



REPUBLICA DE CUBA
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALURGICO
«Dr. Antonio Núñez Jiménez»
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECHANICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA

**LIXIVIACIÓN ACIDA DE NIQUEL Y COBALTO A PRESION ATMOSFERICA EN
MEZCLAS DE COLAS Y ESCOMBROS A ESCALA DE LABORATORIO**

**TESIS EN OPCION AL GRADO CIENTIFICO DE
MASTER EN METALURGIA**

ING. CRISPÍN SÁNCHEZ GUILLÉN

**MOA
2016**



REPUBLICA DE CUBA
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALURGICO
«Dr. Antonio Núñez Jiménez»
FACULTAD DE METALURGIA Y ELECTROMECHANICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA

**LIXIVIACIÓN ACIDA DE NIQUEL Y COBALTO A PRESION ATMOSFERICA EN
MEZCLAS DE COLAS Y ESCOMBROS A ESCALA DE LABORATORIO**

**TESIS EN OPCION AL GRADO CIENTIFICO DE
MASTER EN METALURGIA**

Autor: ING. CRISPIN SANCHEZ GUILLEN

Tutor: Dr. C. ING. EULICER FERNANDEZ MARESMA

PROFESOR TITULAR DEL DEPARTAMENTO DE METALURGIA DEL ISMM.

**MOA
2016**

RESUMEN

Las colas y los escombros son residuos mineros, producto de la explotación de minerales para la obtención de níquel y cobalto. Los trabajos de investigación se han enfocado en realizar estudios de estos materiales de forma independientes. Esta investigación muestra un estudio de la lixiviación ácida de una mezcla de colas y escombros a presión atmosférica a escala de laboratorio, pues no se tiene conocimiento al respecto. El propósito de esta investigación fue determinar la influencia de diferentes ácidos (HCL, HNO₃ y H₂SO₄), temperatura (30, 60 y 90 °C) concentración inicial de ácido sulfúrico (40, 70 y 100 g/l), relación líquido-sólido (L/S) (1, 3 y 5) y tiempo en el proceso de lixiviación ácida de las mezclas de colas y escombros. Además se realizaron dos diseños de experimento: el primero, un diseño factorial multinivel 3² con dos replicas en 27 ejecuciones, donde se estudian como variables independientes diferentes tipos de ácidos (HCL, HNO₃ y H₂SO₄), y concentración inicial de los ácidos (40, 70 y 100 g/l), y el segundo, un diseño factorial 2² con dos replicas en 12 ejecuciones donde las variables independientes son concentración inicial de ácido sulfúrico (40 y 100 g/l) y temperaturas (30 y 90 °C), obteniéndose un modelo estadístico–matemático, el que permite determinar las extracciones de Ni y Co en función de la concentración y la temperatura. Los experimentos se realizaron en el laboratorio en un vaso de precipitado de 600 ml, donde se prepara la pulpa con el ácido lixiviante y el mineral (cola, escombro o mezcla), el que se introduce en un termostato (baño de María) donde se fija la temperatura de trabajo y se somete a agitación. Logrando incrementar las extracciones de cobalto en los escombros al añadir colas.

SUMMARY

the tails and overburden are mining waste, resulting from the exploitation of minerals for the production of nickel and cobalt. The research work has focused on studies of these materials independent manner. This research shows a study of the acid leaching of a mixture of tails and overburden at atmospheric pressure at laboratory scale, because there is no knowledge about it. The purpose of this research was to determine the influence of different acids (HCl, HNO₃ and H₂SO₄), temperature (30, 60 and 90 °C) initial concentration of sulfuric acid (40, 70 and 100 g/l), relationship liquid-solid (L/S) (1, 3 and 5) and time in the acid leach process of mixtures of tails and overburden. In addition, two designs of experiment were conducted: the first, a factorial design multilevel 3² with two replicas in 27 executions, which are studied as independent variables different types of acids (HCl, HNO₃ and H₂SO₄), and initial concentration of acids (40, 70 and 100 g/l), and the second a 2² factorial design with two replicates in 12 executions where the independent variables are initial sulfuric acid concentration (40 to 100 g/l) and temperatures (30 and 90 °C) to give a statistical-mathematical model, which determines extractions Ni and Co in terms of concentration and temperature. Experiments were performed in the laboratory in a beaker of 600 ml, where the pulp with the leaching acid and mineral (tails, overburden or mixture) is prepared, which is introduced into a thermostat (water bath) where set the working temperature and subjected to agitation. Thereby increasing the extraction of cobalt in the rubble when glue is added.

INDICE

	PÁG
INTRODUCCION.....	1
CAPITULO 1. MARCO TEORICO.....	7
1.1 Características de las colas.....	7
1.2 Lixiviación de colas con ácidos orgánicos.....	9
1.3 Lixiviación de colas con ácidos inorgánicos.....	11
1.4 Lixiviación de colas con la combinación de ácidos orgánicos e inorgánicos.....	17
1.5 Características de los escombros.....	26
1.6 Lixiviación de los escombros.....	27
1.7 Otras alternativas de estudio para la explotación de las colas y escombros.....	34
1.8 Conclusiones del capítulo 1.....	38
CAPITULO 2. MATERIALES Y METODOS.....	39
2.1 Muestreo y preparación de las colas y los escombros.....	39
2.2 Caracterización química-física y mineralógica.....	40
2.3 Preparación de las mezclas de cola y escombros.....	41
2.4 Ácidos utilizados en la lixiviación.....	42
2.5 Instalación de lixiviación ácida.....	43
2.6 Métodos de análisis químico.....	44
2.7 Diseño experimental.....	45
2.8 Metodología experimental.....	47
2.9 Metodología para determinar el consumo de ácido.....	48
2.10 Cálculo de las extracciones.....	49
2.11 Herramientas para el procesamiento de los resultados.....	49
2.12 Conclusión del capítulo 2.....	50
CAPITULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....	51
3.1 Influencia de diferentes ácidos en la extracción del níquel y cobalto.....	51

3.2	Influencia de la temperatura en la extracción del níquel y cobalto...	52
3.3	Influencia de la concentración del ácido en la extracción de níquel y cobalto.....	54
3.4	Influencia del tiempo sobre las extracciones de níquel y cobalto.....	55
3.5	Influencia del tiempo sobre las extracciones de níquel y cobalto.....	56
3.6	Diseño experimental DE1.....	57
3.6.1	Colas.....	57
3.6.2	Escombros.....	58
3.6.3	Mezclas.....	59
3.7	Diseño experimental DE2.....	61
3.7.1	Colas.....	61
3.7.2	Escombros.....	62
3.7.3	Mezclas.....	64
3.8	Consumo de ácido sulfúrico.....	66
3.9	Conclusiones del capítulo 3.....	67
	CONCLUSIONES.....	69
	RECOMENDACIONES.....	70
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	71
	ANEXO.....	76

INTRODUCCION

Obtener níquel y cobalto es de vital importancia por la amplia aplicación de estos metales. El níquel se usa en revestimientos decorativos y protector de metales, en la fabricación de pilas de Ni-Cd y en multitud de componentes electrónicos, además en la formación de aleaciones que tienen infinidad de aplicaciones.

Estas aleaciones se emplean para la fabricación de partes del automóvil, resistencias eléctricas, transformadores, telas metálicas, chasis de instrumentos de precisión, aparatos para criogenia, etc. Las aleaciones de cuproníquel usadas para las monedas tienen un 25 % de níquel y un 75 % de cobre. El níquel finamente dividido absorbe 17 veces su volumen de hidrogeno y se usa como catalizador en muchos procesos, incluyendo los de hidrogenación de petróleos.

Los compuestos del cobalto se utilizan para dar color al vidrio, cerámica y esmalte y para la producción de aleaciones con estabilidad térmica, resistentes a la abrasión y a la corrosión. El isótopo radiactivo sintético Cobalto 60 se aplica en la ingeniería nuclear y en medicina nuclear y en algunos países para la conservación de alimentos. En la industria química, el cobalto se utiliza en la catálisis homogénea y heterogénea para sintetizar combustibles, alcoholes y aldehídos. Otra aplicación encuentra en los carburos cementados.

Estos elementos se encuentran en los yacimientos cubanos ubicados en la zona norte oriental (Holguín), San Felipe (Camagüey) y Cajalbana (Pinar del Rio)

donde se encuentran una de las mayores reservas conocidas del mundo de níquel y cobalto. Con un estimado de 1 500 millones de toneladas de níquel (Hernández, 2012).

Los mayores productores de níquel a nivel mundial son Rusia, China, Canadá, Japón, Australia, Noruega, Finlandia, Colombia, Indonesia, Nueva Caledonia y Cuba (Rodríguez, 2009).

Para la obtención de níquel y cobalto a nivel mundial se utilizan diferentes procesos metalúrgicos utilizando las materias primas mostradas en la tabla 1. En nuestro país se utiliza la tecnología lixiviación carbonato amoniacal en la Empresa Ernesto Che Guevara, donde se aplican la combinación de los procesos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos, obteniéndose como producto fundamental el sínter de níquel y la tecnología de lixiviación ácida a presión de la Empresa Comandante Pedro Sotto Alba (Moa Nickel SA.) por la vía hidrometalúrgica, donde se obtienen sulfuros de níquel y cobalto, ambas empresas ubicadas en Moa, provincia Holguín.

En la tecnología carbonato amoniacal se recupera aproximadamente entre el 70 y 75 % de níquel y del 40 al 45 % de cobalto presente en la materia prima, mientras que en la ácida a presión se recupera aproximadamente el 95 % del níquel y el 90 % del cobalto, por lo tanto en la primera tecnología se generan residuos sólidos llamados colas, con contenidos de níquel y cobaltos con mayores posibilidades de recuperación.

Tabla 1. Tecnologías en el mundo para la obtención de níquel y cobalto.

Fábricas	Tipo de materia prima	Procesos metalúrgicos
SLN, Nueva Caledonia	Lateritas	Tecnología de Ferro-Níquel
Falconbridge Dominicana	Lateritas	Tecnología de Ferro-Níquel
Cerro Matoso, Colombia	Lateritas	Tecnología de Ferro-Níquel
Grecia	Garnieritas	Tecnología de Ferro-Níquel
Nipón Mining, Japón	Lateritas	Tecnología de Ferro-Níquel
PT AnekaTambang, Indonesia	Lateritas	Tecnología de Ferro-Níquel
PT INCO, Indonesia	Sulfurosas	Tecnología de mata de níquel
Norilsk Nickel, Rusia	Sulfurosas	Tecnología de mata de níquel
Orsk, Rusia	Sulfurosas y oxidadas	Tecnología de mata de níquel
Exmibal Nickel, Guatemala	Sulfurosas	Tecnología de mata de níquel
Zambia	Sulfurosas	Tecnología ácida de cobre
Zaire	Sulfurosas	Tecnología ácida de cobre
Queensland Níquel, Australia	Lateritas	Tecnología carbonato amoniacal
Tocantins, Brasil	Lateritas	Tecnología carbonato amoniacal
Nonoc, Filipinas	Lateritas	Tecnología carbonato amoniacal
Punta Gorda, Cuba	Lateritas	Tecnología carbonato amoniacal
Sherritt Gordon, Canadá	Sulfurosas	Tecnología sulfato amoniacal
Moa Nickel SA, Cuba	Lateritas	Tecnología ácida de níquel

Fuente: Palacios, 2001.

Además ambas tecnologías, generan residuos sólidos llamados escombros producto de la selectividad del mineral en el laboreo minero.

La minería cubana trabaja para garantizar un contenido mínimo de 0,9 % de níquel en la mena alimentada sin tomar en consideración los contenidos de cobalto, el cual puede alcanzar contenidos de hasta 0,12 %. Las menas con cantidades de

níquel inferiores a la prefijada son consideradas escombros (desechos o residuos) y constituyen desde el punto de vista geológico las capas lateríticas fuera de balance y estas son almacenadas en las llamadas escombreras (Palacios, 2001).

La cantidad de escombros que se genera anualmente por la industria junto con los desechos sólidos de la lixiviación carbonato amoniacal pueden constituir una fuente importante de materia prima para la obtención de níquel, cobalto y otros metales. Las colas como los escombros constituyen un problema ambiental y objeto de investigación porque son minerales de baja ley de níquel y cobalto a los que se les busca alternativas para su tratamiento.

El aprovechamiento de los recursos naturales no renovables de manera sustentable exige la aplicación de tecnologías limpias que nos permitan mejorar los procesos de recuperación de metales como el níquel, cobalto, hierro, cromo, aluminio, entre otros.

La minería, a través de los siglos, ha formado parte de la historia y del desarrollo económico de muchos países en el mundo. Sin embargo, muy notorios han sido los efectos sociales y ambientales que ha generado esta industria en el deterioro de los diferentes ecosistemas relacionados con la misma.

La búsqueda de nuevas alternativas que contribuyan en parte a la solución de los principales problemas que tiene planteada la industria metalúrgica en la actualidad, constituye un deber para la economía cubana, especialmente el

tratamiento de residuales industriales y de minerales fuera de balance (Madrazo, 2009).

Relacionado con lo anterior el **problema científico** de la presente investigación radica en el desconocimiento de la recuperación de níquel y cobalto contenido en mezclas de colas y escombros por la lixiviación ácida atmosférica.

El **objeto de estudio** de la investigación es la mezcla de colas y escombros lateríticos.

El **objetivo** del trabajo consiste en preparar mezclas de colas y escombros para la determinación de las transformaciones físico-químicas que permitan la recuperación del níquel y cobalto en la mezcla de colas y escombros, mediante la lixiviación ácida atmosférica.

Hipótesis: Es posible la recuperación de níquel y cobalto de las mezclas de colas y escombros utilizando la lixiviación ácida atmosférica.

Campo de acción: Transformaciones físico-químicas que ocurren durante la lixiviación ácida de la mezcla de colas y escombros.

Método de investigación: Después de analizada la información bibliográfica obtenida relacionadas con la lixiviación ácida de colas y escombros, acerca de los antecedentes y actualidad, se aplicó el método lógico-histórico para analizar el efecto de las variables de operación sobre la lixiviación, método empírico, basado en la medición de los parámetros de operación y el análisis estadístico, auxiliados por métodos computacionales.

Los aportes de la investigación son:

En lo Científico:

- Contribución al conocimiento del comportamiento de los principales parámetros tecnológicos del proceso de lixiviación ácida atmosférica de una mezcla de cola y escombros.
- Los métodos experimentales y los resultados obtenidos pueden ser utilizados en posteriores investigaciones.

En lo económico:

- Recuperación de níquel y cobalto, una vía que permita el incremento de la producción de níquel y cobalto, aprovechando para ello colas y escombros, derivando por este concepto un aumento de ingresos económicos y financieros para el país.

En lo social:

- Aprovechamiento más racional de los recursos naturales no renovables y disminución de la contaminación del medio ambiente.

CAPITULO 1. MARCO TEÓRICO

Las colas y los escombros son residuos mineros que constituyen un problema medioambiental, pero pueden constituir materias primas para procesos de extracción de los metales que lo forman. (Fernández, 1992).

Tanto los escombros como las colas comienzan a generarse con la arrancada en 1943 de la primera industria del mundo con la tecnología carbonato amoniacal (proceso Caron) en Nicaro, la Empresa Comandante René Ramos Latour (ECRRL). A partir de 1959 entra en funcionamiento otra productora con la tecnología ácida a presión, la Empresa Pedro Sotto Alba y en 1986 con proceso Caron, igual a la primera, la Empresa Ernesto Che Guevara (ECG). Con excepción de la primera industria que recesa sus operaciones en octubre del 2012, las otras dos ubicadas en Moa continúan generando escombros y colas.

1.1 Características de las colas

En las dos tecnologías utilizadas en Cuba se obtienen colas pero con diferente composición química como se expone en la tabla 1.1, las colas de la PSA tienen contenidos más bajos de Ni y Co, los contenidos de Fe, Al y Cr son semejantes.

Tabla 1.1 Composición química de las colas por Empresas.

Composición	Colas PSA (%)	Colas RRL (%)	Colas ECG (%)
Ni	0,06 – 0,14	0,39	0,30 – 0,40
Co	0,008 – 0,010	0,072	0,080
Fe	44,0 – 48,0	40,9	43,0 – 45,0
Mg	0,05 – 0,10	7,55	3,50 – 4,50
Mn	0,30 – 0,40	0,56	0,50 – 1,50
Al	3,00 – 4,00	3,32	4,00 – 4,50
Cr	1,00 – 2,00	1,87	2,00 – 2,50
Ca	2,00	0,35	0,10
SiO ₂	10,70 – 17,12	19,49	8,56 – 10,70

S	2,0 – 3,0	0,2	0,3
---	-----------	-----	-----

Fuente: Capote, 2004.

Las colas del proceso carbonato amoniacal constituyen un desecho sólido considerado mineral de baja ley del cual puede resultar económicamente viable la separación de algunos elementos metálicos como el Ni y Co, los procesos de lixiviación son una alternativa para la extracción de estos contenidos en las colas residuales.

Tabla 1.2 Resultados de los análisis en los residuos de Nicaro.

Analito	% en peso		
	E. Arroyo Blanco 1979	Ponce N. 1979	Colas Viejas 1986
Fe ₂ O ₃	37,65	35,54	43,22
FeO	18,85	22,32	15,61
SiO ₂	19,19	17,83	17,35
MgO	12,47	10,45	11,24
Al ₂ O ₃	4,43	4,23	3,73
Cr ₂ O ₃	2,72	3,07	3,66
CaO	0,50	0,50	0,50
MnO	0,72	0,68	1,06
Na ₂ O	0,33	0,20	0,05
NiO	0,50	0,48	0,41
CoO	0,082	0,092	0,100
PPI	2,54	4,61	1,09
Ni/Co	6,09	5,22	4,10

Fuente: Valdivia, 2013.

En la actualidad, se vierten a las presas más de siete millones de toneladas al año de colas ocasionando serios trastornos al entorno de la región y fuera de ella, contaminando ríos y mares por arrastres (Arisa, 2004). En la tabla 1.2 se muestran los resultados de los análisis químicos en los residuos de la ECRRL (Nicaro).

1.2 Lixiviación de colas con ácidos orgánicos

Los métodos de biolixiviación con ácidos orgánicos producidos por microorganismos pueden constituir otra de las posibles vías para el aprovechamiento de minerales de baja ley. En Cuba se han realizado estudios a escala de laboratorio de biolixiviación en la Universidad de La Habana (UH) y en el Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM), en estos casos se han usado ácidos orgánicos producidos por cepas autóctonas para extraer Ni y Co de los escombros y colas de desecho, y se ha comprobado que la extracción de valores metálicos de los residuos oxidados es posible utilizando principalmente microorganismos heterótrofos, (hongos).

Existen determinados ácidos orgánicos que son capaces de lixiviar los metales presentes en algunos materiales o componentes de éstos; entre estos ácidos se encuentran el oxálico, cítrico, tartárico, acético (Ariza, Salazar, 2004). Se conoce la capacidad de ciertos microorganismos para producirlos mediante su metabolismo, lo cual ha sido la base de algunos procesos de biolixiviación. Se realiza un estudio a escala de laboratorio de la aplicación de los ácidos oxálico, cítrico, tartárico, acético reactivo, en la lixiviación del níquel y cobalto presentes en las colas producidas por la lixiviación carbonato amoniacal del mineral laterítico. En el estudio se tuvieron en cuenta las variables tiempo, concentración de ácido y relación líquido sólido. Los mejores resultados fueron obtenidos con el ácido cítrico, para el que se lograron extracciones máximas de Ni de 77,4 % y 82,2 % para el Co.

En investigaciones realizadas por Capote y Ariza (2004) se afirmó que son muchos los factores a tener en cuenta en los procesos de biolixiviación, entre éstos se pueden mencionar: temperatura, pH, tamaño de partícula, nutrientes, densidad de la pulpa, velocidad de agitación, etcétera. Además se comprobó que los ácidos orgánicos: cítrico, tartárico y oxálico se destacan como los de mejores resultados en la recuperación de cobalto en estudios de lixiviación realizados a escala de laboratorio.

En la evaluación experimental de la recuperación del cobalto con ácido orgánico a partir de las colas de la ECRRL de Nicaro, realizadas por Ferreiro y otros autores en el 2006 logran comprobar la influencia que tienen el contenido de sólido alimentado, la concentración inicial del ácido utilizado y el flujo de la solución en el proceso de extracción del cobalto. Se logra recuperar experimentalmente hasta un 63 % del cobalto presente en las colas en un tiempo de 4 días.

En el trabajo realizado por Penedo (2008) se presenta el comportamiento de la extracción de níquel, cobalto, hierro y manganeso contenidos en colas del proceso carbonato amoniacal de la ECG de Moa. Los agentes de lixiviación utilizados fueron el ácido acético y el ácido piroleñoso obtenido por pirólisis de bagazo de caña. Los resultados de la lixiviación con soluciones de ácido acético mostraron que los mayores porcentajes de extracción de Ni y Co (35 y 39 %, respectivamente) en el nivel superior de temperatura y concentración del ácido acético. Con el ácido piroleñoso, a la máxima temperatura (60 °C) extracciones de Ni y Co de 35,6 y 36,0 %, respectivamente, mientras que la extracción de Fe fue

muy superior a la obtenida con soluciones de ácido acético, lo cual influyó en que los niveles de selectividad alcanzados con ácido piroleñoso fueran inferiores. Los análisis de microscopía electrónica de barrido mostraron la acción de estos ácidos sobre el mineral, mientras que los difractogramas de rayos X demostraron que no tienen lugar transformaciones importantes de las fases mineralógicas fundamentales presentes en las colas, ni la aparición de nuevas fases como resultado de la lixiviación con estos agentes orgánicos.

1.3 Lixiviación de colas con ácidos inorgánicos

Samalea G. (1966) en su artículo expone los resultados de la lixiviación con colas viejas de la empresa "Comandante René Ramos Latour" de Nicaro. Empleando como agente reductor el SO_2 y el H_2SO_3 , donde se obtienen extracciones de cobalto superiores al 90 %.

Pelegrín y Mosqueda (2006) en su trabajo mostraron los resultados de la lixiviación con ácido sulfúrico de una muestra de nódulos marinos polimetálicos a altas presiones y temperaturas, en presencia de las colas que se obtienen del proceso Caron (colas "amoniacales"). Los experimentos fueron planificados y ejecutados a través de un diseño factorial completo del tipo 2^4 . Determinaron las ecuaciones de regresión para las extracciones del Ni, Co, Cu, Zn, Fe y Mn. Los resultados obtenidos indicaron que el incremento de la temperatura, la relación ácido/(mezcla de minerales) y el tiempo poseen un efecto positivo y significativo sobre la extracción de todos los metales estudiados. Sin embargo, el aumento de la adición de colas sólo favorece la extracción del Co, Zn y Mn. La extracción del

Fe disminuye, mientras que la extracción del níquel no es afectada. Durante 180 minutos y las siguientes condiciones: 260 °C, 0,5 kg de ácido/kg (mezcla de nódulos más colas) y 2,5 kg de nódulos/kg de colas, fueron extraídos el 96 % de Ni, 90 % del Co, 97 % del Cu, 99,9 % del Zn, 43 % del Mn y 26 % del Fe.

Bustamante y Samalea, (2007) emplearon disoluciones ácidas de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico en un estudio preliminar para la lixiviación de las colas de la RRL. En el caso de la lixiviación con ácido sulfúrico se logró disolver hasta el 88 % del níquel y el 94 % del cobalto. Se analizaron la influencia de las variables: concentración del ácido, temperatura y tiempo, demostrando que el incremento de cualquiera de ellas produce un aumento del grado de lixiviación de casi todas las especies estudiadas. La magnetita es la fase principal contenida en los residuos de la lixiviación.

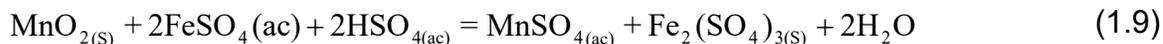
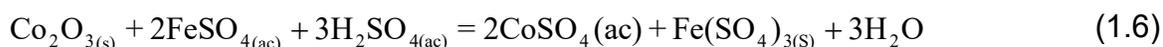
En cuanto a la lixiviación con ácido clorhídrico, la disolución del níquel y el cobalto es casi completa, logrando disolver hasta un 92 % de níquel y un 96 % del cobalto. Además estudiaron la separación del Fe(III) de las disoluciones ácidas de la lixiviación de las colas de Nicaro con los ácidos sulfúrico (5,5 mol/l) y clorhídrico (5,0 mol/l), respectivamente, obteniendo disoluciones que contienen: Fe^{3+} , Fe^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} y otras especies que las impurifican. Analizaron la separación de hierro (III) en forma de oxihidróxido a partir de éstas, mediante dos diseños factoriales 2^3 . Se evalúa, en ambos medios, el efecto que produce el agente precipitante (NH_3 o Na_2CO_3), su concentración y el pH al que finaliza la

precipitación, en dicha separación. Posteriormente se evalúa el porcentaje de recuperación de las restantes impurezas presentes en la disolución.

García y Palacios (2010) desarrollaron en su proyecto la experimentación a escala de banco de la lixiviación acida empleando las colas de la tecnología carbonato amoniacal utilizando el ácido sulfúrico como agente lixivante y el sulfato de hierro II como agente reductor. Evaluaron los procesos del beneficio, lixiviación, sedimentación y tratamiento del licor y obtuvieron los modelos estadísticos y cinéticos para la extracción del níquel, cobalto, manganeso, magnesio y hierro para la simulación y escalado y selección del equipamiento. Alcanzaron extracciones de cobalto de 59 %, níquel 28 %, manganeso 40 % y magnesio 68 % a valores de temperatura de 100 °C, concentración inicial del ácido sulfúrico 40 g/l, concentración inicial de sulfato de hierro 1 g/l, contenido inicial de sólido de 40 % y flujo de alimentación de 10 l/min. Se obtienen velocidades de sedimentación de 0,64 m/h para el blanco y 1,42 m/h empleando el floculante Quimizut A-100.

Cruz (2012) en su trabajo de diploma estudió la lixiviación acida de las colas de Nicaro empleando soluciones de ácido sulfúrico y sulfato de hierro II como agente reductor y presión atmosférica. Obtuvo un modelo matemático que permitió analizar la influencia de los principales parámetros, determinando que los mismos influyen positivamente en la extracción de níquel, cobalto y hierro, de la manera siguiente: temperatura, contenido de sólido inicial, concentración inicial de ácido sulfúrico y concentración inicial de sulfato de hierro (II). La mayor extracción de cobalto fue de un 46 % a la temperatura de 100 °C. La lixiviación de las colas del

proceso carbonato amoniacal mediante soluciones de ácido sulfúrico y sulfato de hierro (II) tiene lugar por las siguientes reacciones:



El sulfato de hierro (II) tiene la función de agente reductor y evita la formación de cromo (VI), disminuyendo la presencia de este en la solución; producto de la interacción del sulfato de hierro (II) con los óxidos superiores de manganeso y cobalto.

García (2013) en la investigación trata residuales sólidos (colas) de la industria cubana del níquel, con el propósito de estudiar la posibilidad de recuperar, mediante el proceso de lixiviación ácida, metales contenidos en las colas y buscar

correlaciones entre la recuperación de cobalto, níquel y manganeso, y cinco variables de entrada (temperatura, concentración inicial de agente lixivante y de agente reductor, contenido inicial de sólido y flujo de alimentación). Observó una alta correlación media (0,953) entre las variables de entrada y las variables de salida, y se obtuvo el modelo estadístico que permitió determinar la significación de los parámetros de estudio y adecuar la ecuación de regresión. Los resultados indican que es posible extraer el 72,78 % del cobalto, el 62,53 % del níquel y el 60,61 % del manganeso de las colas utilizando el nivel máximo ensayado para las variables de entrada: flujo de alimentación, temperatura, concentración inicial de sulfato de hierro (II) y concentración inicial del ácido sulfúrico.

De la Rosa (2013), somete a la lixiviación ácida a un concentrado magnético de cola, con níquel 0,37 %, cobalto 0,074 %, hierro 51,3 %, óxido de silicio 8,85 %, óxido de magnesio 3,47 % y manganeso 0,76 % con el propósito de determinar el efecto de las variables de operación: temperatura de la pulpa entre 75 °C y 95 °C; concentración de ácido sulfúrico, 40 g/l y 100 g/l; cociente entre la concentración de ácido y sulfato de hierro (II) entre 1,33 y 5,76; sobre la recuperación de metales. Se realizó un diseño experimental 2^{k-1} .

Las variables fijas fueron: concentración de sólidos, 42 %; diámetro de partícula promedio inferior a 0,113 mm; volumen de pulpa, 500 ml y velocidad de agitación, 500 rpm. Se obtuvo que la concentración del ácido, la temperatura y la interacción entre ácido y sulfato de hierro (II), ejercen un efecto directamente proporcional sobre las extracciones de níquel, magnesio, silicio y manganeso. La extracción de cobalto se favorece con el incremento de la concentración de ácido sulfúrico. Las

extracciones máximas de níquel fueron de un 45,4 % y cobalto, 47 %. A la temperatura de 75 °C; concentración de ácido sulfúrico, 40 g/l; relación ácido y sulfato de hierro (II); 5,76; es posible inhibir la extracción de silicio, con reducción de la recuperación de níquel en un 24,1 %; cobalto, 14,9 %; óxido de magnesio, 31,8 % y manganeso, 17,2%.

Urgellés (2014) estableció el modelo cinético del proceso de lixiviación ácida de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, empleando como agente lixivante el ácido sulfúrico y el sulfato de hierro (II) como agente reductor. La investigación se realizó a escala de laboratorio, utilizando el diseño factorial fraccionario, donde se estudiaron como variables tecnológicas de entrada la concentración inicial de ácido sulfúrico, concentración inicial de sulfato de hierro (II), temperatura, contenido de sólido, granulometría, Reynolds y tiempo. Se demostró que los parámetros influyen positivamente sobre la extracción de cobalto, a excepción de la granulometría, que se comporta de manera inversa. A tiempos superiores a los 5 min, la extracción de cobalto se mantuvo prácticamente constante.

La investigación de Loyola (2014) evaluó el comportamiento, ante la acción de la intensidad del campo magnético, de colas lateríticas derivadas del proceso metalúrgico Caron en la planta niquelera de Moa, con vistas a la recuperación de los metales útiles contenidos en estos residuos industriales. La investigación se realizó a escala de laboratorio para tres clases granulométricas obtenidas por vía húmeda y, posteriormente, sometidas a separación en fracciones magnéticas y no magnéticas. Se encontró que el níquel y la sílice, mayormente, se concentran en

la fracción no magnética de la clase de mayor tamaño. En la fracción gruesa magnética se obtuvo hasta 0,1 % de cobalto. El hierro, aunque se logró concentrar en un 50 % en la fracción fina magnética, no cumple con las expectativas tecnológicas para su uso en la obtención de aceros.

1.4 Lixiviación de colas con la combinación de ácidos orgánicos e inorgánicos

En el trabajo realizado por Alfonso (2005), se estudia la lixiviación de las colas del proceso carbonato amoniacal de obtención de Ni y Co en medio de ácido sulfúrico combinado con el ácido piroleñoso obtenido por pirólisis del bagazo de caña. Este líquido de pirólisis es una sustancia en la que predomina el ácido carboxílico como el ácido acético y compuestos fenolitos fundamentalmente, los cuales pueden influir en el desarrollo de la disolución y/o reducción de ciertas especies metálicas de interés. Los experimentos de lixiviación se desarrollan en un reactor a escala de laboratorio con una capacidad de 500 ml, con agitación mecánica y sistema de calentamiento con el control de la temperatura.

Para la determinación de la extracción y el comportamiento cinético de la disolución de los metales, se ha estudiado el proceso en dos niveles para los factores temperatura, relación ácido sulfúrico extrayente orgánico y tiempo, aplicando un diseño experimental del tipo 2^k . Se consideraron fijos los niveles utilizados de las variables siguientes: tamaño de partículas, relación líquido sólido y velocidad de agitación. Las extracciones del Ni y Co máximas alcanzadas en la lixiviación de la cola con ácido sulfúrico y con la adición de productos orgánicos de

la pirólisis a las condiciones experimentales fijadas, han sido de 87,1 y 90,9 % respectivamente.

La temperatura y la relación ácido sulfúrico extrayente orgánico tienen una influencia significativa en la extracción del cobalto, con un nivel de confianza de 95 %. Las pruebas de disolución de las especies metálicas con respecto al tiempo mostraron una disolución de hasta 0,1 g/l para el Ni y 0,04 g/l para el Co, a temperatura de 30 °C.

Se obtuvo que las variables temperaturas, relación ácido sulfúrico ácido piroleñoso y tiempo tienen influencia en los niveles de extracción de Ni, Co, Fe y Mn por lixiviación, aplicando el diseño factorial 2^k , obteniéndose extracciones de 62 a 87 % para el níquel, de 77 a 91 % para el Co, de 47 a 96 % para el Fe y el Mn se extrae de 61 a 86 %. Las mayores extracciones de Ni y Co se obtienen a los niveles superiores de cada una de las variables estudiadas. Se lograron las curvas cinéticas observándose el comportamiento de las disoluciones de Ni, Co, Fe y Mn, en el medio ácido sulfúrico con adición de ácido piroleñoso, en proporción 1/1 y 30 °C. La disolución aumenta a medida que se incrementa el tiempo entre 30 y 50 minutos puede ocurrir la reabsorción de algunos metales.

Los resultados obtenidos por lixiviación de las colas en medio de ácido sulfúrico y adición de fenol, Marín y García (2005), indican que se alcanzan extracciones de Ni de hasta 80,2 % y para el Co de 84 % a 60 °C, mientras que los experimentos de este trabajo muestran que a esa temperatura se logran 87 % de extracción de

Níquel y 90 % de de extracción de cobalto utilizando ácido piroleñoso y ácido sulfúrico. El contenido de fenol y otras sustancias orgánicas que constituyen el ácido piroleñoso puede tener determinada influencia en los resultados de la lixiviación.

Marín y García (2006) realizan un estudio sobre la lixiviación de las colas aplicando extrayentes orgánicos, la materia prima empleada fue la cola de la tecnología Caron con el objetivo de relacionar su utilización y tratamiento que conlleven a la disminución de un impacto negativo en el medio ambiente y/o en la recuperación de metales que en ella se encuentran. Se evalúan como agente de extracción: el ácido acético y el fenol. Esta alternativa se origina sobre la base de resultados que están comprobados sobre el uso del ácido piroleñoso como agente lixivante. Dado que el ácido acético y el fenol son compuestos característicos del ácido piroleñoso.

En la lixiviación con solución ácido acético se han obtenido extracciones de níquel y de cobalto de 35,3 y 38,9 % respectivamente a 60 °C y 1,0 M de concentración comparables con los obtenidos con el ácido piroleñoso. Con fenol la extracciones de níquel y cobalto fueron de 80,2 y 84,8 % con ácido sulfúrico y adición fenol/cola de 0,5 g/g. Se tuvieron en cuenta además parámetros tales como: temperatura, concentración, relación de reactivos como agente de extracción.

Como conclusiones del trabajo se obtuvo que se determinan las características cinéticas y niveles de extracción de un conjunto de especies metálicas presentes

en las colas aplicando dos tipos de extrayentes: solución de ácido acético y solución de ácido sulfúrico con adición de fenol. Se obtuvieron las curvas cinéticas del comportamiento de las soluciones de ácido acético donde el elemento de mayor disolución es el magnesio, mientras que en la solución de ácido sulfúrico el elemento que más se disuelve es el hierro.

En la disolución de especies metálicas se observa el fenómeno de la reabsorción, identificándose en las curvas de disolución contra tiempo disminuciones de las disoluciones de metales en algunos casos, tanto en la lixiviación con ácido acético como con solución con ácido sulfúrico y adición de fenol. En la lixiviación con solución de ácido acético, se realizan experiencias a dos niveles de temperatura y dos niveles de concentración de ácido, lográndose el máximo porcentaje de extracción de níquel y cobalto a 60 °C y concentración 1 M, siendo estas 35,3 % y 38,9 %.

Al comparar los niveles de extracción de Ni, Co, Fe y Mn con solución de ácido acético y los alcanzados por Penedo (2005) con ácido piroleñoso en condiciones similares de temperatura, velocidad de agitación y tamaño de partícula, se observa una alta coincidencia en los resultados, siendo para el ácido piroleñoso 35,66 % de Ni y 37,05 % de Co. La mayor extracción es de 80,2 % de Ni y 84,8 % de Co 63,0 % de Fe y 86,6 % de Mg a 60 °C y relación fenol/ cola 0,5 g/g. Los resultados de la lixiviación con solución de ácido sulfúrico y adición de fenol son comparables con los resultados obtenidos al lixiviar las colas con solución de ácido sulfúrico

mezclado con ácido piroleñoso (Penedo, 2005) en este caso alcanzó 87 % de Ni y 90,0 % de Co.

Martinez y Ramírez (2007) realizan la lixiviación de las colas del proceso carbonato amoniacal aplicando un agente de extracción formulado a partir del destilado del ácido piroleñoso obtenido a partir del bagazo de caña, combinado con ácido sulfúrico. También muestran los resultados del tratamiento del licor de lixiviación obtenido aplicando la extracción líquido-líquido. Los experimentos de lixiviación se desarrollaron a escala de laboratorio, a dos niveles de temperatura (30 °C y 60 °C), con velocidad de agitación de 630 min⁻¹, tiempo de lixiviación de 1 hora, relación ácido sulfúrico/destilado de ácido piroleñoso 1/1(v/v) y relación sólido 12 ml/g (solución de lixiviación/masa de cola a lixiviar).

Se alcanzaron niveles de extracción de Ni y Co de 95,98 y 78,95 % respectivamente a 60 °C. Con el objetivo de recuperar el Ni y el Co y analizar el comportamiento de otras especies metálicas, se realizaron pruebas de extracción líquido/líquido, utilizando como diluyente turbocombustible. En el tratamiento de los licores provenientes de la lixiviación con destilado de ácido piroleñoso combinando con ácido sulfúrico, los coeficientes de distribución obtenidos fueron de 1, indicando que las especies metálicas se distribuyen más en la fase acuosa que en la fase orgánica.

El factor de separación dio como resultado, valores superiores a 1 para el Ni, Co y Mg, lo cual indica que tiene un alto nivel de separación con relación al Fe. Los

niveles de extracción alcanzados fueron muy bajos, no observándose un comportamiento uniforme de porcentaje de extracción con el pH. En la extracción líquido-líquido practicada a licores obtenidos por lixiviación de colas con ácido piroleñoso se observó que se obtienen factores de separación mayor de 1 pero bajos porcentaje de extracción.

Concluye el trabajo planteando que las colas del proceso carbonato amoniacal constituye un residuo sólido considerado mineral de baja ley del cual puede resultar económicamente viable la separación de algunas especies metálicas; los procesos de lixiviación son una alternativa para la extracción de determinadas especies metálicas contenidas en las colas residuales. Los productos líquidos de la pirolisis pueden ser evaluados como agente de disolución/reducción de las colas por su composición orgánica, dada fundamentalmente por compuestos como ácido carboxílicos y fenoles, los cuales han demostrada la capacidad de disolver y/o reducir óxidos metálicos que fueron parte de otros minerales. El proceso de extracción por solvente es unos de los métodos necesario a tener en cuenta para la recuperación de especies metálicas contenido en los licores producto de la lixiviación.

En la facultad de Ingeniería Química de la Universidad de Oriente se han ejecutado numerosos estudios para la extracción de especies metálicas de las colas, utilizando ácido sulfúrico combinado con ácido orgánico obtenido por pirolisis de bagazo de caña (APB). Penedo y Falcón (2008), ejecutaron los experimentos de lixiviación en un reactor a escala de laboratorio con una

capacidad de 250 cm³, con agitación mecánica, y sistema de calentamiento con control de temperatura. Aplicaron un diseño experimental del tipo 2^k, considerando como factores variables la temperatura, la relación ácido sulfúrico/extractante orgánico y el tiempo de lixiviación; y fijos el tamaño de partícula, relación líquido/sólido y velocidad de agitación.

Las máximas extracciones de níquel y cobalto alcanzadas en la lixiviación de la cola fueron de 87,1 % y 90,9 % respectivamente. La temperatura y la relación ácido sulfúrico/extractante orgánico tuvieron una influencia significativa en la extracción del cobalto, con un nivel de confianza de 95 %. Los niveles de disolución con relación AS/APB: 1/1 resultaron muy similares en el nivel superior de temperatura. Esto muestra que parte del ácido sulfúrico puede ser sustituido por la adición de ácido piroleñoso sin alterar la disolución de Ni y Co.

Penedo y otros autores (2009) continúan su estudio sobre la recuperación de especies metálicas como el níquel, y el cobalto contenido en colas de la tecnología carbonato amoniacal. Aplicaron como agentes de lixiviación los líquidos de pirólisis del bagazo de caña, y su combinación con soluciones de ácido sulfúrico y partiendo de los resultados obtenidos en el 2008 expresaron que el ácido piroleñoso demostró ser selectivo, con muy poco ataque a la matriz del mineral.

El extrayente más efectivo fue el ácido piroleñoso combinado con solución de ácido sulfúrico en relación 1/1 en volumen, a presión de una atmósfera, lográndose extracciones de 70 y 80 % de níquel y cobalto respectivamente.

Experimentaron la lixiviación en una autoclave a cuatro atmósferas con el empleo del ácido piroleñoso como único agente lixivante, incrementándose la selectividad y extracción del níquel y el cobalto, obteniéndose resultados muy similares a los alcanzados a una atmósfera en combinación con ácido sulfúrico. Los resultados demostraron que los líquidos de pirólisis constituyen una alternativa como agentes lixivantes de minerales oxidados como es el caso de las colas de la tecnología carbonato amoniacal, y que su aplicación puede contribuir a la sustitución parcial o total del ácido sulfúrico como agente lixivante.

Giralt (2010) presenta los resultados obtenidos en los estudios de lixiviación de colas de la tecnología carbonato amoniacal de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, de Moa. Para la recuperación de elementos metálicos plantea la alternativa de lixiviación de este residual, utilizando como agentes de extracción los líquidos obtenidos por pirólisis del bagazo de caña, combinados con soluciones de ácido sulfúrico 1 mol/l. Para el estudio se tuvieron en cuenta algunos factores, tales como temperatura y tamaño de partícula.

Los resultados de extracción y selectividad obtenidos indican que el ácido piroleñoso del bagazo combinado con ácido sulfúrico 1 mol/l, tiene la capacidad de lixiviar el níquel, cobalto, hierro, manganeso y magnesio. Se alcanzaron extracciones de níquel y cobalto de 64,09 y 83,30 % respectivamente.

Guzmán (2011) muestra los resultados de la lixiviación de las colas de la tecnología CARON en la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”, las

cuales están constituidas por óxidos de níquel, manganeso, cobalto, hierro y otros metales. Para la recuperación de elementos metálicos se planteó la alternativa de lixiviación, utilizando como agentes de extracción ácido acético (AA) al 31 % en peso, modelando soluciones de ácido piroleñoso del bagazo de caña, combinado con soluciones de ácido sulfúrico (AS) 0,5 mol/l. Para el estudio se consideraron factores como la relación ml de ácido sulfúrico y ml de ácido acético, temperatura de 30 y 60 °C, y relación líquido sólido (4/1 y 8/1).

Se aplicaron métodos estadísticos a escala de laboratorio, para definir la influencia de los factores sobre la extracción y la selectividad. Los resultados indican que este agente de extracción tiene la capacidad de lixiviar el cobalto, níquel, hierro y manganeso. El porcentaje de extracción de cobalto resultó ser el mayor 68,27 %, el de manganeso 55 %, el de níquel fue de 43,38 %, las extracciones de hierro fueron bajas y se mantuvieron entre 6,40 y 27,38 %, Los mayores valores de selectividad correspondieron al cobalto (entre 1,08 y 2,53); para el manganeso (1,24 y 2,04) mientras que los máximos valores alcanzados para el níquel y de hierro fueron 1,61 y 0,93 respectivamente.

El análisis estadístico de los resultados de porcentaje de extracción mostró que los factores temperatura y relación líquido sólido tuvieron influencia significativa en la extracción de cobalto y del manganeso. El pH del licor siempre fue superior al pH inicial, lo cual indica que disminuyó la concentración de iones hidroneo en la solución, dado el consumo de ácido. El potencial redox se incrementó entre los

experimentos 1 a 4 y del 5 al 8. En todos los casos el potencial redox final fue inferior al inicial, lo cual indica una condición menos oxidante en el medio.

1.5 Características de los escombros

Las capas superiores de los depósitos laterítico son pobres en níquel (menos del 0,9 %) de ahí que sean apartadas como escombros, al igual que las colas constituyen una cuantiosa reserva de materiales sin explotar. Se estudia y se prevé también la posibilidad de procesarlo mediante la lixiviación acida para lograr la extracción de especies metálicas en la industria del níquel. A continuación las tabla 1.3 y 1.4 muestran la composición química de los escombros pertenecientes a los yacimientos Pinares de Mayarí, Martí y Atlantic:

Tabla 1.3 Composición química de los escombros.

Minerales	Composición química (%)											
	Fe	FeO	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	NiO	CoO	MnO	P	S
Pinares	44,8	0,86	1,51	1,36	4,90	10,24	2,42	0,56	0,087	0,165	0,003	0,06
Martí	48,2	-	0,85	4,07	3,04	7,50	2,59	0,94	0,060	0,175	-	0,04
Atlantic	47,3	11,74	1,51	1,00	3,40	11,23	2,60	0,26	0,037	0,174	0,003	0,05

Tabla 1.4 Fracciones granulométricas

Minerales	Fracciones granulométricas (mm), (%)							
	+3,36	-3,36 +1,68	-1,68 +0,84	-0,84 +0,59	-0,59 +0,42	-0,42 +0,21	-0,21	
Pinares	11,32	32,56	22,04	4,45	1,92	2,53	25,18	
Martí	35,50	18,80	11,77	3,69	2,10	2,40	25,68	
Atlantic	63,86	21,24	7,08	1,18	0,88	1,77	2,99	

1.6 Lixiviación de los escombros

El trabajo desarrollado por Di Yorio se basa en la lixiviación dinámica de lateritas níquelíferas con ácido sulfúrico y cítrico para extraer por vía hidrometalúrgica níquel y cobalto. Posterior a la lixiviación, se busca la precipitación selectiva de níquel y cobalto en ambas disoluciones ácidas. Al mineral y los precipitados se le caracteriza para saber su morfología y composición química mediante difracción de rayo X microscopía electrónica de barrido y análisis químico cuantitativo.

Durante la lixiviación se varia la concentración de ácidos en 0,5 M; 1 M y 3 M para el ácido sulfúrico; y en 0,1 M; 0,2 M y 0,5 M para el ácido cítrico, con una relación de pulpa del 20 % en peso y una variación temperatura entre ambiente de 60 y 80 °C. Se obtuvo a 80 °C una recuperación de níquel de 73,4% en ácido sulfúrico y de 20,29 % en ácido cítrico, mientras que en cobalto se obtuvo 46,3 % y 38,9 % en sulfúrico y cítrico, respectivamente, en 4 horas también se probó recircular el licor y la pulpa densa hasta tres veces, donde se obtuvo 551,2 mg/l de níquel y 96,3 mg/L de cobalto en el licor con recuperaciones acumuladas de hasta 40 % de Ni y 46 % de Co.

En los ensayos de precipitación se varia el pH de la solución por medio de la adición de cal a la disolución de ácido sulfúrico, donde alrededor de un pH de 4 ocurre la precipitación con un 86,4 % en níquel y 57,3 % en cobalto que precipita; mientras que al licor obtenido por lixiviación con ácido cítrico se adiciona vapor de agua y CO₂ por separado a fin de desplazar el catión metálico asociado al quelato de la solución lixiviada y conservar el ácido en la solución, donde se obtuvo hasta 48,8 % de níquel y 62,1 % de cobalto que precipita.

Hatch (1983) en su patente presenta los resultados de la lixiviación de minerales lateríticos con ácido sulfúrico para la recuperación de Ni y Co. Con el propósito de obtener una buena extracción a partir de estos minerales prolonga el proceso usando ácido de alta pureza y altas presiones y reciclando etapas que son necesarias para la recuperación de los elementos. En la inversión, el Ni y el Co son solubilizados a partir de los minerales de serpentina niquelífera de alto magnesio por lixiviación del mineral con una solución acuosa de ácido sulfúrico y adicionando un agente reductor para mantener el potencial redox de la solución en valores entre 200 y 400 milivolts medido contra el electrodo saturado de Colomel. Este procedimiento incrementa la reactividad de la serpentina y resultados máximos de extracción de Ni con mínima extracción de Fe y Mg y mínimo ácido.

Palacios (2001) en su tesis doctoral, demuestra que en la lixiviación de los escombros lateríticos con ácido sulfúrico, la influencia de las variables es en orden descendente de la forma siguiente: temperatura, concentración inicial del ácido sulfúrico, contenido de sólido, cantidad de azufre elemental añadido, agitación y granulometría de las partículas. El proceso se desarrolla bajo condiciones de altas temperaturas y presión, donde se obtiene extracciones de cobalto superiores a 93 % con contenido de sólido de 45 a 48 % la temperatura de trabajo no debe de superar los 220 °C ya que se puede disolver otros elementos presentes en la materia prima y con ello contaminación de la solución lixiviada.

En la patente desarrollada por Curlook y Walter (2002) mejoran el proceso de tratamiento de los minerales lateríticos, predominantemente del tipo limonítico para la recuperación de Ni y Co usando ácido sulfúrico. Con el propósito de obtener altas extracciones de esos metales, esos metales en su estado húmedo son tratados con un tiempo de reacción de hasta 60 minutos, temperaturas de hasta 270 °C y presiones correspondientes de hasta 5 515,8 kPa. En la presente invención una porción significativa del licor madre emanada de la presión de la reacción de lixiviación es reciclada a la etapa de preparación para la alimentación de este modo puede ser sustituido toda o parte del agua adicionada. Logrando un mayor ahorro de agua se reduce significativamente el ácido sulfúrico requerido con un correspondiente ahorro en caliza y cal, requeridas para la siguiente etapa de neutralización. La cantidad de agua de proceso enviada al ambiente se reduce significativamente o es eliminada.

En el trabajo realizado por Ballester (2005) se demuestra claramente que es posible recuperar más del 90 % del cobalto contenido en las menas lateríticas de baja ley en cuatro días mediante la lixiviación con el ácido tartárico. Además se determina la influencia de los principales parámetros físicos químicos que inciden en dicho proceso. La lixiviación en medio orgánico permite procesar los excesivos volúmenes de minerales fuera de balance que se generan en la Industria del Níquel, logrando extraer más del 90% del cobalto contenido en estos materiales empleando concentraciones de ácido tartárico de 0,5 M, temperatura de 60°C, tamaños de partículas inferiores a 0,090 mm y velocidades de agitación de 140 rpm, durante 4 días de lixiviación.

Ferreiro y otros autores (2006) presentan en su investigación el tratamiento previo que se debe dar a los escombros lateríticos del yacimiento "Atlantic" en Moa, como paso inicial de una nueva tecnología en perspectivas para tratar los escombros lateríticos, mediante la lixiviación ácida, para lo cual ha sido necesario estudiar el tiempo de molienda óptimo de este mineral para lograr el 80 % de la clase -74 μm , siendo el mismo de 20 min.

Beltrán (2010) en su trabajo presenta los resultados de extracción y selectividad obtenidos en la lixiviación de escombros lateríticos, aplicando como agentes de lixiviación: ácido piroleñoso de bagazo solo (APB); mezcla de APB y solución 1 mol/l de ácido sulfúrico (AS). La lixiviación se realizó a escala de laboratorio, a las condiciones siguientes: temperatura entre 30 y 60 °C; relación líquido/sólido: 8 y 12 ml/g de mineral; velocidad de agitación: 600 rpm; tiempo de reacción: 2 h. El ácido piroleñoso actuó como lixivante de elementos metálicos como Ni, Co, Fe y Mn, con bajo nivel de extracción.

La combinación del APB y AS, permitió incrementar la extracción del cobalto y manganeso. Con las mezclas 1/1 en volumen de AS y APB, se obtuvo entre 55 y 80 % de extracción de Co, y entre 45 y 65 % de Mn, a muy bajos niveles de dilución del mineral (1 a 2 %); liberándose los mismos de manera preferencial, con extracciones de hierro inferiores al 20 %. Se corroboró el carácter selectivo del ácido piroleñoso, y de este combinado con solución de ácido sulfúrico de 1 mol/l,

en relación volumétrica 1/1, relacionando la extracción y la selectividad con el grado integral de dilución del mineral lixiviado.

En la lixiviación de los escombros lateríticos con ácido piroleñoso y con las mezclas 1/1 y 9/1 de AS y APB, los porcentajes de extracción alcanzados para el Co y Mn fueron superiores a los del resto de los metales analizados. La selectividad del Co y el Mn también fueron las más elevadas en comparación con las alcanzadas para el resto de los metales, relacionado ello con la baja conversión del hierro. Resalta en este caso que con la mezcla 1/1 de AS/APB el nivel de conversión global del mineral fue muy bajo, incidiendo esto en la alta selectividad alcanzada con este extrayente.

Se evidenció que tanto el ácido piroleñoso como la mezcla 1/1 de este ácido con soluciones de ácido sulfúrico tienen un carácter mucho más selectivo, al ser muy bajos los niveles de dilución global del mineral, resaltando sobre todo la baja disolución del hierro. Los resultados indican que debe continuarse el estudio de lixiviación de escombros, evaluando condiciones que favorezcan altos niveles de extracción y selectividad, y que se reduzcan los niveles de consumo de ácido sulfúrico, lo cual es decisivo desde el punto de vista económico y medioambiental.

Mushinga (2012) en su estudio empleó el ácido sulfúrico como agente lixivante para la extracción de cobalto, utilizando los escombros lateríticos provenientes de la mina de la empresa Pedro Sotto Alba usando como agente reductor el sulfato de hierro II. Realizó un análisis termodinámico y estadístico que permitió obtener

un modelo matemático estadístico que describe la extracción de cobalto en función de las variables de estudio siguientes: temperatura, concentración inicial de agente reductor y concentración inicial del ácido sulfúrico empleado para la lixiviación. Los resultados mostraron una recuperación promedio del 68 % de cobalto.

Las principales transformaciones físicas químicas que reportan Carlson (1961) durante la lixiviación ácida de las lateritas, atendiendo a la forma en que se encuentran los metales en ellas, son:



El sulfato de cromo III $[\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3]$ obtenido puede interactuar con los óxidos superiores de manganeso, cobalto e hierro, produciéndose el cromo hexavalente que se muestra en las transformaciones 1.18, 1.19 y 1.20.





Se determinó el efecto de los factores que influyen en la recuperación de cobalto, demostrando que la mayor extracción de cobalto se obtuvo a temperaturas de 100 °C, la cual fue de un 68 %. Además se obtuvo el modelo estadístico matemático que se adecua al rango de parámetros seleccionados para la extracción del cobalto de los escombros lateríticos.

Palacios (2014) evalúa el proceso de lixiviación en medio orgánico para la recuperación del cobalto presente en minerales de baja ley en níquel. En el trabajo se demuestra que es posible recuperar alrededor del 90 % del cobalto contenido en éstas menas fuera de balance, en cuatro días, mediante la lixiviación con el ácido tartárico. Se determinan los principales parámetros físico-químicos que inciden en dicho proceso. Se evalúan las perspectivas de la lixiviación orgánica en el tratamiento de los minerales fuera de balance generados en la industria cubana del níquel.

1.7 Otras alternativas de estudio para la explotación de las colas y escombros

En el año 1964, en un informe técnico sobre la posibilidad de comercialización de las colas de Nicaro se planteaba que este producto pudiera venderse en varias formas de presentación:

1. Como se encuentra en el vertedero.

2. Secas, con una humedad mínima para evitar la formación de polvos.
3. Concentradas a un 58,5 % de hierro, con un humedad de 22 a 24 %.
4. Concentradas a un 58,5 % de hierro, con un 10 % de humedad.
5. Concentradas y sinterizadas.
6. Concentradas y convertidas en hierro esponja.

Luego en 1965 Pedlik realizó un estudio preliminar para la utilización futura de las colas de Nicaro en la producción de hierro en Cuba donde esbozaba dos condiciones básicas:

- 1- Aumentar el contenido de hierro en valor conveniente para altos hornos, de 50 a 60 % Fe, eventualmente ajustar la composición según los parámetros de la tecnología de los altos hornos.
- 2- Transformar las colas con la granulación 80 % menos 200 mesh, en una forma transportable y adecuada para la alimentación a los hornos.

La separación magnética fue probada en años anteriores también con las colas de Nicaro, con el objetivo básico de separar el cromo. Si consideramos no como la tarea fundamental la separación del cromo y si el aumento del contenido de hierro, se obtendrían mejores resultados. En la tabla 1.5, aparecen los análisis de las colas y del concentrado.

Tabla 1.5 Composición química de las colas y del concentrado.

Elementos	Colas (%)	Concentrado (%)
-----------	-----------	-----------------

Fe	41,3	58,29
Cr	2,74	0,94
Ni	0,30	0,22
SiO ₂	20,3	7,04
Al ₂ O ₃	2,8	3,06
TiO ₂	0,05	0,2
MnO	2,22	2,42
CaO	Trazas	0,5
MgO	12,10	3,62
P	0,05	0,05
Relación Cr/Fe	1/15,2	1/62
Relación Cr: 100 % Fe	6,6	1,6

Con una sinterización de los pelets con temperaturas de 1300 a 1340 °C, en la tabla 1.6 aparece la composición química promedio del concentrado obtenido en su forma final (con 13 % calcita con modulo de la basicidad CaO MgO/SiO₂ AlO₃=1,3).

Tabla 1.6 Composición química del concentrado obtenido.

Fe Total (%)	Cr (%)	Ni (%)	SiO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	MnO (%)	CaO (%)	MgO (%)	P (%)
52-54	0,8-1,3	0,2-0,3	6-7	2,5-3,0	2,5-3,0	8-10	3-4	0,05-0,1

Presilla (1970) en su plan de investigaciones para la producción de los concentrados de hierro, planteaba que este todavía contiene alrededor de 0,90 a 1,0 % de Cr y por tanto su uso era limitado en la presente etapa de desarrollo de la producción de aceros. Existe una gran posibilidad de obtener mayor selectividad haciendo la separación magnética en seco.

Estudios más recientes como el de Alfonso y otros autores (2011) sobre el procesamiento de las colas para la obtención de ferritas de níquel y de otros

metales (como cobalto) demuestran las posibilidades reales de producir estos materiales de una forma original y sencilla aprovechando estos desechos.

La ventaja en la utilización de este residual está dada por su alto contenido de hierro trivalente, divalente y estar finamente molido, lo que favorece económicamente su procesamiento mediante su lixiviación con ácido sulfúrico, realizado en condiciones tales que permiten obtener una alta eficiencia de disolución de metales, sin necesidad de calor externo. Los metales, así disueltos, en forma de sulfatos, reaccionan con las soluciones carbonato-amoniacaes a temperatura ambiente, obteniéndose por esta vía co-precipitados del hierro con distintos metales (níquel, cobalto, etc.). La calcinación de los precipitados mejora las propiedades magnéticas de las ferritas obtenidas.

Suwardjo y otros autores en su trabajo presentan los resultados de los ensayos de beneficio por tostación magnetizantes y separación magnética húmeda así como las características físicas y químicas de los concentrados. Igualmente exponen las consideraciones relativas a las diferentes alternativas de procesamiento tecnológico de los minerales estudiados. Por último analizan las posibilidades de su utilización conjunta con el concentrado de las colas de Moa para la producción de aceros de alta resistencia y baja aleación al Cr y Ni.

En el estudio de Ferreiro y otros autores (2007), se valora la posibilidad de obtener un concentrado de hierro obtenido a partir de los escombros lateríticos del yacimiento Pinares de Mayarí. Se utiliza la fracción +0,83 mm a la que se le

aplicaron los procesos de tostación magnetizante y separación magnética húmeda a baja intensidad. El contenido de hierro total en la fracción -0,21 mm es de 44,7 %, en la fracción +0,83 es de 52,4 %, obteniéndose un concentrado con un contenido de hierro del 60 %.

Los escombros lateríticos del yacimiento Pinares de Mayarí, en Holguín, Cuba son minerales polimetálicos en los que están presentes dos fracciones granulométricas diferenciadas químicamente, +0,83 mm y -0,21 mm. El contenido de sílice en la clase +0,83 mm es de 1,83 % con una marcada diferencia con la clase -0,21 mm en la que es de 11,70 %. El contenido de sílice en el concentrado de hierro obtenido es de 2,38 %. El contenido de sílice en el rechazo aumenta hasta un 4,91 % en el rechazo del proceso de separación magnética. Al someter la fracción +0,83 mm a un proceso de tostación magnetizante y separación magnética húmeda a baja intensidad el contenido de hierro total aumenta hasta un 60 %, el rechazo obtenido tiene un contenido de hierro total de 45,5 %.

En trabajos realizados Ernest A. Lado en 1955, en el horno de reducción Selas, estudio el efecto de las colas al añadirla a las serpentinas, lográndose mejorar las extracciones de níquel a medida que se incrementa la cola hasta un 75 % y para el cobalto aumenta hasta la adición de un 30 % (anexo; tabla 1) también al añadir escombros a las serpentinas se observó mejoras en las extracciones de níquel y cobalto (anexo; tabla 2). Llegando a la conclusión que se muestra el efecto catalítico del material de alto contenido de hierro (colas o escombros) en la reducción de níquel de serpentinas.

1.8 Conclusiones del capítulo 1

Del análisis realizado en el capítulo se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Las investigaciones sobre la lixiviación ácida de las colas y escombros se realiza con la utilización de ácidos orgánicos, inorgánicos y la combinación de ambos, además de la utilización de agentes reductores.
- La lixiviación de las colas y los escombros se realiza siempre separadas, no se lleva a cabo mezclada en ningún caso.
- La lixiviación de las colas y escombros se centra fundamentalmente en la extracción del níquel y el cobalto.
- La mezcla con colas o escombros puede ser una vía para mejorar las extracciones de níquel y cobalto, por sus altos contenidos de hierro.

CAPITULO 2. MATERIALES Y METODOS

Este capítulo tiene como objetivo principal exponer la metodología para la realización experimental de la lixiviación ácida a presión atmosférica para las mezclas de colas de la tecnología carbonato amoniacal de la Empresa “René Ramos Latour” y escombros de Pinares de Mayarí para determinar la influencia de los principales parámetros que intervienen en el proceso.

Los ensayos de lixiviación, la caracterización y análisis de las muestras se desarrollaron en la Unidad de Proyecto Nicaro (UPN) del Centro de Investigaciones del Níquel (CEDINIQ).

2.1 Muestreo y preparación de las colas y los escombros

Las muestras de colas fueron extraídas en diez pozos de perforación de 18,3 m de profundidad con barrenas de espiral o sinfín de 115 mm de diámetro; a 3,0 m de intervalo de sondeo-muestreo y más del 95 % de recuperación.

Los pozos se replantearon cada 200 m, en perfiles transversales norte-sur y este-oeste partiendo del pozo centro dentro del dique. De las 3,74 toneladas, por homogenización y cuarteo se seleccionó una muestra de 1,0 tonelada para estudios en Ferrominera Orinoco Venezuela. El resto aproximadamente 2,74 toneladas se conserva como muestra testigo, de la que se tomó una muestra de 20 kg para este trabajo.

Las muestras de escombros se tomaron en las escombreras de Pinares de Mayarí del muestreo realizado por la empresa de servicios NicaroTec, tomadas de seis pozos separados a 15 m cada uno y a una profundidad de 4 m, tomando muestras cada 1,0 m; las que se homogenizaron y por cuarteo se recibieron 20 kg.

Para la preparación de las colas y escombros se realizaron las operaciones de secado, homogenización, molienda, mezclado (colas y escombros) y secado para la entrega al laboratorio analítico.

2.2 Caracterización química-física y mineralógica

Para el estudio de la lixiviación ácida las muestras de colas y escombros se trituraron hasta obtener un material con partículas 100 % menores de 0,147 mm (-80 mallas) y 85 % menores de 0,074 mm (-200 mallas), se le realizó caracterización química y mineralógica mediante las técnicas de absorción atómica en el equipo de Absorción Atómica (EAA) de la Unidad de proyecto Nicaro (UPN) del Centro de Investigaciones del Níquel (CEDINIQ) y difracción en el difractómetro Philips PW 1710 del Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM) por el método de polvo. Todos los difractogramas se registraron según variante de medición punto a punto; paso angular de 0,050 y tiempo de medición en cada posición de 3 segundos.

Los resultados de los análisis químicos se muestran en la tabla 2.1 y los difractogramas de las colas y escombros se presentan en las figuras 1 y 2 del anexo, respectivamente.

Tabla 2.1 Características químicas de las colas, escombros y mezclas.

Muestras	Ni (%)	Co (%)	Fe (%)	SiO ₂ (%)	MgO (%)	Mn (%)	Cr (%)	Al ₂ O ₃ (%)	Densidad (t/m ³)	
									Real	Aparente
Cola	0,41	0,089	44,8	13,6	6,81	0,633	1,96	4,98	4,00	0,758
Mezcla (50 % cola y 50 % escombros)	0,40	0,062	46,3	8,48	3,87	0,560	1,94	8,09	4,05	0,787
Escombros	0,38	0,036	46,2	3,00	0,48	0,477	1,80	10,74	4,33	0,802

Las colas presentan altos contenidos de hierro en forma de fases mineralógicas como la magnetita (Fe Fe₂O₄), maghemita (Fe₂O₃) y forsterita-fayalita (Mg₂SiO₄-(Fe²⁺)₂SiO₄), además de Donahita (magnesiocromita) y cuarzo, los escombros presentan los óxidos de hierro en forma de hematita como la fase predominante además de la goethita (FeO(OH)) y maghemita(Fe₂O₃), también los silicatos en forma de lizardita (esta fase es minoritaria), compuestos de aluminio en forma de gibbsita y Cuarzo.

2.3 Preparación de las mezclas de cola y escombros

Las mezclas se prepararon echando proporciones iguales de colas y escombros en un mezclador, es decir 400 g de cada uno, y se agita dándole vuelta al mecanismo del mezclador durante 2 minutos hasta lograr homogenizar la mezcla, en la figura 2.3 se muestra el mezclador y en la figura 2.4 las colas, escombros y mezclas, estas últimas formadas por 50 % de cola y 50 % de escombros.



Figura 2.3 Mezclador de cola y escombros.



Figura 2.4 Muestras de colas, escombros y mezcla.

2.4 Ácidos utilizados en la lixiviación

Los agentes lixiviantes utilizados fueron los siguientes:

- Ácido sulfúrico (H_2SO_4): Densidad: 1,749 g/ml, PM=98,08 g/mol, Pureza: 98 %
- Ácido nítrico (HNO_3): Densidad: 1,353 g/ml, PM=63,02 g/l, Pureza: 69 %
- Ácido clorhídrico (HCl): Densidad: 1,12 g/ml, PM=36,45 g/mol, Pureza: 38 %

2.5 Instalación de lixiviación ácida

Para los experimentos a nivel de laboratorio se preparó una instalación compuesta por un vaso de precipitado de 600 ml de capacidad donde el mineral y el ácido se

mezclan con un agitador mecánico. El calentamiento fue por medio de un termostato (baño de María) donde se fija la temperatura de trabajo y automáticamente el equipo lo mantiene por un sistema de control automático. En la figura 2.5 se muestra la instalación experimental para la lixiviación ácida.

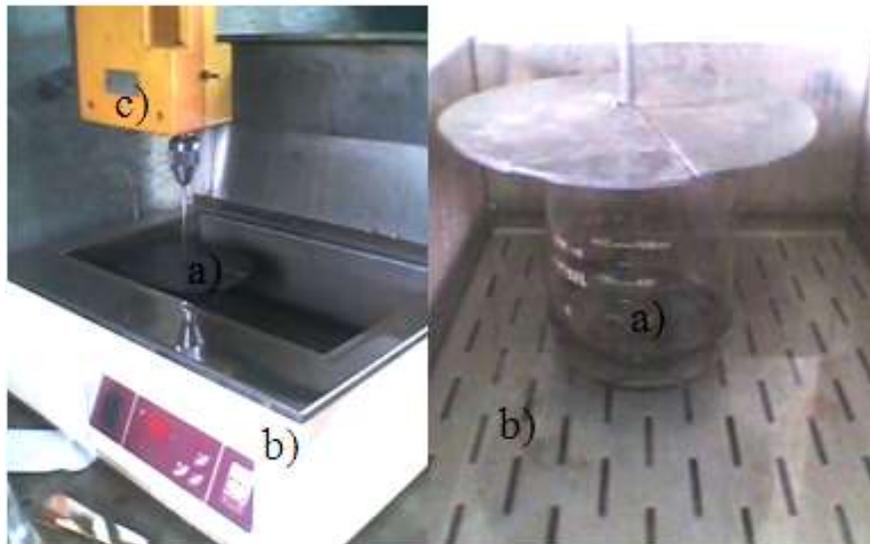


Figura 2.5 Instalación experimental para los ensayos de lixiviación. a) vaso de precipitados, b) Termostato (baño de María), c) agitador.

La instalación está formada por los equipos y accesorios siguientes:

- Termostato (baño de María).
- Agitador mecánico con impelente.
- Vaso de precipitado (Beaker) de 600 ml.
- Tapa de goma.
- Balanza analítica.
- Erlenmeyer de 2000 ml.
- Embudo.
- Papel de filtro.

- Espátula.
- Mangueras.

2.6 Métodos de análisis químico

Los análisis químicos se realizaron en el laboratorio de la Unidad de Proyecto Nicaro, del Centro de Investigaciones del Níquel. Para ello se empleó un equipo de Absorción Atómica (EAA) tal como se muestra en la figura 2.4.



Figura 2.4 Equipo de Absorción Atómica (SP-9)

Los procedimientos de análisis físico-químicos se muestran en la tabla 2.2. La calidad de los mismos se verificó con controles internos sistemáticos y controles externos en laboratorios del Grupo Empresarial del Níquel, MINEM.

Tabla 2.2 Análisis físico-químicos.

Análisis	Código	Método
Ni	UPN-AA-01	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
Co	UPN-AA-02	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
Fe	UPN-AA-03	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
Mn	UPN-AA-06	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
MgO	UPN-AA-07	Espectrofotometría de Absorción Atómica.

Cr	UPN-AA-28	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
Al	UPN-AA-29	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
SiO ₂	UPN-AA-30	Espectrofotometría de Absorción Atómica.
Densidad Real	UPN-G-03	Gravimétrico.
Densidad Aparente	UPN-G-04	Gravimétrico.

Los códigos que aparecen en la tabla 2.2, se describen a continuación:

UPN: Unidad de Proyecto Nicaro, como institución que ejecuta.

AA: Método Espectrofotometría de Absorción Atómica

G: Método Gravimétrico

2.7 Diseño experimental

Los experimentos se planifican con el objetivo de comparar el comportamiento de las extracciones de níquel y cobalto de las colas, escombros y las mezclas constituidas entre ambos de forma que podamos conocer su comportamiento antes y después de mezcladas, por lo que se proyecta la realización de experimentos unifactoriales para ver la influencia de diferentes factores uno a uno, variando los niveles de un factor manteniendo fijo los demás. Entre los factores que analizaremos de esta forma se encuentran: diferentes ácidos, temperatura, concentración inicial del ácido sulfúrico, relación líquido sólido (L/S) y tiempo.

Además se planifican tres diseños experimentales factoriales para ver la interacción entre algunos factores y conocer si es similar su comportamiento. Las variables de respuesta es el porcentaje de extracción del níquel y cobalto.

Los tres diseños experimentales que se desarrollaron son los siguientes:

- a. Diseño experimentos DE1, Diseño factorial multinivel 3^2 con dos replicas en 27 ejecuciones: Extracción de níquel y cobalto con diferentes ácidos y concentraciones, las condiciones experimentales y niveles de las variables se muestran en la tabla 2.3 y la matriz experimental codificada y real de experimentación (anexo; tabla 3 y 4).

- b. Diseño experimentos DE2, Diseño factorial 2^2 con dos replicas en 12 ejecuciones: Extracción de níquel y cobalto con ácido sulfúrico a diferentes concentraciones y temperaturas, las condiciones experimentales y niveles de las variables se muestran en la tabla 2.4 y la matriz experimental codificada y real de experimentación (anexo; tabla 5 y 6).

Tabla 2.3. Variables y niveles seleccionados DE1.

Variable independiente	Niveles		
	Bajo -1	Medio 0	Alto 1
Ácidos	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄
Concentración (g/l)	40	70	100

Condiciones fijas en los experimentos: tamaño de partícula: (-80) mallas; velocidad de agitación: 500 rpm; tiempo: 60 min; relación L/S: 3; temperatura: 90 °C; presión atmosférica.

Tabla 2.4 Variables y niveles seleccionados DE2.

Variable independiente	Niveles	
	Bajo -1	Alto 1
Temperatura (°C)	30	90

Concentración (g/l)	40	100
---------------------	----	-----

Condiciones fijas en los experimentos: tamaño de partícula: (-80) mallas; velocidad de agitación: 500 rpm; tiempo: 60 min; relación L/S: 3; presión de lixiviación de 101,325 kPa (presión atmosférica), ácido sulfúrico como agente lixivante.

Los rangos experimentales de los parámetros de estudio estuvieron tomados a partir de las experiencias prácticas de las investigaciones realizadas anteriormente de las colas y escombros.

Para el procesamiento de la información se empleó el programa STATGRAPHICS plus para Windows 5.1.

2.8 Metodología experimental

Para realizar los experimentos de lixiviación ácida a presión atmosférica se siguieron los pasos siguientes:

1. Preparar el ácido a la concentración especificada.
2. Pesar 100 g de masa de mineral en el vaso de precipitado de 600 ml.
3. Programar termostato (baño de María) a la temperatura del diseño de experimento.
4. Cuando se haya alcanzado la temperatura especificada, adicionarle 300 g de ácido e introducir el vaso de precipitado en el termostato.
5. Lixiviar durante el tiempo establecido.

6. Filtrar el sólido, secar, triturar y homogeneizar la muestra para el análisis químico.

2.9 Metodología para determinar el consumo de ácido

La mayor extracción de níquel y cobalto con relación a su consumo de ácido nos indica la mayor eficiencia en la utilización del ácido. Para determinar el consumo de ácido utilizaremos la concentración de 100 g/l, para una muestra de 100 g de cola, escombros y mezcla. El método de lixiviación utilizado para la determinación del consumo de ácido es por agitación y se sigue el procedimiento siguiente:

1. Se toma una muestra de 100 g de mineral.
2. En un vaso de precipitado 600 ml, preparar 300 ml de H₂SO₄ con 100 g/l (Concentración de ácido inicial).
3. Agregar la muestra en la solución ácida.
4. Agitar 8 horas.
5. Una vez terminada la agitación se filtra para obtener la solución para determinar concentración de ácido (concentración final) y sólidos lixiviados para análisis químicos.
6. Con la concentración inicial y final de la solución ácida determinamos el consumo de ácido.

Para el cálculo utilizamos la ecuación siguiente:

$$\text{Cons.H}_2\text{SO}_4 = (\text{Conc.InicialH}_2\text{SO}_4 - \text{Conc.FinalH}_2\text{SO}_4) * \text{VolumenH}_2\text{SO}_4 \quad (2.9.1)$$

Cons.H₂SO₄ : Consumo de ácido sulfúrico.

Conc. Inicial H₂SO₄ : Concentración inicial del ácido sulfúrico.

Conc.Final H₂SO₄ : Concentración final del ácido sulfúrico.

Volumen H₂SO₄ : Volumen de ácido sulfúrico utilizado en la lixiviación.

2.10 Cálculo de las extracciones.

Los cálculos de extracción fueron realizados según la expresión:

$$\xi_{Me} = \frac{\%Me_{\text{mineral}} - \%Me_{\text{cola}} * f}{\%Me_{\text{mineral}}} * 100 \quad (2.10.1)$$

ξ_{Me} : Extracción del metal del sólido (%)

$\%Me_{\text{mineral}}$: Contenido de metal en la mena inicial (%)

$\%Me_{\text{cola}}$: Contenido de metal en la mena lixiviada (%)

f : Factor de variación del elemento trazador.

2.11 Herramientas para el procesamiento de los resultados.

Para el procesamiento de los resultados se emplearon programas computacionales tales como:

Microsoft Office Excel 2007

En este programa se almacenó la información y programaron los cálculos.

Microsoft Statgraphics 5.1

Este es un software de estadística, el cual brinda bondades tales como: análisis de una muestra, comparación de dos muestras, muestras pareadas, muestras multiples, ajuste de curva, análisis de regresión simple, múltiple, polinomial, etc, soportado sobre Windows 9x y Windows NT, lo que resulta de fácil manipulación de los datos en otros programas.

2.12 Conclusiones del capítulo 2

- Se preparó y se montó una instalación para la experimentación a nivel de laboratorio.
- En la mineralogía de las colas la fase predominante es la Magnetita (Fe_3O_4), Maghemita (Fe_2O_3) y forsterita-fayalita ($\text{Mg}_2\text{SiO}_4\text{-(Fe}^{2+}\text{)}_2\text{SiO}_4$), sin embargo en los escombros son la Goethita (FeO(OH)) y Maghemita (Fe_2O_3).

CAPITULO 3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

3.1 Influencia de diferentes ácidos en la extracción del níquel y cobalto

Las pruebas de lixiviación se realizan sometiendo las colas, escombros y mezclas, bajo las mismas condiciones de temperatura (90 °C), relación L/S (3/1), concentración de ácido (100 g/l), tiempo de agitación (1 hora) y presión atmosférica, con los ácidos siguientes:

- Ácido clorhídrico. (HCl)
- Ácido nítrico. (HNO₃)
- Ácido sulfúrico. (H₂SO₄)

En la figura 3.1 se muestra los resultados de las extracciones de níquel y cobalto de las colas, mezclas y escombros con diferentes ácidos, bajo las mismas condiciones descritas anteriormente, observándose que las mayores extracciones de níquel y cobalto en las colas se alcanzan con el ácido sulfúrico, 41,2 y 48,6 % respectivamente, para las mezcla también con el ácido sulfúrico se logran las mayores extracciones, 23,1 % de Ni y 48,8 % de Co.

Para los escombros las mejores extracciones de níquel y cobalto se obtienen con el ácido clorhídrico, 18,5 y 40,7 %, respectivamente.

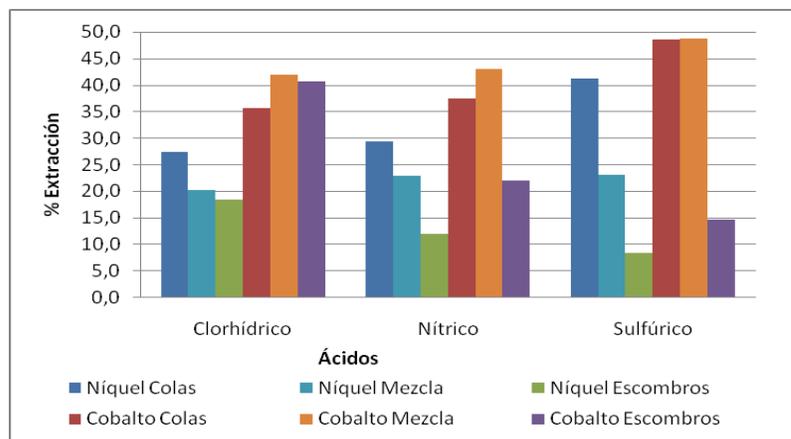


Figura 3.1 Extracción de níquel y cobalto en las colas, escombros y mezclas con diferentes ácidos.

Las mayores extracciones de níquel para cada ácido se logran en las colas y las menores para los escombros. Para el cobalto las mejores pertenecen a las mezclas y las menores para los escombros con los ácidos nítrico y sulfúrico, con el ácido clorhídrico las extracciones son superiores a las logradas en las colas.

3.2 Influencia de la temperatura en la extracción del níquel y cobalto

Se somete a un proceso de lixiviación ácida con ácido sulfúrico las colas, escombros y mezclas a diferentes temperaturas (30, 60 y 90 °C), con una relación L/S igual a 3/1, concentración del ácido de 40 g/l, 1 hora de agitación a una velocidad de 500 rpm y a presión atmosférica.

Como se observa en la figura 3.2 con el incremento de la temperatura las extracciones de níquel y cobalto aumentan en todos los minerales y los mejores resultados se logran en las colas y los más bajos en los escombros. La mayor

extracción de níquel alcanzada es de 35,3 % para las colas a 90 °C, y las más bajas para los escombros de 3,4 % a 30 °C.

Para el cobalto, también las extracciones se incrementan con el aumento de las temperaturas, pero con la diferencia que los mejores resultados se logran en las mezclas lográndose un valor máximo de 46,4 % a 90 °C, y el más bajo se obtiene en los escombros de 3,9 % a 30 °C.

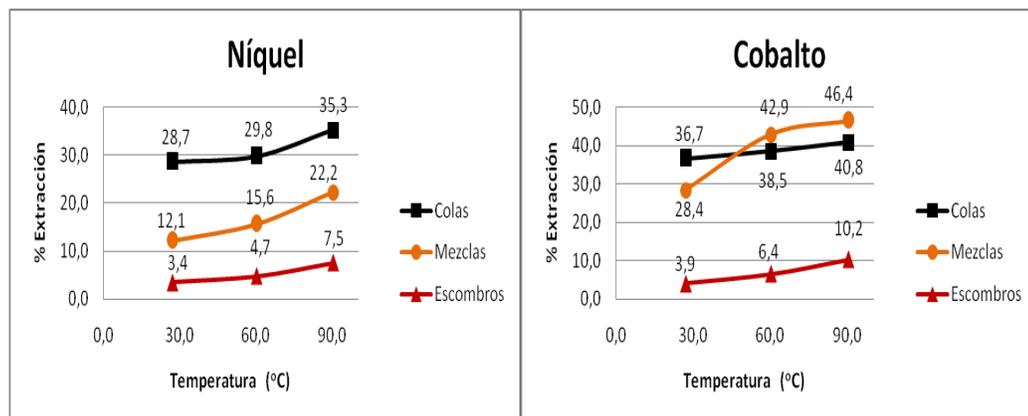


Figura 3.2 Extracción de níquel y cobalto a diferentes temperaturas en las colas, escombros y mezclas.

Las extracciones de cobalto son siempre superiores a las de níquel para cada mineral y temperatura.

3.3 Influencia de la concentración del ácido en la extracción de níquel y cobalto

La lixiviación ácida es con ácido sulfúrico a diferentes concentraciones (40, 70 y 100 g/l) a 90 °C, con una relación L/S igual a 3, 1 hora de agitación a una velocidad de 500 rpm y presión atmosférica.

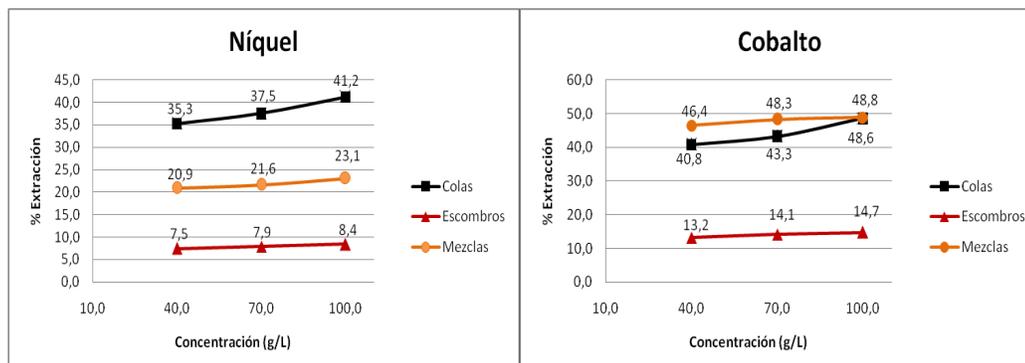


Figura 3.3 Extracción de níquel y cobalto a diferentes concentraciones de ácido sulfúrico en las colas, escombros y mezclas.

Como se muestra en la figura 3.3 las extracciones de níquel y cobalto se incrementan con el aumento de la concentración del ácido sulfúrico, para todos los casos, lográndose las mayores extracciones de níquel para 100 g/l en las colas, 41,2 % y las extracciones menores corresponden a los escombros de solo 7,5 % a 40 g/l.

Para el cobalto las extracciones más altas corresponden a las mezclas de 48,8 % para una concentración de 100 g/l y las más bajas para los escombros de solo 13,2 % para una concentración de 40 g/l. Las extracciones de cobalto son superiores a las de níquel para cada mineral y concentración.

3.4 Influencia de la relación líquido-sólido en la extracción de níquel y cobalto.

La lixiviación se realiza a 90 °C de temperatura, concentración del ácido a 40 g/l, 1 hora de agitación a una velocidad de 500 rpm y presión atmosférica. En la figura 3.4 se observa que las extracciones de níquel y cobalto se incrementan al aumentar la relación líquido sólido y los mejores resultados de extracción de Ni se logran para las colas, 37,6 % con una relación L/S igual a 5 y a esta misma relación se obtienen los mejores resultados del cobalto de 52,5 % pero para las mezclas. Y el valor más bajo lo alcanzan los escombros con una relación L/S igual a 1 de 1,6 y 8,7 % de Ni y Co respectivamente.

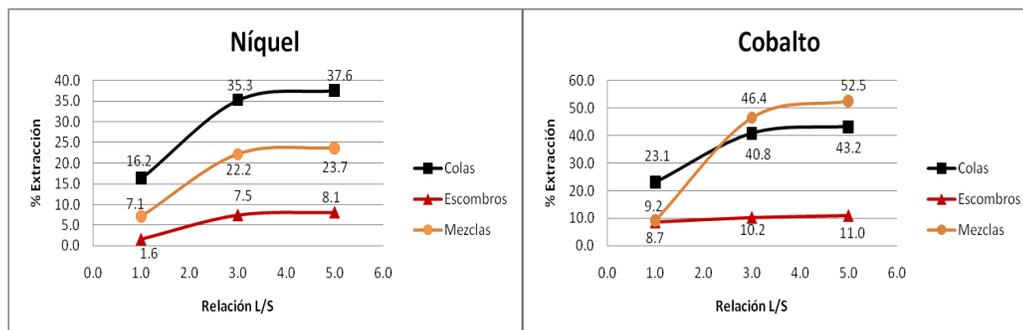


Figura 3.4 Extracción de níquel y cobalto a diferentes relaciones L/S en las colas, escombros y mezclas.

Las extracciones de cobalto son siempre superiores a las de níquel para cada mineral y relación líquido-sólido.

3.5 Influencia del tiempo sobre las extracciones de níquel y cobalto

En la figura 3.5 se presenta el comportamiento de la extracción de Ni y Co con el tiempo. Al cabo de 90 minutos de lixiviación, la extracción de níquel y cobalto

tienden a permanecer constante, a los 30 minutos en las colas (40 y 50 %, respectivamente), las mezclas a los 15 min el níquel alcanza valor de 18 % y luego tienen un ligero descenso hasta recuperarse, el cobalto a los 30 minutos la extracción alcanza valores de 41 %, y en los escombros las extracciones de níquel y cobalto alcanzan estabilidad a los 75 min (5,5 y 9,5 %, respectivamente). A partir de los 90 minutos las extracciones tienen pocas variaciones.

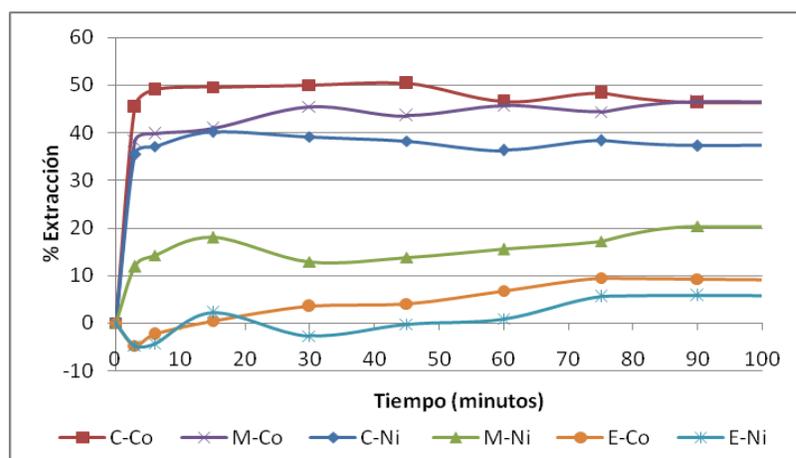


Figura 3.5 Efecto del tiempo en la lixiviación de las colas, escombros y mezclas. Condiciones experimentales: temperatura y presión atmosférica, velocidad de agitación 500 rpm, concentración del ácido sulfúrico 100 g/l, tiempo de lixiviación 100 min, relación L/S=3.

Es preciso destacar que el comportamiento de las extracciones en las mezclas con respecto a los resultados obtenidos en las colas y los escombros, con la mezcla al 50 %, se ha obtenido un resultado medio entre ambas, pero para el cobalto, en las mezclas no ocurre lo mismo, la extracciones se incrementan hasta alcanzar los valores de las colas y en la mayoría de los casos la supera.

Después de este análisis individual de la influencia del ácido, temperatura, concentración, relación L/S, velocidad de agitación y tiempo, vamos a ver la

interacción entre algunos factores para conocer si el comportamiento de las extracciones de Ni y Co, tienen la misma tendencia y comportamiento.

3.6 Diseño experimental DE1

3.6.1 Colas

El procesamiento estadístico del DE1, extracción de Ni y Co con tres ácidos a tres concentraciones, según la figura 3.6 donde se representan las medias de las extracciones, los mejores resultados de extracción de níquel y cobalto en las colas se obtienen con el ácido sulfúrico, las extracciones de níquel más bajas con el ácido nítrico y las de cobalto con el ácido clorhídrico. En la figura 3.7 se observa que para el mayor nivel de concentración (100 g/l) con el ácido sulfúrico, correspondiente al experimento 5, se alcanzan las mayores extracciones: 41,2 % de Ni y 48,6 % de Co.

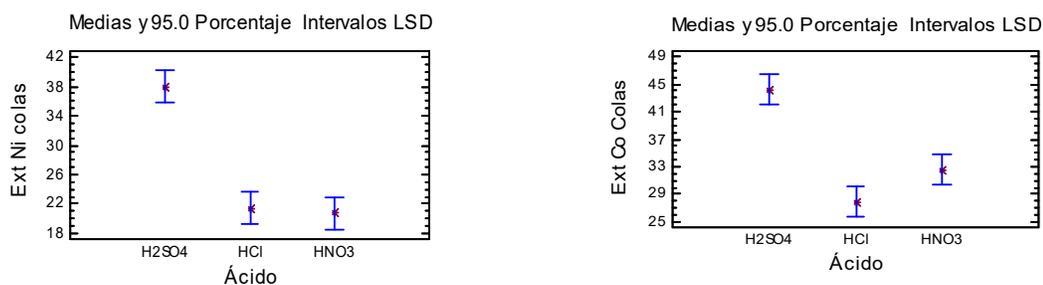
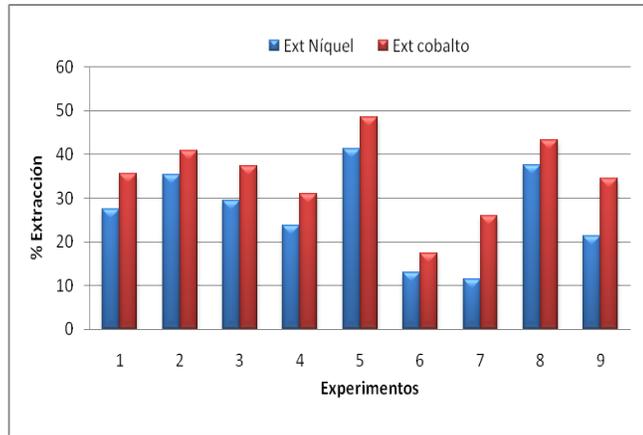


Figura 3.6 Diagrama de medias para la extracción de níquel y cobalto en las colas para diferentes ácidos y concentraciones.



1-HCl(100g/l). 2-H₂SO₄(40g/l). 3-HNO₃(100g/l). 4-HCl(70g/l). 5-H₂SO₄(100g/l). 6-HCl(40g/l). 7-HNO₃(40g/l). 8-H₂SO₄(70g/l). 9-HNO₃(70g/l).
 Figura 3.7 Extracción de níquel y cobalto en las colas con diferentes ácidos y concentraciones.

3.6.2 Escombros

El procesamiento estadístico del DE1, según la figura 3.8 donde se representan las medias, los mejores resultados de extracción de níquel en los escombros se logran con los ácidos nítrico y clorhídrico, para el cobalto con el ácido clorhídrico y la recuperación más bajas con el ácido sulfúrico para ambos elementos. En la figura 3.9 se observa que para el nivel superior de concentración (100 g/l) y con el ácido clorhídrico, correspondiente al experimento 1 se alcanzaron las máximas extracciones: 18,5 % de níquel y 40,7 % de cobalto.

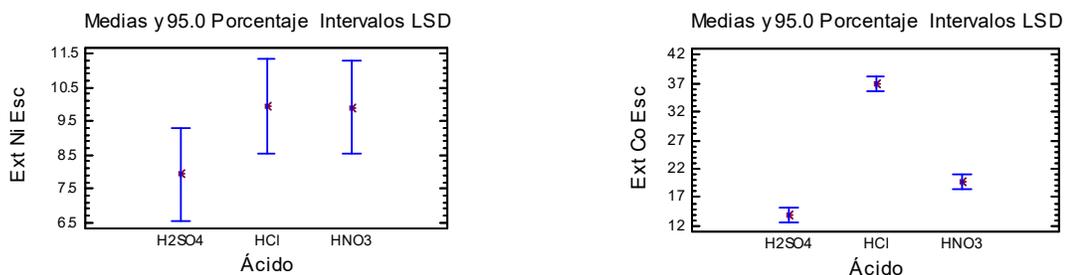
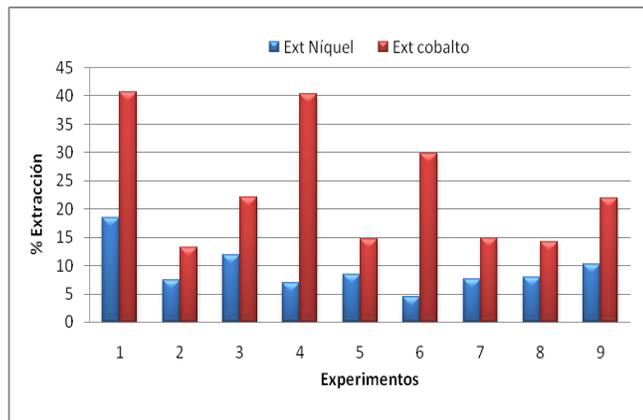


Figura 3.8 Diagrama de medias para la extracción de níquel y cobalto en los escombros para diferentes ácidos y concentraciones.



1-HCl(100g/l). 2-H₂SO₄(40g/l). 3-HNO₃(100g/l). 4-HCl(70g/l). 5-H₂SO₄(100g/l). 6-HCl(40g/l). 7-HNO₃(40g/l). 8-H₂SO₄(70g/l). 9-HNO₃(70g/l).
 Figura 3.9 Diagrama de barras para el porcentaje de extracción de níquel y cobalto

en los escombros con diferentes ácidos y concentraciones.

3.6.3 Mezclas

El procesamiento estadístico del DE1, según la figura 3.10 donde se representan las medias, los mejores resultados de extracción de níquel y cobalto en las mezclas se logran con el ácido sulfúrico y la recuperación más baja para el níquel con el ácido clorhídrico y para el cobalto con el ácido nítrico, en la figura 3.11 se observa que las mayores extracciones de níquel y cobalto es para el experimento 5 con el ácido sulfúrico a 100 g/l con 23,1 % y 48,8 % respectivamente.

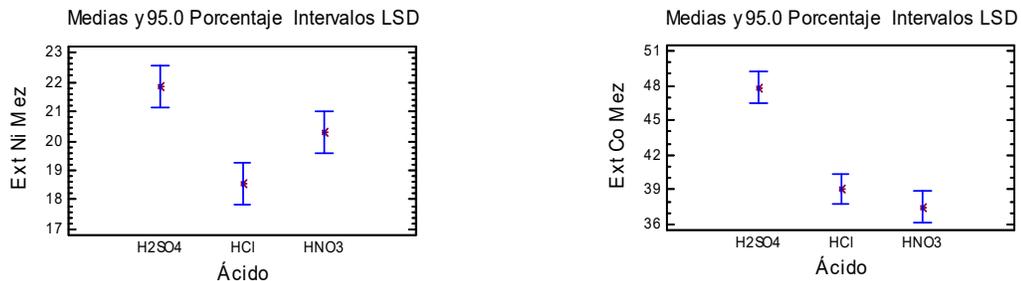
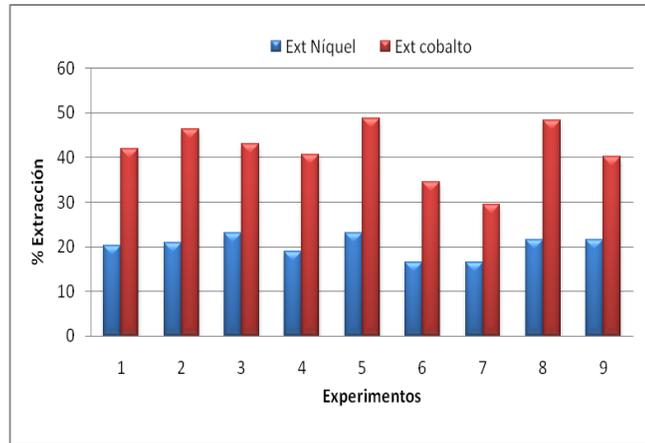


Figura 3.10 Diagrama de medias de la extracción de níquel y cobalto en las mezclas para diferentes ácidos y concentraciones.



1-HCl(100g/l). 2-H₂SO₄(40g/l). 3-HNO₃(100g/l). 4-HCl(70g/l). 5-H₂SO₄(100g/l). 6-HCl(40g/l). 7-HNO₃(40g/l). 8-H₂SO₄(70g/l). 9-HNO₃(70g/l).
 Figura 3.11 Diagrama de barras para el porcentaje de extracción de níquel y cobalto en las mezclas con diferentes ácidos y concentraciones.

En la tabla 3.1 se observa que los mejores resultados de extracción promedio y máxima de níquel y cobalto en las colas y mezclas se obtienen con el ácido sulfúrico a una concentración de 100 g/l y para los escombros las más altas se obtienen con el ácido clorhídrico también a 100 g/l, pero en todos los casos las extracciones más bajas son las perteneciente a los escombros.

Tabla 3.1 Extracciones promedios y máximas de Ni y Co en colas y mezclas con ácido sulfúrico y escombros con ácido clorhídrico.

Mineral	Extracción Ni(promedio)	Extracción Co (promedio)	Extracción Ni (máxima)	Extracción Co (máxima)
Colas	41,2	48,6	43,4	50,7
Escombros	18,5	40,7	18,9	41,1
Mezclas	23,1	48,8	23,5	49,6

3.7 Diseño experimental DE2

3.7.1 Colas

Para la extracción de níquel y cobalto en las colas variando la concentración del ácido sulfúrico y la temperatura, en la figura 3.12 se muestran los resultados promedio de las extracciones. En las condiciones del experimento 2 donde la temperatura es de 90 °C, y la concentración 100 g/l es donde se alcanzan las máximas extracciones: 41,2 % de Ni y 48,6 % de Co.

Después del procesamiento estadístico la salida muestra los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre extracción de Ni en las colas y las 2 variables independientes, concentración y temperatura.

La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Ni Colas} = 22,4151 + 0,132778 * \text{Conc.} + 0,0724868 * \text{Temp.} \quad (3.1)$$

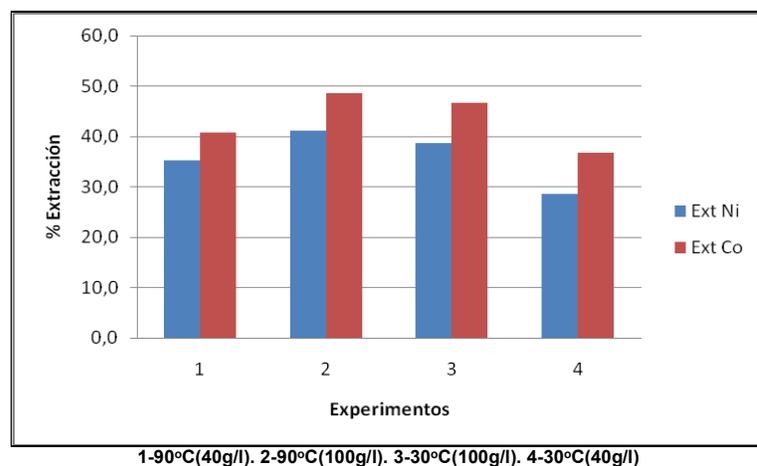


Figura 3.12 Diagrama de barras para el porcentaje de extracción de níquel y cobalto en las colas variando la concentración del ácido y la temperatura.

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,01, existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 87,0588 % de la variabilidad de las extracción de Ni en las colas.

Para el cobalto los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre Extracción de Co en las colas y las 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Co colas} = 30,0266 + 0,148056 \cdot \text{Conc.} + 0,0478836 \cdot \text{Temp.} \quad (3.2)$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,01, existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 88,3233 % de la variabilidad de las extracciones del Co en las colas.

3.7.2 Escombros

Para los escombros en la figura 3.13 se muestran los resultados de extracción de Ni y Co, en el experimento 2 que corresponden a los niveles superiores de las variables se obtiene la máxima extracción de Ni de 6,7 %, y la de cobalto se obtiene en el experimento 1 correspondiente al nivel máximo de temperatura, 90 °C, y al mínimo de concentración, 40 g/l, de 14,8 %.

Luego del procesamiento estadístico se obtiene que la salida muestra los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre la extracción del Ni en los escombros y 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Ni Escombros} = 2,73532 + 0,0336111 * \text{Conc.} + 0,00661376 * \text{Temp.} \quad (3.3)$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es mayor o igual a 0,10; no existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 90 % o superior. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 33,796 % de la variabilidad en la extracción de Ni en los escombros.

Para el cobalto la salida muestra los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre la extracción de cobalto en los escombros y 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Co Escombros} = 4,32222 - 0,00555556 * \text{Conc.} + 0,0925926 * \text{Temp.} \quad (3.4)$$

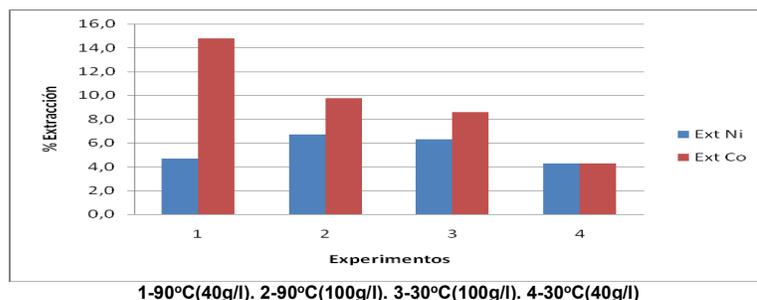


Figura 3.13 Diagrama de barras para el porcentaje de extracción de níquel y cobalto en los escombros variando la concentración del ácido y la temperatura.

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,05; existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 95 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 52,3576 % de la variabilidad de las extracciones de Co en los escombros.

3.7.3 Mezclas

En la figura 3.14 se muestran los resultados de extracción de Ni y Co y en el experimento 2 que corresponden a los niveles superiores de las variables (90 °C y 100 g/l) se obtiene la máxima extracción de Ni y Co: 23,1 % y 48,8 %.

Con el procesamiento estadístico de los datos la salida muestra los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre la extracción de Ni en las mezclas y 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Ni Mezcla} = 8,3373 + 0,0872222 * \text{Conc.} + 0,0910053 * \text{Temp.} \quad (3.5)$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,01; existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 69,5331 % de la variabilidad de las extracciones de Ni en las mezclas.

Para el cobalto la salida muestra los resultados del ajuste a un modelo de regresión lineal múltiple para describir la relación entre la extracción de cobalto en las mezclas y 2 variables independientes. La ecuación del modelo ajustado es:

$$\text{Ext. Co Mezclas} = 21,25 + 0,181667 \cdot \text{Conc.} + 0,151852 \cdot \text{Temp.} \quad (3.6)$$

Dado que el p-valor en la tabla ANOVA es inferior a 0,01; existe relación estadísticamente significativa entre las variables para un nivel de confianza del 99 %. El estadístico R-cuadrado indica que el modelo explica un 73,8756 % de la variabilidad de las extracciones de Co en las mezcla.

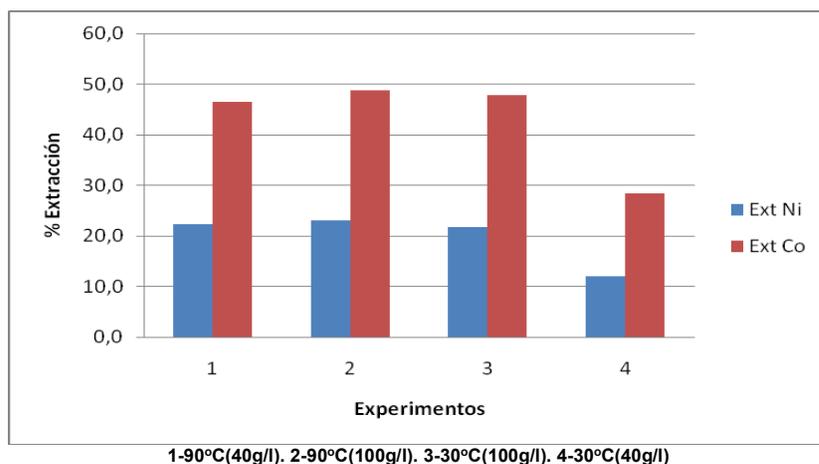


Figura 3.14 Diagrama de barras para el porcentaje de extracción de níquel y cobalto en los mezcla variando la concentración del ácido y la temperatura.

En todas la ecuación de modelo ajustado del DE2 existe relación estadísticamente significativas entre las variables temperatura y concentración del ácido para un

nivel de confianza superior al 95 % con excepción de la extracción de Ni en los escombros.

3.8 Consumo de ácido sulfúrico

Con el objetivo de determinar el consumo de ácido sulfúrico de las colas, escombros y mezcla de ellos, se ha definido una prueba estándar de lixiviación, que permite el comportamiento de estos minerales con la adición de ácido.

Esta prueba de lixiviación estándar consiste en tomar 100 g de mineral durante 8 horas de forma que nos indique la máxima recuperación posible y el consumo aproximado de ácido.

En la tabla 9 se observa que las colas son las que mayor consumo específico presenta, 145,4 kg de ácido sulfúrico por tonelada de cola procesada, como las extracciones son superiores a los escombros y mezclas el consumo específico de ácido sulfúrico por Ni+Co extraído es el menor; 67,9 tonelada de ácido sulfúrico por tonelada de Ni+Co extraído. Los escombros tienen el más bajo consumo específico de 39,5 kg de ácido sulfúrico por tonelada de escombros procesados y como las extracciones son las más bajas el más alto consumo 192,6 toneladas de ácido por cada tonelada de Ni+Co extraída.

El consumo de las mezclas es de 142,9 kg/t de mineral procesado y de 131,1 kg/t de níquel+cobalto extraída.

Tabla 3.2 Consumo específico de ácido.

Mineral	Licor inicial C(H ₂ SO ₄) (g/L)	Licor final C(H ₂ SO ₄) (g/L)	Acido suminis- trado (L)	Consumo de H ₂ SO ₄ (g)	Cons. Esp. kg/t min	Extracción %		Cons. Esp. t H ₂ SO ₄ /t Ni+Co extraído
						Ni	Co	
Cola	100,0	49,0	0,285	14,5	145,4	41,6	45,9	67,9
Escombros	100,0	86,1	0,285	4,0	39,5	3,10	4,40	192,6
Mezcla	100,0	49,9	0,285	14,3	142,9	17,7	40,9	131,1

Condiciones experimentales: Concentración del ácido: 100 g/l, temperatura y presión ambiente, relación L/S: 3, velocidad de agitación: 500 rpm, tiempo: 8 horas.

3.9 Conclusiones del capítulo 3

- Las mayores extracciones de Ni y Co en las colas y mezclas se obtienen con ácido sulfúrico y las de los escombros con ácido clorhídrico.
- La lixiviación con ácido sulfúrico del níquel y cobalto para las colas y mezclas se incrementa con el tiempo hasta alcanzar sus valores máximos a los 30 minutos y para los escombros se incrementa con el tiempo hasta alcanzar sus valores máximos a los 75 minutos a temperatura y presión ambiental, concentración del ácido de 100 g/L, relación L/S igual a 3 y velocidad de agitación de 500 rpm.
- Las mayores extracciones de níquel (41,2 %) y cobalto (48,6%) en las colas se obtienen con una relación L/S=3, 90 °C, concentración del ácido sulfúrico de 100 g/L, en 1 hora con velocidad de agitación de 500 rpm y presión atmosférica.
- Las mayores extracciones de níquel (18,5 %) y cobalto (40,7 %) en los escombros se obtienen con una relación L/S=3, 90 °C, concentración del ácido clorhídrico de 100 g/L, en 1 hora con 500 rpm en el agitador y presión atmosférica.

- Las mayores extracciones de níquel (23,7 %) y cobalto (52,5 %) en las mezclas se obtienen con una relación L/S=5, 90 °C, concentración del ácido sulfúrico de 40 g/L, en 1 hora con 500 rpm en el agitador y presión atmosférica.
- En todos los caso la extracción de Ni y Co de los escombros es inferior a las alcanzadas en las colas y las mezclas.
- Las extracciones de Co son siempre superiores a las de níquel para cada mineral y bajo las mismas condiciones.
- Los escombros son los mayores consumidores de ácido sulfúrico por Ni+Co extraído.

CONCLUSIONES

1. Las extracciones de níquel de las mezclas al 50 % tiene un comportamiento medio entre los valores obtenidos en las colas y escombros de forma individual.
2. Las extracciones de cobalto de las mezclas al 50 % son iguales o superiores en la mayoría de los casos a las extracciones alcanzadas por las colas en forma individual, por lo tanto la adición de colas a los escombros puede ser una alternativa para aumentar la recuperación de cobalto en los escombros.

RECOMENDACIONES

1. Continuar el estudio de la lixiviación ácida de las mezclas de colas y escombros para la extracción de especies metálicas, evaluando condiciones que favorezcan el proceso de recuperación y que reduzcan el consumo de reactivos, lo cual es decisivo desde el punto de vista económico y medioambiental.
2. Realizar estudios de otros métodos alternativos de lixiviación para minerales de baja ley como la lixiviación en pilas.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Ariza, S. B.; Salazar, Y.I.; Capote, N. F. Lixiviación química de las colas producto del proceso carbonato-amoniaco con ácidos orgánicos, en *Tecnología Química*, Vol. XXIV, No. 3, 2004, pp. 32-37.
2. Ballester, A.; Bruguera, N.; Rodríguez, J. y Coto, O. Recuperación del cobalto mediante la lixiviación con ácido tartárico de una mena laterítica fuera de balance cubana. *Revista de Metalurgia. Rev. Metal Madrid* Vol. Extr. (2005) 35V354.
3. Beltrán, Y.; Penedo, M. y Falcón J. Análisis de la extracción y selectividad en la lixiviación de lateritas fuera de balance con ácido piroleñoso y sus mezclas con ácido sulfúrico, *Revista Tecnología Química* Vol. XXX, No. 1, 2010.
4. Bustamante, M., Samalea, G., Jiménez, J. Estudio preliminar de la lixiviación de las colas de Nicaro con disoluciones ácidas de HCl y H₂SO₄. *Revista cubana de Química*. Vol. XIX, Nº 3, 2007.
5. Capote, N. F; Ariza, S.M.B.; Hernández, C. F. Panorama y estado actual de la biolixiviación de minerales oxidados para la extracción de níquel y cobalto, en *Tecnología Química*, Vol. XXIV, No. 2, 2004, pp. 37-45.
6. Carlson, E. y Simons, C. Pressure leaching of nickeliferous laterites with sulphuric acid. *Extractive Metallurgy of nickel and cobalt* (ed. P. Queneau) Interscience. N. York, 363-397. 1961.
7. Cruz, D. V. Lixiviación ácida de los concentrados de los residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniaco "René Ramos Latour". Trabajo de Diploma [ISMM], Moa, Cuba. 2012.

8. De la Rosa, A. Lixiviación ácida del concentrado magnético de una muestra de cola de la empresa "René Ramos Latour". Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa, "Dr. Antonio Núñez Jiménez", Moa, Holguín. 2012.
9. Fernandez, E. Estudio preliminar de la lixiviación ácida de los residuos sólidos de la lixiviación alcalina de las lateritas, en Minería y Geología. Vol. 1, No. 1, 1992.
10. Ferreiro, G., et al: Tratamiento previo de los escombros lateríticos del yacimiento Atlantic de Moa como paso inicial de una nueva tecnología en perspectivas. Revista Tecnología Química. Vol XXVI, No.1. 2006.
11. Ferreiro, Y.; Santiesteban, E.; Leyva E.; Leyva, O.; Machado, M."Evaluación experimental de la recuperación del cobalto con ácido orgánico a partir de las colas de la Empresa René Ramos Latour de Nicaro". Revista Tecnología Química. 2006, Vol. XXVI, No. 2, p. 76-82.
12. García, E.; Palacios, A.; Rodríguez, M. y Hernández, Y. Lixiviación ácida de residuales sólidos de la tecnología carbonato amoniacal. Revista Minería y Geología / v.29 n.1 / enero-marzo / 2013 / p. 17-28 ISSN 1993 8012.
13. Giraldo, G. O; Penedo, M.M.; Falcón, J. H; Ariza, S.B. Comportamiento de la extracción y selectividad de níquel y cobalto de colas amoniacales con ácido piroleñoso de bagazo de caña. Revista Tecnología Química, Vol. XXX, No. 2, pp. 58-66. 2010.
14. Guzmán, Daniel. Lixiviación de níquel y cobalto de las colas amoniacales con mezclas de ácido acético y ácido sulfúrico. Trabajo de Diploma. Universidad de Oriente, Santiago de Cuba. 2011.

15. Hernández B. M. Holguín puede impulsar crecimiento económico.
<http://www.opciones.cu/cuba/2012-03-22/holguin-puede-impulsar-crecimiento-economico/> [Consulta: 06 enero 2016].
16. Loyola, O.; Beyris, P.; Palacios, A. y Correa, Y. Comportamiento de las colas del proceso Caron (Moa) ante la intensidad de un campo magnético. Revista Minería y Geología. V.30 No.3 /julio-septiembre/ 2014/p.104-116 ISSN 1993 8012.
17. Madrazo, F. y otros. Análisis de los impactos negativos generados por la actividad minero-metalúrgica en la zona de Santa Lucía. Revista Científica Avances. CIGET Pinar del Río Vol.11 No.2 abril-junio 2009.
18. Marín, D. y García, U. Lixiviación de las colas del Proceso Carbonato Amoniacal con ácido sulfúrico y sulfato de Fe II como agente reductor, Trabajo de Diploma. Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa, "Dr. Antonio Núñez Jiménez", Moa, Holguín. 2006.
19. Mushinga, A. Recuperación de cobalto de los escombros lateríticos por lixiviación ácida. Ciencia & Futuro V.2 No.4 Año 2012
20. Palacios Rodríguez, A. M. "Recuperación de cobalto por medio de la lixiviación ácida de los escombros lateríticos". Tesis en opción al grado de científico de Doctor en Ciencias Técnicas. Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa, Holguín, Cuba. 2001
21. Palacios Rodríguez, A. y García Peña, E. "Extracción de cobalto mediante lixiviación ácida de los escombros lateríticos". V Congreso cubano de minería, 2013.

22. Palacios, A. y García, E. Extracción de cobalto de escombros lateríticos mediante lixiviación ácida. Revista Minería y Geología. V.30 N.2 /abril-junio/2014/ p.73-86 ISSN 1993 8012.
23. Pelegrín, P., Mosqueda, A. Lixiviación ácida de los nódulos marinos polimetálicos a altas temperaturas y presiones en presencia de colas amoniacales. Tecnología Química Vol. XXVI, No. 1, 2006.
24. Penedo, M. y otros. Extracción de níquel y cobalto de colas del proceso CARON aplicando líquidos de pirólisis. 2005. http://pendientedemigracion.ucm.es/info/biohidro/Informe_Margarita%20Version%20final.pdf [Consulta: 12 enero 2016].
25. Penedo, M.; Maury, E.; Giralt, G., Ariza, S.; Sánchez, A. y Falcón, J. Lixiviación de las colas del proceso Caron con lixivante orgánico: ácido acético y ácido piroleñoso. Revista Tecnología Química Vol. XXVIII, No. 3, 2008.
26. Penedo, M.; Serret, N.; Milán, J.; Ariza, S. y Falcón, J. Lixiviación a escala de banco de las colas de la tecnología carbonato amoniacal con ácido piroleñoso de bagazo de caña. Revista Tecnología química Edición Especial, 2009.
27. Ponce, N y otros, 1979. Composición sustancial del yacimiento artificial “colas de Nicaro”. Revista: La Minería en Cuba, Vol. 5, N 0 3, MINBAS.
28. Rodríguez, R. Revista El níquel en Colombia, Unidad de Planeación Minero Energética – UPME, noviembre 2009. http://www.ecured.cu/Industria_Minera_%28Cuba%29

29. Samalea Martínez G. y otros. Lixiviación de las colas viejas de la tecnología Carbonato Amoniacal en medio ácido con SO_2 y H_2SO_3 . Informe Técnico. 1996.
30. Urgellés, Dennis. Cinética de la lixiviación de las colas de la tecnología carbonato-amoniaca para la extracción de cobalto. Revista Instituto Superior Minero Metalúrgico (Cuba). Ciencia & Futuro V. 4 No. 4 Año 2014. ISSN 2306-823X.
31. Valdivia García, G. y otros. Actualización del conocimiento mineralógico de menas lateríticas y residuos sólidos de las industrias niquelíferas cubanas. Memorias de la V Convención Cubana de Ciencias de la Tierra. GEOCIENCIAS'2013. ISSN 2307-499X. La Habana. Abril 2013.

ANEXOS

Tabla 1. Extracción de Ni y Co al adicionar colas a serpentina.

Cola adicionada a la serpentina (% en la mezcla)	Extracción (%)	
	Níquel	Cobalto
0	47	19
20	54	50
30	54	59
50	62	54
75	74	50
100	69	51

Colas (0,29 % Ni, 0,084 % Co y 48 % Fe) y serpentinas (1,33 % Ni, 0,016 % Co y 7,8 % Fe)

Tabla 2. Extracción de Ni y Co al adicionar escombros a serpentina.

Cola adicionada a la serpentina (% en la mezcla)	Extracción (%)	
	Níquel	Cobalto
0	48	21
20	56	44
40	64	64
60	74	64
80	80	65
100	83	71

Tabla 3. Matriz experimental codificada DE1.

No	Bloque	Ácidos	Concentración (g/l)
1	1	-1	1
2	1	1	-1
3	1	0	1
4	1	-1	0
5	1	1	1
6	1	-1	-1
7	1	0	-1
8	1	1	0
9	1	0	0
10	2	0	0
11	2	1	-1
12	2	-1	0
13	2	-1	1
14	2	1	1
15	2	1	0
16	2	-1	-1
17	2	0	1
18	2	0	-1
19	3	-1	0
20	3	0	-1
21	3	0	0
22	3	1	-1
23	3	-1	1
24	3	0	1
25	3	-1	-1
26	3	1	0
27	3	1	1

Tabla 4. Matriz real de experimentación DE1.

No	Bloque	Ácidos	Concentración (g/l)
1	1	HCl	100
2	1	H ₂ SO ₄	40
3	1	HNO ₃	100
4	1	HCl	70
5	1	H ₂ SO ₄	100
6	1	HCl	40
7	1	HNO ₃	40
8	1	H ₂ SO ₄	70
9	1	HNO ₃	70
10	2	HNO ₃	70
11	2	H ₂ SO ₄	40
12	2	HCl	70
13	2	HCl	100
14	2	H ₂ SO ₄	100
15	2	H ₂ SO ₄	70
16	2	HCl	40
17	2	HNO ₃	100
18	2	HNO ₃	40
19	3	HCl	70
20	3	HNO ₃	40
21	3	HNO ₃	70
22	3	H ₂ SO ₄	40
23	3	HCl	100
24	3	HNO ₃	100
25	3	HCl	40
26	3	H ₂ SO ₄	70
27	3	H ₂ SO ₄	100

Tabla 5. Matriz experimental codificada DE2.

No	Bloques	Temperatura (°C)	Concentración (g/l)
1	1	1	-1
2	1	1	1
3	1	-1	1
4	1	-1	-1
5	2	1	-1
6	2	1	1
7	2	-1	1
8	2	-1	-1
9	3	1	-1
10	3	1	1
11	3	-1	1
12	3	-1	-1

Tabla 6. Matriz real de experimentación DE2.

No	Bloques	Temperatura (°C)	Concentración (g/l)
1	1	90	40
2	1	90	100
3	1	30	100
4	1	30	40
5	2	90	40
6	2	90	100
7	2	30	100
8	2	30	40
9	3	90	40
10	3	90	100
11	3	30	100
12	3	30	40

