado

| Prueba      | EXTRACTABLES, % |                   |            |               |                   |            |
|-------------|-----------------|-------------------|------------|---------------|-------------------|------------|
|             | Ni              |                   |            | Co            |                   |            |
|             | Equipo Actual   | Equipo Modificado | Diferencia | Equipo Actual | Equipo Modificado | Diferencia |
| <b>No 1</b> | 77,89           | 77,87             | 0,02       | 48,60         | 51,66             | -3,06      |
| <b>2</b>    | 84,76           | 77,175            | 7,58       | 68,63         | 62,26             | 6,37       |
| <b>3</b>    | 83,03           | 81,85             | 1,18       | 65,11         | 61,48             | 3,64       |
| <b>4</b>    | 85,76           | 81,51             | 4,25       | 56,40         | 53,71             | 2,69       |
| <b>5</b>    | 79,93           | 75,92             | 4,01       | 48,12         | 53,71             | -5,59      |
| <b>6</b>    | 72,61           | 68,90             | 3,71       | 61,25         | 60,41             | 0,84       |
| <b>7</b>    | 79,87           | 75,62             | 4,25       | 68,11         | 67,83             | 0,28       |
| <b>8</b>    | 79,73           | 76,69             | 3,04       | 57,85         | 58,19             | -0,34      |
| <b>9</b>    | 83,33           | 79,77             | 3,56       | 71,67         | 71,25             | 0,42       |
| <b>10</b>   | 81,81           | 79,28             | 2,53       | 66,12         | 65,42             | 0,70       |
| <b>11</b>   | 79,90           | 75,28             | 4,62       | 65,33         | 64,01             | 1,32       |
| <b>12</b>   | 79,54           | 74,33             | 5,21       | 61,48         | 57,65             | 3,83       |
| <b>13</b>   | 73,75           | 71,08             | 2,67       | 58,45         | 51,14             | 7,32       |
| <b>14</b>   | 74,29           | 70,92             | 3,37       | 45,67         | 45,13             | 0,54       |
| <b>15</b>   | 81,47           | 73,43             | 8,04       | 53,94         | 60,47             | -6,53      |

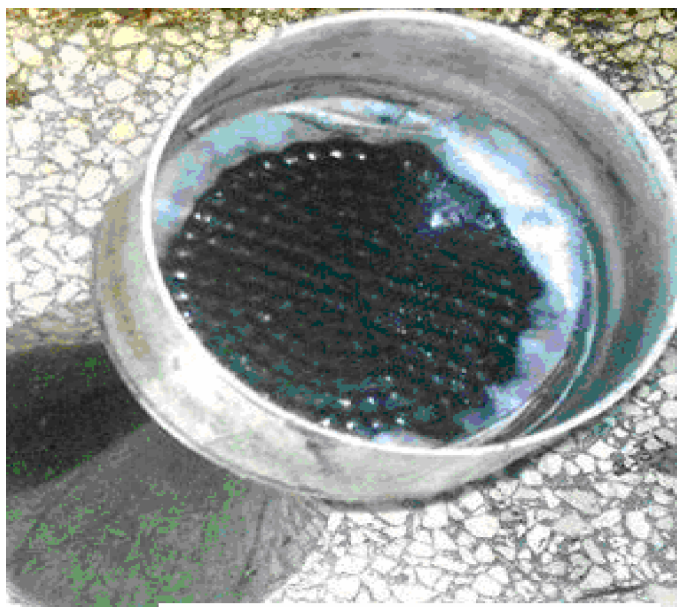
La experimentación de la lixiviación estándar se desarrolló en condiciones reales de de  $82 \pm 2$  g/L amoniaco tanto para el equipo convencional actual como para el modificado.

Según se observa en la tabla 3.2, los resultados de extractable en el equipo modificado son menores que los del equipo convencional actual, lo que indica que hay diferencias en los mismos, siendo estos más reales. Los valores obtenidos tanto para el níquel como para el cobalto (en menor medida para el cobalto), muestran diferencias significativas entre el equipo actual y el modificado; razón por la cual se puede afirmar

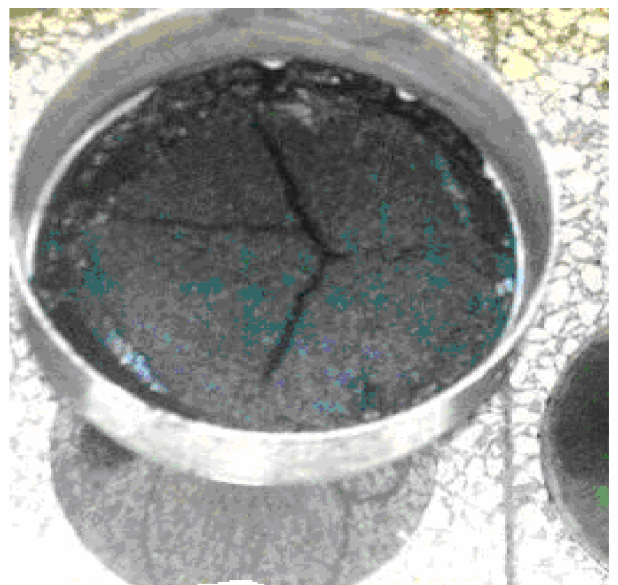
que las modificaciones realizadas al impelente y al tomamuestra son efectivas en la obtención de los resultados al desarrollar la lixiviación estándar.

Otro resultado que se pudo mejorar con las modificaciones realizadas al equipamiento es el contenido de sólido y las condiciones hidrodinámicas de la pulpa; para el equipo convencional se obtiene menor contenido de sólido que para el modificado (según se puede ver en la figura 3.1, así el régimen hidrodinámico para el actual es laminar mientras que para el modificado es turbulento, lo cual garantiza una mayor homogeneización.

En la figura 3.2 a, se muestra la cantidad de sólido obtenido en el equipamiento actual y en la figura 3.2 b, se muestra la cantidad de sólido retenido en el equipo modificado.



Sólido obtenido con el equipo convencional actual



Sólido obtenido con el equipo modificado

Figura 3.2 a, Sólido obtenido en el equipo actual

Figura 3.2 b, Sólido obtenido en el equipo modificado

### 3.3 Comparación de datos pareados

Obtenidos los datos para el procedimiento convencional en la empresa Ernesto Che Guevara tomando la pulpa al mismo tiempo, tanto para el reactor actual como para el de las modificaciones. El procedimiento está destinado a examinar las diferencias significativas entre dos muestras de datos, las cuales se han agrupado en pares.

Se calculan los estadísticos y se realizan los gráficos para las diferencias entre los datos pareados.

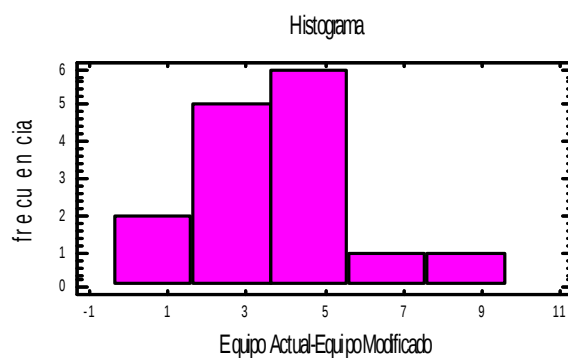
### 3.3.1 Análisis para el níquel

En la tabla 3.3 se muestra el resumen estadístico para el extractable de níquel que se obtiene con el equipo actual y modificado.

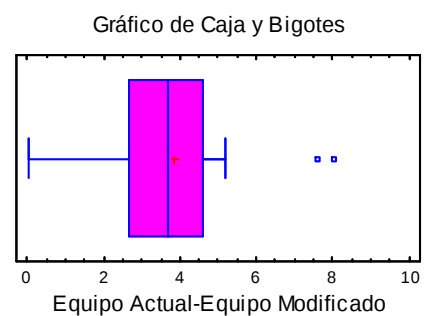
Tabla 3.3 Resumen estadístico de extractable de níquel con el equipo actual y modificado

|                     |       |
|---------------------|-------|
| Recuento            | 15    |
| Media               | 3,87  |
| Mediana             | 3,71  |
| Desviación Estándar | 2,07  |
| Varianza            | 4,30  |
| Asimetría           | 0,663 |
| Curtosis tipificada | 0,657 |

En las figuras 3.3 a y b se muestra los valores de frecuencia de las desviaciones de los extractables de níquel que se obtienen con el equipo actual y modificado según los datos de la tabla 3.3, donde se observa una desviación de los resultados de las muestras 2 y 15 dentro del rango esperado.



a



b

Figura 3.3 a y b Frecuencia de las desviaciones de extractable de níquel

Los valores de estos estadísticos fuera del rango de -2 a +2 indican alejamiento significativo de normalidad que tendería a invalidar cualquier test estadístico con respecto a la desviación normal. En este caso, el valor del coeficiente de asimetría estandarizado está dentro del rango esperado para los datos de una distribución

normal. El valor del coeficiente de curtosis tipificada está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal.

Tabla 3.4. Prueba de Hipótesis para el extractable de níquel en el equipo actual y modificado

| <b>Prueba t</b>                                |           |
|------------------------------------------------|-----------|
| Media Muestral                                 | 3,87      |
| Mediana Muestral                               | 3,71      |
| Desviación Estándar de la Muestra              | 2,07      |
| Estadístico t                                  | 7,23      |
| Valor-P                                        | 0,0000044 |
| Se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05  |           |
| <b>Prueba de los signos</b>                    |           |
| Valor-P                                        | 0,00030   |
| Se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05. |           |

Se observa en los resultados de la comparación de datos pareados para el níquel, que el resumen estadístico para el extractable con el equipo actual vs equipo modificado para 15 muestras evaluadas, tanto para el contraste t y contraste de los signos, la hipótesis nula que formula que la media no es igual a cero, se rechaza la hipótesis nula para un nivel de confiabilidad del 95%, significa que los resultados de la extracción de níquel con el equipo actual y el modificado difieren uno de otro.

### 3.4 Análisis para el cobalto

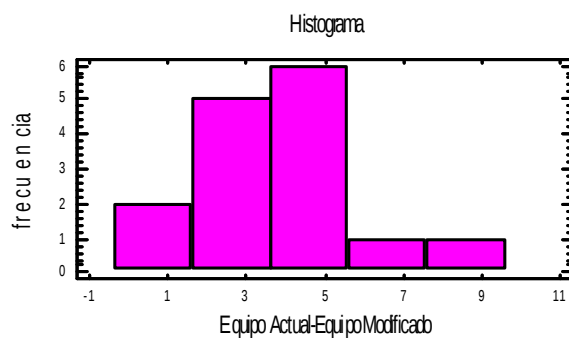
#### 3.4.1 Resumen estadístico de la lixiviación estándar del cobalto en el equipo actual y en el modificado

En la tabla 3.5 se muestra el resumen estadístico para el extractable de cobalto que se obtiene con el equipo actual y el modificado.

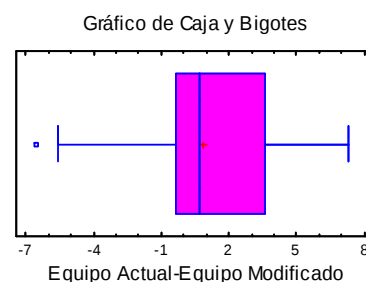
Tabla 3.5. Resumen estadístico para el extractable de cobalto con el equipo actual y modificado

|                     |       |
|---------------------|-------|
| Recuento            | 15    |
| Media               | 0,827 |
| Mediana Muestral    | 0,70  |
| Desviación Estándar | 3,83  |
| Varianza            | 14,69 |
| Asimetría           | -0,52 |
| Curtosis tipificada | 0,128 |

En las figuras 3.4 a y b, se muestra los valores de frecuencia de las desviaciones de los extractables de cobalto que se obtienen con el equipo actual y modificado según los datos de la tabla 3.5, donde se observa una desviación de los resultados de las muestras 5 y 15 dentro del rango esperado.



a



b

Figura 3.4 a y b Frecuencia de la desviación de los extractables de cobalto

Los valores de estos estadísticos fuera del rango de -2 a +2 indican alejamiento significativo de normalidad que tendería a invalidar cualquier test estadístico con respecto a la desviación normal. En este caso, el valor del coeficiente de asimetría estandarizado está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal. El valor del coeficiente de curtosis tipificada está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal.

Tabla 3.6 Prueba de Hipótesis para el extractable de cobalto en el equipo actual y modificado

| <b>Prueba t</b>                                   |      |
|---------------------------------------------------|------|
| Media Muestral                                    | 0,83 |
| Mediana Muestral                                  | 0,70 |
| Desviación Estándar de la Muestra                 | 3,83 |
| Estadístico t                                     | 0,84 |
| Valor-P                                           | 0,42 |
| No se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05  |      |
| <b>Prueba de los signos</b>                       |      |
| Valor-P                                           | 0,12 |
| No se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05. |      |

Según se muestra en la figura para el cobalto, el valor del coeficiente de asimetría estandarizado está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal, aspecto que al valorar los test de contraste de hipótesis nos indican que las diferencias de las medias se asemejan, por tanto se consideran iguales los extractables de cobalto, lo que implica la no comparación de los resultados para el extractable de cobalto, al no existir resultados pareados en algunos casos, que dan como deducción final la imposibilidad de comparar las lixiviaciones estándar para dicho elemento en ambos equipos.

Se realiza una limpieza de datos donde se eliminan las muestras 5 y 15 de la tabla 3.2. Se rechaza la hipótesis nula para un nivel de confiabilidad del 95%, lo que significa que los resultados de la extracción de cobalto con el equipo actual y el modificado no difieren uno de otro, según se muestra en la figura 3.4

Los resultados del Contraste de hipótesis nos revelan los resultados para 13 muestras según se muestra en la tabla 3.2

Tabla 3.7. Resultados del contraste de hipótesis

| <b>Prueba t</b>                                |        |
|------------------------------------------------|--------|
| Media Muestral                                 | 1,89   |
| Mediana Muestral                               | 0,84   |
| Desviación Estándar de la Muestra              | 2,83   |
| Estadístico t                                  | 2,41   |
| Valor-P                                        | 0,0033 |
| Se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05  |        |
| <b>Prueba de los signos</b>                    |        |
| Valor-P                                        | 0,0265 |
| Se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05. |        |

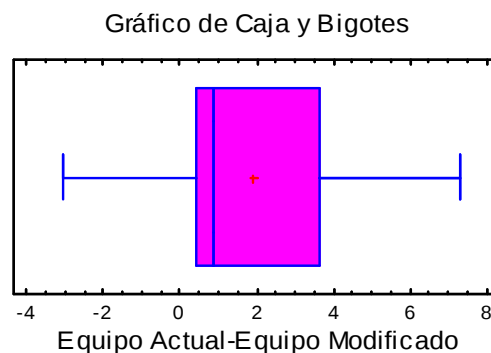


Figura 3.5 Desviación por Caja y Bigote del extractable de cobalto

Se demuestra con esto que al hacer los test de filtrado, nos indican que las diferencias de las medias no se asemejan, por tanto se consideran diferentes los resultados de los extractables de cobalto, al no existir resultados pareados durante la comparación.

### 3.5 Estudio comparativo con respecto al proceso hidrometalúrgico a escala comercial

Con el objetivo de comprobar la efectividad de la lixiviación estándar en el equipamiento modificado con respecto al recobrado en la II Etapa de lixiviación, se determina los resultados del porcentaje de níquel, con ello convertir se pretende convertir los resultados del equipo modificado en fiable del control metalúrgico, ya que los resultados obtenidos por el equipo actual no simula dicho proceso. Los se reflejan en la tabla 3.8

Tabla 3.8 Resultados de la extracción de níquel en la segunda etapa de lixiviación empleando los extractables de horno con el equipo actual y el modificado

| Muestras         | Extractable de Ni, % |                   | Recobrado de Ni, %   | Error Absoluto con respecto a Lixiviación (II Etapa) % |                   |
|------------------|----------------------|-------------------|----------------------|--------------------------------------------------------|-------------------|
|                  | Equipo actual        | Equipo modificado | II etapa Lixiviación | Equipo actual                                          | Equipo modificado |
| 1                | 77,89                | 77,87             | 77,69                | 0,26                                                   | 0,23              |
| 2                | 84,76                | 77,18             | 72,00                | 17,72                                                  | 7,19              |
| 3                | 83,03                | 81,85             | 75,08                | 10,59                                                  | 9,01              |
| 4                | 85,76                | 81,51             | 77,64                | 10,46                                                  | 4,98              |
| 5                | 79,93                | 75,92             | 77,64                | 2,95                                                   | 2,22              |
| 6                | 72,61                | 68,90             | 75,30                | 3,57                                                   | 8,50              |
| 7                | 79,87                | 75,62             | 75,78                | 5,40                                                   | 0,22              |
| 8                | 79,73                | 76,69             | 74,39                | 7,18                                                   | 3,09              |
| 9                | 83,33                | 79,77             | 74,06                | 12,52                                                  | 7,71              |
| 10               | 81,81                | 79,28             | 74,00                | 10,55                                                  | 7,14              |
| 11               | 79,90                | 75,28             | 72,06                | 10,88                                                  | 4,47              |
| 12               | 79,54                | 74,33             | 70,10                | 13,47                                                  | 6,03              |
| 13               | 73,75                | 71,08             | 71,94                | 2,52                                                   | 1,20              |
| 14               | 74,29                | 70,92             | 70,81                | 4,91                                                   | 0,16              |
| 15               | 81,47                | 73,43             | 71,57                | 13,83                                                  | 2,60              |
| <b>PPROMEDIO</b> | <b>79,09</b>         | <b>75,04</b>      | <b>73,85</b>         | <b>8,45</b>                                            | <b>4,32</b>       |

Nota: Error absoluto es igual a:  $((\text{Recobrado en II Etapa de lixiviación} - \text{Extractable en Hornos})/\text{Extractable en Horno})*100$ .

Según se muestra en la tabla 3.8, el promedio del error absoluto de la recuperación de níquel en la segunda etapa de lixiviación en función del extractable cuando se emplea el equipo modificado, es inferior a las del equipo actual convencional, lo cual demuestra que los resultados que se obtienen al modificar el equipamiento son más reales y por lo tanto se puede tomar como una muestra de control del proceso debido a un mayor porcentaje de confiabilidad (95,7%) para el modificado con relación al convencional de 91,5%.

### **3.6 Análisis estadístico de los resultados**

Se realiza una comparación de datos pareados entre los resultados del extractable de níquel por la lixiviación estándar con el equipo actual y el recobrado de níquel de la segunda etapa de lixiviación; con esta comparación estadística y gráfica es posible conocer si se puede estimar la extracción con las nuevas modificaciones, con lo cual se podrá implementar la muestra obtenida en el equipo modificado para el control del proceso para lixiviación.

### **3.7 Muestras pareadas del extractable de níquel con el equipo modificado & recobrado segunda etapa de lixiviación**

Datos/Variable: Extractable de níquel con el equipo modificado vs recobrado segunda etapa de lixiviación.

Se introducen los datos, por lo que para hacer el análisis se toman las 15 muestras con rango desde -6,4 a 6,77.

#### **3.7.1 Resultados del estadígrafo**

El procedimiento está diseñado para evaluar diferencias significativas entre dos muestras de datos que fueron colectados agrupados como parejas. Calcula varias estadísticas y gráficas para la diferencia de los datos pareados. También en el procedimiento están las pruebas diseñadas para determinar si la diferencia media es igual a cero.

En la tabla 3.9 se muestra un resumen estadístico para el extractable de níquel con el equipo modificado y el recobrado de segunda etapa de lixiviación.

Tabla 3.9 Resumen estadístico para el extractable de níquel con el equipo modificado y recobrado de segunda etapa de lixiviación

|                     |         |
|---------------------|---------|
| Recuento            | 15      |
| Media               | 1,97133 |
| Desviación Estándar | 3,50    |
| Varianza            | 12,26   |
| Asimetría           | -1,30   |
| Curtosis pitificada | 0,605   |

Los valores de estos estadísticos fuera del rango de  $-2 +2$  indican alejamiento significativo de normalidad que tendería a invalidar cualquier test estadístico con respecto a la desviación normal. En este caso, el valor del coeficiente de asimetría estandarizado está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal. El valor del coeficiente de curtosis tipificada está dentro del rango esperado para los datos de una distribución normal según la figura 3.6 a y b

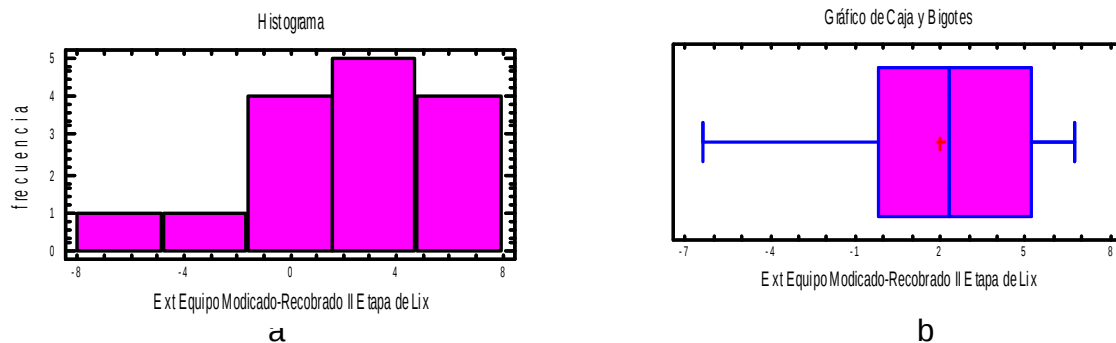


Figura 3.6 a y b Frecuencia de la desviación del extractable de níquel con el equipo modificado y el recobrado en segunda etapa de lixiviación

Tabla 3.10 Prueba de Hipótesis para el extractable de níquel en el equipo modificado y recuperado en la segunda etapa de lixiviación.

| <b>Prueba t</b>                                  |         |
|--------------------------------------------------|---------|
| Media Muestral                                   | 1,97    |
| Mediana Muestral                                 | 1,02    |
| Desviación Estándar de la Muestra                | 3,07274 |
| Estadístico t                                    | 2,18    |
| Valor-P                                          | 0,046   |
| No se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05 |         |
| <b>Prueba de los signos</b>                      |         |
| Valor-P                                          | 0,34278 |
| No se rechaza la hipótesis nula para alfa = 0,05 |         |

Se observa en los resultados de la comparación de datos pareados para el níquel, que brinda el resumen estadístico para el extractable con el equipo modificado y el recuperado de la segunda etapa de lixiviación para 15 muestras evaluadas, tanto para el contraste t y contraste de los signos, la hipótesis nula, formula la media es igual a cero, no se rechaza para un nivel de confiabilidad del 95%, significa que los resultados de la extracción de níquel y el recuperado en la segunda etapa de lixiviación no difieren uno de otro, por tal motivo los valores experimentales que se obtienen al hacer la lixiviación con el equipamiento modificado da el resultado que se obtiene al cabo de 24 horas en la segunda etapa de lixiviación, aquí reviste la importancia de su implementación en el control del proceso metalúrgico a nivel industrial y su recomendación en la modificación de los restantes reactores en el laboratorio de la planta de hornos de reducción .

En la tabla 3.8, se observa que el error absoluto del recuperado de níquel en la segunda etapa de lixiviación y el extractable en el equipo modificado, es inferior al 4,32% con respecto al error absoluto del recuperado de níquel de la relación existente entre

segunda etapa de lixiviación y el extractable en el equipo actual 8,45%, es decir superior en un 4,10%.

### 3.8 Valoración económica

Para realizar la valoración económica se estima que si tomara el extractable o la llamada (HR4) como muestra de control metalúrgico, se estimaría para un planta de 30 000 t/a, partiendo de las evaluaciones experimentales efectuadas a escala de laboratorio en la planta de hornos.

Esto es una valoración aproximada para conocer si la investigación, permitirá dar información para la toma de decisiones respecto a la ejecución o no del trabajo de inversión con los cambios que se proponen al resto del sistema o reactores que existen allí en la misma. Los resultados finales para estimar o criticar los incremento de la extracción del níquel y cobalto durante la lixiviación convencional, con respecto al aplicar los cambios, se estima con una diferencia a favor del primero para 15 muestras con su replica de 3, 80% de níquel y 0,29% de cobalto. Ver Anexo 1.

Para los estudios económicos preliminares, se ha tomado el precio del níquel y cobalto reportado [Boletín Ni-Co, No. 25, año XIV, 22/6/2012], el mismo fue seleccionado de los datos de las cotizaciones de los elementos a nivel internacional, la libra de níquel, a precios de 7,25 USD y el cobalto con calidad 99,3%, a 16,30 USD/Lb.

Partiendo que en una planta de 30 000 t/a, se obtiene actualmente en lixiviación 31841,93 t/a de níquel y 1130,30 t/a de cobalto, con un total de 32972,23 t/a

Significa que, si ocurre un incremento del níquel en un 3,87% más de la producción al aplicar la lixiviación actual en dicha empresa, con respecto a la lixiviación estándar en el equipamiento modificado, se deduce que se incrementa aproximadamente en 1232 t/a.

Para el cobalto se incrementa en un 0,83% al realizar los cambios, con respecto al convencional, se deduce que se incrementa aproximadamente en 9,84 t/a.

Para el níquel:

$$\frac{USD}{Lb} * \frac{Lb}{a} = USD/a$$

$$7,41 * 1232 * 2173,91 = 19\ 845\ 885, 26 \text{ USD/año}$$

Para el cobalto:

$13,65 \times 9,84 \times 2173,91 = 291\,990,89$  USD/año

Donde:

2 173,91: es lo que equivale una tonelada en libra.

El probable efecto económico total sería de 20 137 876,2 USD/a

Todo indica que si se toma la lixiviación estándar con el equipo actual como control del proceso nunca se logrará obtener esta ganancia millonaria, ya que el proceso en su dinámica visto como proceso metalúrgico tiene un error absoluto con el procedimiento convencional de 8,45% muy superior al 5% para un nivel de confiabilidad del 95% de los resultados obtenidos, aquí se valida que el procedimiento modificado se acerca con error absoluto de sólo un 4,32% convirtiendo en mas real con lo que se obtiene en el recobrado en la segunda etapa de lixiviación.

## CONCLUSIONES

Se determinó la efectividad del equipamiento que se emplea para la lixiviación estándar de la muestra HR4 en el laboratorio de la planta de hornos de la empresa Ernesto Che Guevara, con lo que se demostró que es factible realizar modificaciones al impelente actual, sustituir el sifón por un tomamuestra, el cual se debe ubicar en la parte inferior a 10 mm del fondo de la cántara y dar un ángulo de inclinación del ducto de adición del aire comprimido a  $15^{\circ}$ .

- Ø Se realizó un estudio comparativo de los extractables de níquel y cobalto con la lixiviación estándar desarrollada en el equipo actual y en el equipo con las modificaciones realizadas, obteniendo mejores resultados en el segundo caso.
- Ø Se comprobó la conveniencia de cambiar el régimen hidrodinámico en el equipo con las modificaciones realizadas para la lixiviación estándar, lo cual permite una mejor homogeneización y con ello una mayor cantidad de sólido en la pulpa.
- Ø Se hizo una valoración económica preliminar que permite explicar de forma razonable la necesidad de ir a cambios en el equipamiento en el que se desarrolla la lixiviación estándar actualmente.

## **RECOMENDACIONES**

1. Implementar en los restantes reactores que se emplean para la lixiviación estándar, las transformaciones que se proponen para un mejor control de forma oportuna del proceso metalúrgico.
2. Humanizar con la disminución del peso y volumen de los reactores para la lixiviación estándar.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Bronw George Grander "Operaciones Básicas de la Ingeniería Química". Pags, 73, 79, 148, 222, 462 y 463, 1990.
2. Caron, H. M. "Algunos aspectos en conexión con la aplicación del proceso de lixiviación amoniacal", Journal of metal Vol.5, 1950.
3. Caron, M. H. "Ammonia Leaching of Nickel and Cobalt Ores" Trans. AIME, 188, January 1950, Journal of Metals, p. 67 – 90.
4. Espinosa F., Marináis et al. Informes de las etapas 01, 02, 03 y 04 del Servicio Científico Técnico HR4, SCT 300047, "Evaluación y/o rediseño del muestreo de la pulpa de mineral reducido (Muestras HR4 -A, HR4 -B y HR4 -C )", CEDINIQ, 2011.
5. Majendíé, R. C. et al., "Evaluación y/o rediseño del muestreo de la pulpa de mineral reducido (MUESTRA HR-4)", SCT 300047, Etapa 01, CEDINIQ, Moa, 2011.
6. Miranda López, J. A Rodríguez Terrero e Yoel Reyes Montero "Deficiencias Técnicas Operativas en cuanto al procedimiento y equipamiento de la lixiviación estándar (QT) o la muestra HR4, en la ECECG", (Resumen), I Encuentro de Ciencia Aplicada a las Lateritas, ECAL'11, Moa, 2011.
7. Miranda López, J. et al. "Estudio del procedimiento de la QT con ultrasonido en el laboratorio de la planta de hornos de reducción de la ECG", Proyecto No. 600145, MINBAS, CEINNIQ, 2011.
8. Miranda López.; J. Y J. R. Miranda González "Intensificación de la recuperación del cobalto y del níquel contenidos en las pulpas lixiviadas de la tecnología carbonato-amoniaco", Taller sobre cobalto, UNi, 2004. Taller de Cobalto. 2004.
9. NEIB 22-03-04:2003 Normas de empresas. Procedimiento de toma y preparación de la muestra de pulpa de mineral reducido. Muestras HR4 -A, HR4 -B y HR4 -C).

10. Santiesteban C., Edel et al. "Evaluación y/o rediseño del muestreo de la pulpa de mineral reducido (Muestras HR4 -A, HR4 -B y HR4 -C)", SCT 300047, Etapa 03: "Propuesta de mejora para el método de lixiviación estándar (QT)", CEDINIQ, 2011.
11. Software profesional de estadística. STATGRAPHICS plus 5.1.
12. Viera, R. "Diseño y análisis de reactores químicos", Tomo 4, Edición ENPES, la Habana, 1991.
13. Haver F. P. Study of the Nicaro Leaching and Washing circuit, Nickel Processing Corporation Pilot Plant Department, Nicaro, 1953.
14. Osseo-Asare K. Ammonia hydrometallurgy, thermodynamics of dissolution and adsorption phenomena in oxide systems, Ph. Thesi, university of California, 1975.
15. Chang, A.; Bobkovski, A. G.; "Estudio experimental de la hidrólisis de los iones de hierro durante la lixiviación carbonato amoniacal de los minerales de níquel previamente reducidos", Revista Minería y Geología. Vol. 2, No. 2. Págs. 75-79. 1993.
16. Lindstrom. L. "Propiedades de superficie y unión de los minerales de cuarzo y silicatos, y su aplicación en la técnica de procesamiento de minerales", Acta Politécnica Escandinava, No. 75, 1968.
17. ÓSSEO-ASARE K .y D. W. Fuerstenau. "Fenómeno de adsorción en la hidrometalurgia y comportamiento electroforético de los óxidos en soluciones amoniacaes de cobre, níquel y cobalto", International Journal of Mineral Processing, 7, 1980 p.p. 117 – 127.
18. Queneau; B.P, and. R. Weir. "Control of Iron during hydrometallurgical processing of nickeliferous laterite ores", Techn. Report, 1946; pp. 95 – 102; U.S. Patente No. 2, 478, 942.
19. OSSEO-ASARE K. "Equilibrio heterogéneo en el sistema de lixiviación amoniacal", International Laterite Symposium, New Orleans, AIME, N.Y., 1979.
20. Alepuz H. Ll., A. L. Legrá et al. "Evaluación del Sedimentador cero", Informe Técnico, CEINNIQ, 2007.

21. Colvin, N, and J, W. Gulyas: "The Marinduque Surigao Procedure for Nickel Refinery" International Laterite Symposium, pp 346 – 356, New Orleans, AIME, N.Y. 1979.
22. Reid; G.J. and John E. Fittock "Yabulu 25 Years On" International Nickel Symposium, Edited by W.P. Imrie and D.M. Lane, (The Minerals, Metals & Material Society TMS), 2004, page. 599 - 618.
23. Dean; G. John. "Wet Milling", Letter To Mr. E. A. Lado, Superintendent Pilot Plant Department Nickel processing Corporation Nicaro, Orient, Cuba, June 9, 1955, 7002-9/6
24. Reid; G. J. "Operaciones en la refinería y mina de níquel de Greenvale", Informe Técnico del Níquel, Información Científico Técnica No 1. 1980.
25. Chang-Cardona; Toirac-Suárez y Arce- Molina. "Modelo multivariantes para predecir el extractable de níquel por la composición mineralógica de las menas tecnológicas en el proceso Caron", Rev. Minería y Geología, Vol. 21, No. 1, 2005.
26. Lazo J y Mendoza M. "Parámetros que influyen sobre las extracciones de níquel y cobalto en la lixiviación carbonato-amoniaco", Trabajo de Diploma, ISMM, 1990.
27. Chang A., Cardona. "¿Cómo extraer más cobalto sin afectar el níquel en la lixiviación carbonato-amoniaco de las menas lateríticas reducidas?", Departamento Metalurgia ISMM, Revista Minería y Geología. Vol. XVII. NOS 3-4, 2000.
28. Miranda L. J, et al. Proyecto "Estudio del procedimiento de la QT con ultrasonido en el laboratorio de la planta de hornos de reducción de la ECG", Proyecto No. 600145, MINBAS, CEINNIQ, 2011.

## ANEXOS

ANEXO 1. Comparación de los resultados de extractables de níquel y cobalto con el equipo actual y con las modificaciones

| No. | Extractable de Ni, % |                               | Dif. de los Extractables | Extractables de cobalto, % |                               | Dif. de los Extractables |
|-----|----------------------|-------------------------------|--------------------------|----------------------------|-------------------------------|--------------------------|
|     | Equipo actual        | Equipo con las modificaciones | Ni, %                    | Equipo actual              | Equipo con las modificaciones | Co, %                    |
| 1   | <b>77,89</b>         | 77,34                         |                          | <b>48,60</b>               | 50,56                         |                          |
|     |                      | 78,40                         |                          |                            | 52,75                         |                          |
|     |                      | <b>77,87</b>                  | <b>0,02</b>              |                            | <b>51,66</b>                  | -3,06                    |
| 2   | <b>84,76</b>         | 77,15                         |                          | <b>68,63</b>               | 61,79                         |                          |
|     |                      | 77,20                         |                          |                            | 62,72                         |                          |
|     |                      | <b>77,18</b>                  | <b>7,58</b>              |                            | <b>62,26</b>                  | <b>6,37</b>              |
| 3   | <b>83,03</b>         | 81,88                         |                          | <b>65,11</b>               | 61,89                         |                          |
|     |                      | 81,81                         |                          |                            | 61,06                         |                          |
|     |                      | <b>81,85</b>                  | <b>1,18</b>              |                            | <b>61,48</b>                  | <b>3,63</b>              |
| 4   | <b>85,76</b>         | 81,51                         |                          | <b>56,40</b>               | 54,05                         |                          |
|     |                      | 81,5                          |                          |                            | 53,37                         |                          |
|     |                      | <b>81,51</b>                  | <b>4,25</b>              |                            | <b>53,71</b>                  | <b>2,69</b>              |
| 5   | <b>79,93</b>         | 76,09                         |                          | <b>48,12</b>               | 54,05                         |                          |
|     |                      | 75,74                         |                          |                            | 53,37                         |                          |
|     |                      | <b>75,92</b>                  | <b>4,01</b>              |                            | <b>53,71</b>                  | <b>-5,59</b>             |
| 6   | <b>72,61</b>         | 68,96                         |                          | <b>61,25</b>               | 60,36                         |                          |
|     |                      | 68,84                         |                          |                            | 60,46                         |                          |
|     |                      | <b>68,90</b>                  | <b>3,71</b>              |                            | <b>60,41</b>                  | <b>0,84</b>              |
| 7   | <b>79,87</b>         | 75,74                         |                          | <b>68,11</b>               | 67,37                         |                          |
|     |                      | 75,49                         |                          |                            | 68,28                         |                          |
|     |                      | <b>75,62</b>                  | <b>4,25</b>              |                            | <b>67,83</b>                  | <b>0,28</b>              |
| 8   | <b>79,73</b>         | 76,85                         |                          | <b>57,85</b>               | 57,73                         |                          |
|     |                      | 76,52                         |                          |                            | 58,64                         |                          |
|     |                      | <b>76,69</b>                  | <b>3,04</b>              |                            | <b>58,19</b>                  | <b>-0,34</b>             |
| 9   | <b>83,33</b>         | 79,62                         |                          | <b>71,67</b>               | 71,18                         |                          |
|     |                      | 79,92                         |                          |                            | 71,31                         |                          |
|     |                      | <b>79,77</b>                  | <b>3,56</b>              |                            | <b>71,25</b>                  | <b>0,42</b>              |
| 10  | <b>81,81</b>         | 79,42                         |                          | <b>66,12</b>               | 64,98                         |                          |
|     |                      | 79,14                         |                          |                            | 65,85                         |                          |
|     |                      | <b>79,28</b>                  | <b>2,53</b>              |                            | <b>65,42</b>                  | <b>0,70</b>              |

| No.                | Extractable de Ni, % |                               | Dif. de los Extractables | Extractables de cobalto, % |                               | Dif. de los Extractables |
|--------------------|----------------------|-------------------------------|--------------------------|----------------------------|-------------------------------|--------------------------|
|                    | Equipo actual        | Equipo con las modificaciones | Ni, %                    | Equipo actual              | Equipo con las modificaciones | Co, %                    |
| 11                 | <b>79,90</b>         | 75,44                         |                          | <b>65,33</b>               | 64,10                         |                          |
|                    |                      | 75,12                         |                          |                            | 63,92                         |                          |
|                    |                      | <b>75,28</b>                  | <b>4,62</b>              |                            | <b>64,01</b>                  | <b>1,32</b>              |
| 12                 | <b>79,54</b>         | 74,34                         |                          | <b>61,48</b>               | 58,28                         |                          |
|                    |                      | 74,32                         |                          |                            | 57,02                         |                          |
|                    |                      | <b>74,33</b>                  | <b>5,21</b>              |                            | <b>57,65</b>                  | <b>3,83</b>              |
| 13                 | <b>73,75</b>         | 71,11                         |                          | <b>58,45</b>               | 51,20                         |                          |
|                    |                      | 71,04                         |                          |                            | 51,07                         |                          |
|                    |                      | <b>71,08</b>                  | <b>2,67</b>              |                            | <b>51,14</b>                  | <b>7,31</b>              |
| 14                 | <b>74,29</b>         | 71,02                         |                          | <b>45,67</b>               | 45,06                         |                          |
|                    |                      | 70,82                         |                          |                            | 45,20                         |                          |
|                    |                      | <b>70,92</b>                  | <b>3,37</b>              |                            | <b>45,13</b>                  | <b>0,54</b>              |
| 15                 | <b>81,47</b>         | 73,45                         |                          | <b>53,94</b>               | 60,52                         |                          |
|                    |                      | 73,41                         |                          |                            | 60,42                         |                          |
|                    |                      | <b>73,43</b>                  | <b>8,04</b>              |                            | <b>60,47</b>                  | <b>-6,53</b>             |
| <b>Promedio, %</b> |                      |                               | <b>3,87</b>              |                            |                               | <b>0,83</b>              |