

INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
FACULTAD METALÚRGIA ELECTROMECAÁNICA

TRABAJO DE DIPLOMA

TEMA: Estudio de la oxidación de los compuestos no saturados de azufre.

DIPLOMANTES: Luis Ballester Labrada
Gladys Quintana Reyna

TUTOR: Ing. Raquel Hernández

Luis
Quintana
Raquel

Nicaró 1989
"AÑO 31 DE LA REVOLUCIÓN"

DEDICATORIA

A nuestros queridos padres y hermanos, fuentes
constantes de inspiración en nuestros estudios
y proyecciones futuras.

A la maravillosa obra de nuestra Revolución, -
sin la cual no hubiera sido posible la realiza
ción de este trabajo y quien cada día pone ma-
yor esmero en la formación de verdaderos profe
sionales.

Luis y Gladys

AGRADECIMIENTO

Llegue nuestro mayor agradecimiento a todos los que de una forma u otra contribuyeron a la realización de este trabajo y en especial al valioso colectivo de trabajadores de la Planta Piloto perteneciente a la empresa "Cmdte. René Ramos Latour".

Agradecimiento eterno a la inmortal obra de -
nuestra Revolución, inagotable forjadora de los profesionales de hoy y de mañana.

Í N D I C E

<u>Contenido</u>	<u>Página</u>
. Resumen	
. Objetivos	
Capítulo I - INTRODUCCIÓN	
1.1 Aspectos teóricos	2
1.2 Breve reseña histórica de la Empresa "Comandante René Ramos Latour. .	5
1.3 Flujo tecnológico de la empresa "Comandante René Ramos Latour".	9
Capítulo II - TECNOLOGIA DE OBTENCION DEL CARBONATO BASICO DEL NIQUEL PURIFICADO	24
2.1 Producción de polvo metálico de níquel a partir del carbonato básico - de níquel purificado	28
2.2 Otros procesos de obtención de polvo metálico de níquel	34
Capítulo III - DESARROLLO DEL FLUJO . . .	58
3.1 Análisis de los resultados	60
. Conclusiones	63
. Recomendaciones.	64
. Bibliografía	65
. Anexos	66

OBJETIVOS

Encontrar un esquema que permita la oxidación de los compuestos no saturados de azufre en la pulpa de carbonato básico de níquel, lo cual permitirá la producción de polvo de níquel metálico de elevada pureza.

RESUMEN

Se presenta el estudio de un método para la oxida
ción de los compuestos de azufre ($S_2O_3^{2-}$) en la -
pulpa de carbonato básico de níquel; los cuales -
afectan la calidad de los productos de níquel, -
dentro de los cuales se encuentra el polvo metáli
co de elevada pureza, que se obtiene por la reduc
ción con hidrógeno a presión a partir de solucio-
nes sulfatos amoniacaes.

Se hace una valoración de la influencia de varios
factores en el proceso de oxidación de los compues-
tos no saturados de azufre llegándose a comprobar
que en presencia de carbonato de sodio (Na_2CO_3) y
a presión y temperatura moderados es posible lo--
grar la eliminación total de dichos compuestos, -
los que pasan a la forma de sulfato y posterior--
mente son separados del carbonato básico de níquel
por un sistema de lavado en tres etapas.

También se hace un análisis estadístico de regre-
sión correlación a través del cual se logra obte-
ner las ecuaciones que rigen el proceso de oxida-
ción llevado a efecto.

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

En nuestro país desde hace algunos años se invierten fuerzas y recursos en el estudio o ajustes de tecnologías que permitan diversificar la producción de Ni+Co. Estos esfuerzos encaminados a lograr un incremento en la diversificación de tales productos, también persiguen como objetivo esencial un aumento de la calidad de los mismos, factores que devienen de forma directa en mayores ingresos, fundamentalmente en moneda libremente convertible.

Un producto de alta demanda en el mercado internacional lo constituyen el polvo de níquel metálico y los briquetos de níquel, lo cual deben fundamentalmente a sus diversos usos y aplicaciones.

en la empresa Cmdte. René Ramos Latour se estudia actualmente, a nivel de planta Piloto, la obtención de polvo metálico de níquel por reducción con hidrógeno a presión y temperaturas elevadas y una de las operaciones fundamentales, la constituye la oxidación de los compuestos no saturados de azufre presentes en el carbonato básico de níquel, ya que estos elementos contaminan el producto final, limitando considerablemente sus aplicaciones, siendo el azufre una impureza nociva.

Industrialmente la tecnología que se aplica con esta finalidad, incluye la oxidación de las soluciones sulfato diamino de níquel que son preparados a partir del carbonato.

Este proceso se lleva a efecto en autoclaves a elevadas temperaturas y presiones de oxígeno de 25 bar (2,499 KPa).

En Nicaro se ha estado empleando para este fin carbonato básico de níquel purificado, el cual se le oxidaron los compuestos no saturados de azufre en un paso previo a la destilación es decir, al licor después de la separación del cobalto. En el desarrollo de este informe se detalla el proceso tecnológico de obtención.

Como una nueva variante, buscando un mayor aprovechamiento de las instalaciones existentes, así como tratando de encontrar una mayor y mejor utilización del carbonato de sodio, que se emplea en el proceso, es que se estudia esta nueva tecnología.

1.1 Aspectos teóricos. Oxidación de los compuestos no saturados de azufre.

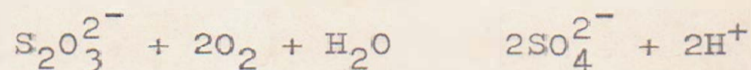
La química de este importante paso, es esencialmente la del proceso de la Sherritt Gordon. La diferencia principal entre ambos procesos radica en la ausencia de sulfamato de amonio en las soluciones preparadas para la lixiviación del precipitado granular de Nicaro, lo cual hace innecesario el paso de la hidrólisis a elevada temperatura que la Sherritt Gordon tiene que realizar para transformar sulfamatos a sulfatos.

La oxidación persigue como objetivo fundamental la

transformación de iones no saturados de azufre, tales como tiosulfatos a sulfatos. Si se permite la permanencia en la solución de los compuestos no saturados de azufre, podrían durante la reducción del níquel, reaccionar con éste para precipitar sulfuro de níquel, el cual contaminaría el producto final.

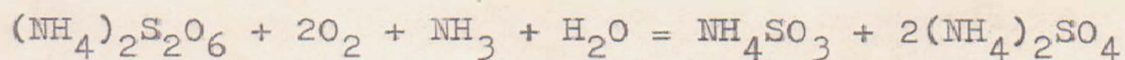
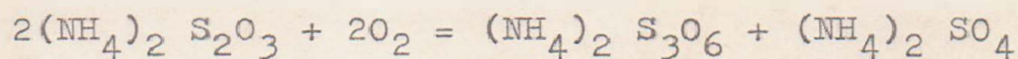
Estos son eliminados calentando la solución a 408,66-436,44 K con una sobrepresión de aire de forma que la presión total es de 3 447,38-4 826,33 KPa.

La reacción que se verifica es la siguiente:



Oxidación en autoclave

En el autoclave (fig 1) tiene lugar la oxidación de los compuestos no saturados de azufre, es decir, se transforman los iones tiosulfato hasta sulfato, que como se ha comprobado es una forma termodinámicamente más estable y permite eliminar el azufre, lo cual podemos representar en las siguientes reacciones:

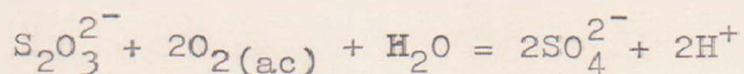


El posible mecanismo del proceso de oxidación está representado por:

1) Disolución del oxígeno

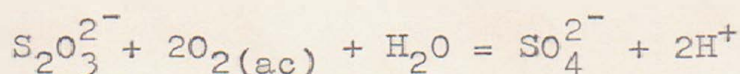


2) Reacción electroquímica de oxidación



La etapa (1) constituye un proceso netamente difusivo, mientras la etapa (2) representa su forma global, toda una serie de posibles caminos:

Según un estudio experimental, donde se asumen ambas etapas como una sola, o sea:



La ecuación cinética diferencial obtenida fue la siguiente:

$$-dcS_2O_3^{2-} = 2.0816 \cdot 10^8 \frac{-18 \cdot 219}{RT} PO_2 \cdot CS_2O_3^{2-} 0,85$$

integrando entre $t_2 = t$ y $t_1 = 0$; $C_2 = 0$ y $C_1 = 0$

Donde: t - tiempo requerido para la total oxidación

C_0 - concentración inicial de tiosulfato por litro.

Tenemos:

$$t = 3,203 \cdot 10^{-8} \frac{18 \cdot 219}{RT} PO_2^{-1,08} \cdot C_0^{0,15}$$

Sin embargo, es sabido que la oxidación del tiosulfato transcurre a través de la formación de politionatos y sulfatos entre otros.

También el licor tiene aminos de hierro y manganeso; durante la oxidación los aminos ferrosos pasan a óxido férrico y ~~los aminos~~ de manganeso a bióxido de manganeso que se eliminan mediante la filtración del licor.

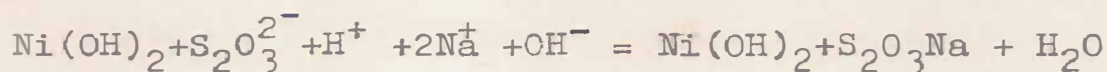
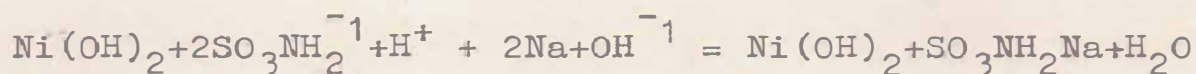
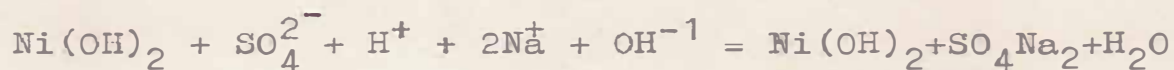
Algunas investigaciones se refieren a la influencia del MNO_2 como catalizador de la oxidación, al igual que la de los óxidos formados sobre los métodos en contacto con la solución de tiosulfato.

Dentro del autoclave ocurre también la hidrólisis - del sulfanato.

Adición de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3)

La adición del carbonato de sodio tiene la función de ligar los iones de azufre al sodio formando compuestos de gran solubilidad.

Las ecuaciones principales son:



1.2 Breve reseña histórica de la empresa "Cmdte. René Ramos Latour"

El descubrimiento de la existencia de mineral laterítico en Cuba, se remonta a épocas bien lejanas y ya por los años 1880 y 1890 se registraron las primeras denuncias de los mismos en la zona norte de la región oriental de nuestro país.

En 1904 la "Compañía de hierro Hispano-Americana" - confeccionó un informe que revelaba la presencia de minerales ferruginosos en la zona de Pinares de Ma-

mayarí, más tarde en 1905, se descubrió este tipo de mineral en los alrededores del río Levisa; y se cree que fue en 1906 cuando se produjo el descubrimiento del yacimiento de Moa, junto a esta compañía participaron otras empresas estadounidenses. A la compañía Hispano Americana sólo le interesaba la explotación del hierro para obtener acero frágil (acero mayarí) y extrajo extraordinarios volúmenes de mineral entre 1904 y 1919, los que se enviaron a los EE.UU; - pero a partir de esa fecha se suspendió la exportación del mineral por no disponerse de una tecnología adecuada en su elaboración metalúrgica, especialmente, por el contenido de níquel, no obstante se continuaron los trabajos de investigación.

Así en Lengua de Pájaro, situada en la costa norte de la antigua provincia oriental, se encontró que en la serpentina existente debajo de la capa laterítica, el contenido de níquel era mayor. Este lugar pasaría a ser conocido posteriormente como Nicaro, debido a que allí sentó sus feudos la Nicaro Nickel Co. y donde radica hoy la empresa Cmdte. René Ramos Latour, - perteneciente al Ministerio de la Industria Básica. Esta empresa comenzó a construirse en 1942, a iniciativas del gobierno de los Estados Unidos, arbores de la II Guerra Mundial y dada la necesidad de materiales estratégicos para la industria bélica, - así como por la enorme importancia del níquel en la elaboración de aceros especiales de alta calidad y

un año más tarde producía a plena capacidad.

En 1947, cesan las operaciones de dicha empresa, - quedando un reducido grupo de trabajadores encargados del mantenimiento y reparación de la misma.

A consecuencia de la escalada bélica de los Estados Unidos en Corea, el gobierno decidió poner en explotación nuevamente la industria del níquel en Nicaro, poniéndose en marcha en 1952.

En 1954 se inició la rehabilitación de la fábrica, - ampliándose esta en un 43%. Las operaciones de la fábrica se mantuvieron permanentemente bajo el mando de una compañía norteamericana y del gobierno de EE.UU.

En 1959 tiene lugar el histórico triunfo de nuestra Revolución, al tiempo que se libraban los obreros - de esta industria, de las garras imperialistas.

En 1960, la empresa fue nacionalizada por nuestro - gobierno Revolucionario, pasando a manos del pueblo, su verdadero y legítimo dueño.

Esta empresa niquelífera tiene como objetivo fundamental la producción de óxido de níquel granular y en polvo, a partir de los yacimientos de minerales lateríticos (ferroniquelíferos), mediante la lixiviación carbonato amoniacal de Ni.

Hoy en día, los productos de esta empresa, constituyen uno de los principales rublos exportables de - nuestra economía y por consiguiente una fuente fundamental de ingreso de divisas para nuestro país.

Actualmente se llevan a cabo múltiples trabajos de rehabilitación en dicha empresa en aras de lograr - un mejor perfeccionamiento del proceso tecnológico en sentido general, muchos de los cuales han sido - exitosamente concluidos como los que relacionamos a continuación.

- 1) Montaje de tres grúas de fabricación India, en - sustitución de los "GANTRY" existentes.
- 2) Un nuevo transportador en la mina
- 3) Montaje de la séptima unidad de secaderos
- 4) Instalación de los electrofiltros en la planta de Hornos de Reducción.
- 5) Montaje del horno 22
- 6) Montaje de una nueva caldera de fabricación española.
- 7) Sustitución de 3 turbogeneradores americanos por una de fabricación Japonesa.
- 8) Ampliación de la fábrica de piezas de repuestos - con nuevas máquinas y equipos.
- 9) Montaje de 4 sedimentadores
- 10) Construcción de una nueva planta de recuperación de amoníaco.

PLANTA PILOTO

La planta piloto y los laboratorios estaban situados en el área que ocupa actualmente la nueva planta de hornos de reducción. En febrero de 1955, la misma - fue desmontada con vista a construirse en el área que

ocupa hoy día.

La construcción de la planta actual se realizó en - los años 1955-1956, entrando dos años más tarde en explotación.

Actualmente, un valioso colectivo de investigadores que laboran en ella, realizan importantes trabajos encaminados a mejorar la calidad de los productos - que aquí se obtienen, así como la obtención de otros de suma importancia industrial, como lo son: el cloruro de Ni, Sulfuro de Ni+Co, Sulfato de Ni, etc.

1.3 Flujo tecnológico de la empresa "Cmdte. René Ramos Latour.

Esta empresa cuenta básicamente con dos grandes procesos productivos diferenciados, la minería y el - tratamiento metalúrgico de los minerales, los cua-- les forman un complejo minero metalúrgico mutuamen- te condicionado y dirigido hacia el logro de un objetivo esencial. La producción de Níquel.

La planta metalúrgica consta de cuatro plantas principales:

- 1) Planta de Secaderos y Molinos
- 2) Planta de Hornos de Reducción
- 3) Planta de Lixiviación y Lavado
- 4) Planta de Recuperación de Amoníaco y Sinter

Consta de varias Plantas Auxiliares.

- Planta Eléctrica
- Taller de construcciones metálicas
- Taller de construcciones (fabricación) de piezas

- Planta de producción de gas
- Fomento minero
- Talleres de equipos pesados y locomotoras
- Departamento de fundición
- Planta Piloto
- Departamento de plantillería
- Taller de instrumentación

PLANTA DE SECADEROS Y MOLINOS

El mineral una vez triturado es alimentado a un depósito interior de 7 000 ton ($7 \cdot 10^9$ Kg) y/o a los secaderos directamente (hornos de tambor rotatorio).

Esta planta tiene como función la de preparar el mineral para el proceso de reducción, para lo cual es necesario el secado del mismo, así como un proceso de molienda que nos permita lograr la fineza requerida.

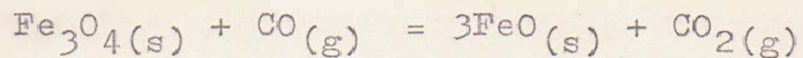
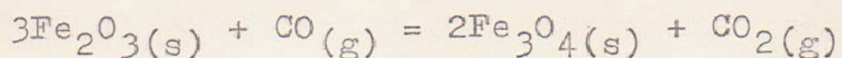
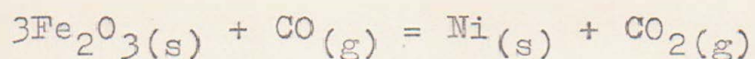
La planta cuenta con siete hornos rotatorios, cuyas dimensiones son (39,6 . 3,05 m); el diámetro hacia la zona de la cámara de combustión alcanza 4,27 m, - teniendo una capacidad nominal de 77 ton/h ($7,7 \cdot 10^7$ Kg/h). El secado se realiza en un flujo concarrente, debido a que el mineral tiende a agomerarse dentro del horno.

El mineral seco se envía a la sección de molienda, donde se separa en dos fracciones, una limonítica - (que se procesa en la planta nueva) y otra serpentinitica (a procesar en la planta vieja).

Con el objetivo de recuperar todo el mineral que -
arrastran los gases procedentes de los hornos, sin-
fines, molinos, etc., estos pasan a través de colec
tores (ciclones) y de precipitadores electrostáti--
cos, recirculándose el mineral recuperado. El mine-
ral con las características requeridas se bombea ha-
cia los silos (14) donde se almacena, el movimiento
del mineral desde los silos hasta la planta de hor-
nos se realiza por medio de transporte neumático.

PLANTA DE HORNOS DE REDUCCIÓN

La reducción del mineral se realiza mediante el em-
pleo de agentes reductores gaseosos (CO ; H_2) y du--
rante el proceso se verifican las siguientes reaccio
nes:



Se ha comprobado de forma experimental que cada una de estas reacciones son reversibles y el sentido de realización de las mismas depende de las concentraciones relativas de las sustancias reaccionantes.

Con el objetivo de mantener un perfil de temperatura requerido en el horno, con el mínimo consumo de combustible, cada uno posee varias cámaras de combustión (operadas con combustión incompleta) en los hogares inferiores. En los hogares superiores se suministra aire en una cantidad tal, que la concentración de monóxido de carbono se encuentre siempre en los límites permisibles, así como la velocidad de calentamiento, manteniéndose de ésta forma el balance térmico del horno. El gas pobre se inyecta por el último hogar del horno (H-16), el consumo aproximado es de $(0,115 \text{ m}^3 \text{ Kg}^{-1})$.

La atmósfera del horno es controlada para mantener una relación

$$\frac{H_2}{H_2O} \frac{CO}{CO_2} = 1$$

Bajo estas condiciones de trabajo es reducido, alrededor de un 90 % de Ni a su estado metálico, reduciéndose de hierro sólo un 3,4 %.

En sentido general, la planta consta de 22 hornos - de hogares múltiples, 12 en planta vieja y 10 en la nueva, los cuales poseen una altura de 21,34 m y un diámetro de 6,4 m cada uno.

Cada horno posee 17 hogares, estando dotado de brazos con dientes unidos al eje central giratorio, el cual permite el movimiento del mineral desde la periferia hacia el contacto gas-sólido.

El paso del mineral desde un hogar a otro se realiza por el centro y de éste al próximo por la periferia y así sucesivamente el tiempo de retención del mineral es aproximadamente 90 minutos para lograr el grado de reducción selectivo deseable.

El mineral reducido en los hornos es enfriado hasta 232°C (505 K) en un enfriador rotatorio instalado en una piscina de donde es descargado en una canal.

Para evitar una posible oxidación del mineral, se mantiene en el sistema una atmósfera reductora y presión positiva.

Todo este sistema está interconectado con la línea de succión de los gases, los que se envían a un precipitador electrostático, donde se recupera la mayoría del mineral arrastrado por los gases, el cuales recirculado.

PLANTA DE LIXIVIACIÓN

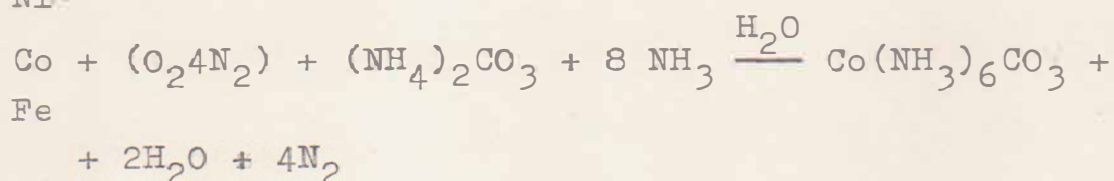
Cuando se lixivia, se está separando de forma selectiva, de una solución aquellos componentes del mineral que deseamos obtener.

En nuestro proceso, los minerales de níquel y cobalto representan los componentes solubles y la solu--ción acuosa de hidróxido de amonio y carbonato de -

amonio (NH_4OH) - $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ constituyen el disolvente. La lixiviación tiene como objetivo fundamental recuperar la mayor cantidad posible de níquel y cobalto en una solución lo más concentrada posible, lo que se consigue aplicando el principio del conocido flujo a contracorriente del mineral y el solvente de amoníaco.

Realmente se conoce poco sobre las reacciones que tienen lugar cuando los minerales lateríticos reducidos son tratados con sales de NH_4OH - $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$, no obstante la reacción principal puede ser presentada como sigue:

Ni:

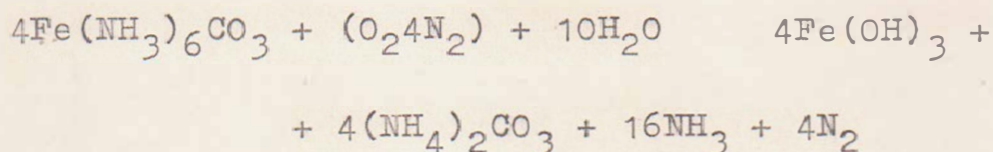
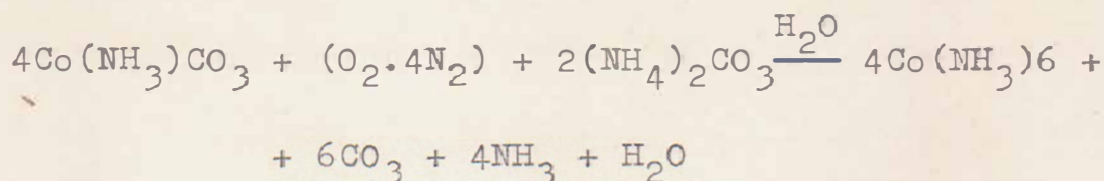


Se requiere el aire para oxidar los constituyentes metálicos formados durante la reducción del mineral, ya que ninguno de los elementos situados, son lo suficientemente activos como para desplazar al hidrógeno de una solución amoniacal.

De manera que tanto el $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ como el NH_4OH deben permanecer en la solución, ya que cuando se tiene sólo NH_3 en ausencia de una sal de amonio, que haga disminuir la concentración del ión oxidrilo, primero precipita el óxido de níquel para disolverse después.

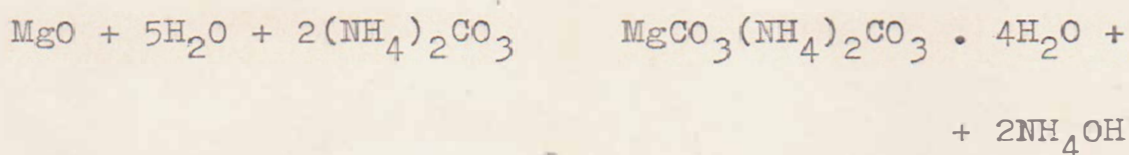
Si las sales de amonio no están presente, el hidróxi do no es precipitado y el compuesto amoniacal solu- ble se forma directamente.

El $\text{CO}_3(\text{NH}_4)_2$ es la sal mas adecuada, la que por ca- lor se descompone precipitando carbonato básico de Ni, sin necesidad de añadir otro compuesto químico. se ha observado también que cuando se utiliza un ex- ceso de aire, el cobalto y el hierro se oxidan a su valencia máxima.



Un aumento en la concentración de amoníaco, aumenta la solubilidad del Ni, Co y Fe, decreciendo por su parte la del Mg.

La disolución de este último puede representarse - como:



Es muy importante mantener una temperatura baja en los reactores, ya que de lo contrario, una elevada temperatura favorecería la solubilidad de Mg y el - Fe, contaminándose de esta forma la solución.

Una mejor solubilidad del oxígeno introducido con el aire, puede lograrse manteniendo la temperatura baja, lo cual favorece el proceso de oxidación en los reactores, ya que sólo el oxígeno disuelto reaccionaría.

La temperatura también ejerce influencia sobre la presión de vapor del NH_3 y el CO_2 . A elevadas temperaturas la cantidad de éstos que se escapa con las zonas es considerable, disminuyendo así la solubilidad del Ni, pues a mayor concentración de NH_3 y CO_2 en la solución, mayor será la disolución del Ni.

Además de la temperatura y la concentración de NH_3 y CO_2 en la solución hay otros factores de importancia que ejercen una notable influencia en el proceso de lixiviación, tales como:

Absorción del oxígeno, grado de reducción del Fe en el mineral, grado de agitación, el tiempo de lixiviación, etc.

Una cantidad considerable de Fe, se disuelve en los tanques de contacto en ausencia de aire, sin embargo, se ha demostrado que el FeO es insoluble en el licor de lixiviación, por lo que se supone que el Fe reducido desplazó al Ni^0 .

Aproximadamente el 14 % del níquel presenta en el licor que llega al tanque de contacto sufre la siguiente reacción:



El oxígeno introducido en los turboaeradores convierte el Fe ferroso al estado férrico y lo precipita de la misma forma se oxidan el Ni y el Co que son más solubles y forman el complejo amoniacal en la solución.

El sistema de lixiviación está formado por una serie de aeradores y sedimentadores continuos operando de tal forma que los sólidos a lixiviar pasan a través de los mismos en serie, siendo diluido después de cada asunto, por un líquido más débil rebotando los sedimentadores subsiguientes en el sistema que fluye en dirección contraria.

El preciso comienzo cuando el mineral reducido procedente de los enfriadores rotatorios es descargado a una canal en la que se mezcla con licor amoniacal (68 g/l de NH_3 -35 g/l de CO_2 y 8-10 g/l de de Ni.

Esta pulpa se descarga a dos tanques de contacto - provistos de agitadores Pattirson, de donde se bombea hasta un distribuidor que alimenta a las series de lixiviación, la temperatura debe ser menor de - 313 K (40 °C) y debe ser estrictamente controlada.

El distribuidor alimenta el 57% de la pulpa a planta vieja y el 43% restante a planta nueva. En la - primera etapa de planta vieja, la pulpa procedente del distribuidor, pasa por 5 turboaeradores situados en series, donde la pulpa es agitada y aereada y posteriormente descargada a un tanque sedimentador.

La pulpa antes de entrar al sedimentador es floculada (por medio de un electroimán) disminuyéndose así el área requerida para la sedimentación.

En la segunda etapa de cada serie existen 3 turboaereadores y un sedimentador, al igual que en la 3ra. etapa.

La pulpa descargada del sedimentador de la 1ra. etapa es bombeada a los turboaereadores de la 2da. etapa, donde igualmente es aereada y agitada, pasando luego al tanque sedimentador, de aquí pasa a la 3ra. etapa donde se somete a igual tratamiento.

El reboso de los tanques sedimentadores circula a contracorriente en la pulpa.

En la nueva planta, hay instalados dos series de turboaereadores en paralelo en cada etapa, pero que descargan a un sedimentador común para ambos.

En la 1ra. etapa hay cuatro turboaereadores en cada serie con un tanque sedimentador. En la 2da. etapa hay 3 turboaereadores en cada serie, también con un sedimentador y una 3ra. etapa similar a la 2da.

El reboso de la 3ra. etapa de lixiviación se bombea a la 2da. etapa y el de ésta se envía a los enfriadores de licor. El reboso de la 1ra. etapa se divide en dos partes, una para los enfriadores y otra para la planta de recuperación de amoníaco.

El sistema de lavado está compuesto por dos series de cuatro sedimentadores, cada uno en planta vieja

y una serie de 5 sedimentadores en la planta nueva.

El sedimento extraído de los sedimentadores de la 3ra. etapa de lixiviación es enviado a la 1ra. etapa de lavado conjuntamente con el licor de reboso de la 2da. etapa de lavado. El sedimento de la 1ra. etapa de lavado se bombea a la 2da. y el de ésta a la 3ra. y así en lo sucesivo. El sedimento de la última etapa de lavado se envía a recuperación de amoníaco.

En la última etapa de lavado se inyecta licor fresco procedente de recuperación de amoníaco, luego el reboso de ésta etapa se envía en la penúltima. Aquí se inyecta además una solución débil de amoníaco procedente de la torre de absorción.

El reboso de la penúltima etapa de lavado se envía a la anterior y así sucesivamente hasta la 1ra. etapa.

El reboso de la 1ra. etapa de lavado se inyecta a los sedimentadores de la 3ra. etapa de lixiviación.

El objetivo fundamental de este sistema de lavado es liberar al sedimento de la porción de licor que contiene níquel disuelto y así disminuir las pérdidas de éste último.

En planta vieja hay instalados cinco turboaeradores en tanques de aceros de un diámetro de (3,96 m) y una profundidad de (4,72 m) el resto de los turboaeradores están instalados en bloques de concreto

separados por una pared interior.

Cada turbo tiene una línea de aire que va al centro de una campana dispersadora que hace burbujear el - aire a través del líquido. El turbo posee un eje ro - tatorio al cual están fijados dos agitadores, el in - ferior, llamado turbina y el agitador superior o - (turbina abierta).

El agitador inferior posee un estator con aletas di reccionales. El aire necesario en toda la planta es suministrado por medio de compresores, con la fina - lidad de evitar pérdidas de amoníaco.

Cada bloque está hermeticamente cerrado, mantenien - dose una presión negativa de 2,5 Pa de la columna - de agua. La succión se efectúa por medio de ventila - dores que envían los gases a cuatro torres de absor - ción (en cada planta), donde se recupera el amoníaco, teniendo como producto final agua amoniacal - (más de 2 % de NH_3) que se inyecta al sistema de la - vado.

Para el enfriamiento del licor existen 15 series de enfriadores, 8 para planta vieja (con 7 intercambia dores de calor cada una) y el resto para planta - nueva (con 9 intercambiadores cada una). Estos in - tercambiadores son de haz tubular de doble paso.

Los tanques sedimentadores, tanto de lixiviación co - mo lavado, son de concreto en planta vieja y de ace - ro en la nueva, todos estan provistos de un mecanis - mo de agitación que mueve los brazos a una veloci -

dad de 1/15 rpm, lo que empujan la pulpa hacia el centro y fondo del tanque, aumentando así su densidad.

PLANTA DE RECUPERACIÓN DE AMONÍACO

Esta planta tiene como función fundamental recuperar el amoníaco y el CO_2 del licor producto y en las colas enviadas desde lixiviación y lavado, además cumple la función de añadir una cantidad adicional de amoníaco y CO_2 de reemplazo al sistema para reponer las pérdidas sufridas durante el proceso; recibe amoníaco anhidro y lo mezcla con agua para formar una solución llamada licor fresco, el cual se envía posteriormente al sistema de lixiviación, además, separa cualquier residuo de hierro en el licor producto al tiempo que recupera el níquel en forma de carbonato y lo calcina hasta convertirlo en óxido de níquel.

Este proceso tiene lugar cuando el licor producto enviado desde la planta de lixiviación es filtrado -- para posteriormente almacenarlo en un tanque, donde se le añade un antiespumante (aceite de linaza) para proceder a su destilación en los alambiques de licor.

El licor es introducido por la parte superior de los alambiques y por la parte inferior se inyecta vapor de baja presión, a medida que el licor bajo va siendo despojado del amoníaco y el CO_2 , precipitándose un compuesto de carbonato de níquel sólido. Este -

carbonato es elevado en suspensión a uno de los sedimentadores; donde la pulpa, es decantada y bombeada a uno de los tres filtros, donde se extrae el agua para disminuir la humedad a menos de un 70 %.

El carbonato de los filtros es enviado al horno de calcinación, donde tiene lugar la calcinación hasta obtener el óxido de níquel.

El producto calcinado es un óxido de níquel apto para ser enviado al proceso de granulación o para ser envasado y vendido directamente, el óxido obtenido contiene alrededor de un 77 % de níquel, si se trata de sinter, un 86 % aproximadamente.

SINTERIZACIÓN, ENVASE Y ALMACENAJE

El óxido de níquel granular que se produce en los hornos de calcinación es enviado a planta de sinterización; donde es triturado por un molino de martillo para eliminar los módulos de óxidos que impiden una granulación deseada.

Este óxido de níquel se descarga en una tolva, y conjuntamente con el carbón antracita, polvo del sistema de calcinación y el fino del retorno del proceso, forman una mezcla húmeda y homogenizada para alimentarla a la máquina de sinterizar. Estas máquinas descargan a los trituradores primarios para ir reduciendo la torta sinterizada hasta llegar a la zaranda clasificadora, donde se obtienen tres fracciones que son:

La fracción mayor de 6,35 mm, la cual se recircula a la máquina de sinterizar en forma de "relleno" - para garantizar permeabilidad en la correa, sostener la mezcla y proteger los parrillos.

La fracción menor de 6,35 mm se recircula para pasar a formar parte de la mezcla fina de retorno.

La fracción mayor de 6,35 mm y menor de 38 mm es - enviada a las tolvas de producto final.

En esta sección de la planta, se envasa el producto final exportable, óxido de Ni, sinterizado, granular y el óxido exportable, óxido de Ni, sinterizado, - granular y nodular y el óxido de níquel en polvo.

CAPÍTULO II

TECNOLOGÍA DE OBTENCIÓN DEL CARBONATO BÁSICO DE
NÍQUEL PURIFICADO

TECNOLOGÍA OBTENCIÓN CARBONATO BÁSICO DE NI PURIFICA- DO

Durante el proceso de lixiviación amoniacal de los minerales lateríticos, en la empresa "Cmde. R.R.L", Nicaro, se obtiene un licor producto que al ser destilado posteriormente en la planta de recuperación de amoníaco, precipita en forma de carbonato básico de níquel.

El carbonato básico de níquel obtenido, es espesado, filtrado, y enviado seguidamente al horno de calcinación de donde se obtiene óxido de níquel.

Las exigencias, cada vez mayores en el mercado internacional, con respecto a la calidad de los productos de níquel, nos obliga cada día a la búsqueda de los más variados métodos que conlleven a diversificar nuestras producciones.

La producción de carbonato básico de níquel purificado facilita grandemente la posterior producción no sólo de sulfato de níquel, sino también de otras sales (cloruro, nitrato, sulfato), así como óxido de níquel soluble de alta calidad, al mismo tiempo posibilita la obtención de óxido de níquel verde a temperaturas inferiores a las utilizadas normalmente con el objetivo de descomponer los sulfatos.

La tecnología de producción del carbonato básico de níquel purificado se realiza a partir del licor producto carbonato amoniacal del que se ha separado -

previamente el cobalto hasta lograr relación Ni/Co de 1 000 y parte del cobre y zinc por precipitación en un reactor tubular con hidrosulfuro de amonio.

A este licor se le añade carbonato de sodio en cantidad equivalente al 120 % del estequiométrico con respecto al azufre total, posteriormente se calienta y pasa al autoclave de oxidación de los compuestos no saturados de azufre.

El próximo paso consiste en la despresurización y filtración del licor, que pasa a la destilación a contracorriente con vapor precipitando el carbonato. La pulpa pasa finalmente a los sedimentadores de la vado, que se realiza con agua parcialmente tratada con sulfato de aluminio, luego es filtrado, obteniéndose la torta en carbonato básico de níquel purificado. La secuencia lógica de cada paso aparece en el esquema. 3

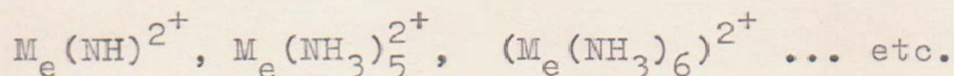
PRECIPITACIÓN DEL COBALTO:

La capacidad que tiene el ácido sulfhídrico (H_2S) de precipitar gran cantidad de elementos en las soluciones acuosas amoniacaes es bien conocida y hace mucho se utiliza en la química.

Al estudiar los argumentos químicos de la precipitación selectiva de los metales con el fin de separarlos, es necesario, ante todo, estudiar los posibles estados del níquel y el cobalto en estos medios.

El estudio de los resultados de numerosos trabajos

realizados en esta rama nos hace suponer que la mayoría de los metales forman en las soluciones amoniacales complejos aminos distintos por su composición, de simples a más complejos.

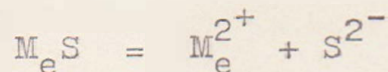


De manera, que para obtener resultados satisfactorios en el proceso de separación selectivo de cobalto, es necesario garantizar las condiciones bajo las cuales pueden existir simultáneamente los complejos menos estables de cobalto y más estables de níquel.

La ecuación que define la precipitación de los sulfuros puede representarse de la forma siguiente:



Siendo solubles la mayoría de los sulfuros de los metales; los cuales se disocian de acuerdo a la siguiente ecuación:



y de este equilibrio puede ser calculado el producto de solubilidad.

$$K_{Ps} = \frac{M_e^{2+} \cdot S^{2-}}{M_eS}$$

Los productos de solubilidad del níquel y cobalto son muy bajos y similares, de ahí, la gran dificultad

tad para la separación total de los mismos. Este proceso, no ocurre de igual forma en medio amoniacal, - dada la formación de complejos, modificándose los - equilibrios y precipitando el cobalto divalente en - preferencia al níquel y el cobalto trivalente en preferencia al divalente.

DESTILACION:

Una vez filtrado el licor oxidante se pasa a la destilación a contracorriente, el vapor se pone en contacto con el líquido calentando la masa y evaporando los componentes más volátiles, los que van ago--tándose según desciende el líquido y aumentando el contenido del carbonato básico de níquel que sale - como pulpa por el primer plato de la torre.

LAVADO DEL CARBONATO BÁSICO DE Ni

El proceso de lavado persigue como objetivo esencial eliminar los elementos que lo acompañan y que resultan impurezas en el producto obtenido.

El lavado se efectúa con agua tratada a la que se - le eliminan los sólidos en suspensión a través de - un tratamiento con sulfato de aluminio.

El sistema consiste en espesar en un primer sedimentador (SL-1) al carbonato, separándolo de los efluentes de la destilación. La pulpa espesada es enviada al primer sedimentador de lavado (SL-2), donde se - añade agua tratada en una relación $L/S = 4$, la pulpa espesada en éste pasa al sedimentador de lavado

(SL-3) donde se concluye el lavado, utilizando agua en relación $L/S = 6$.

Los rebosos de ambos sedimentadores son desechados y contienen las impurezas solubles generalmente sodio y azufre en forma de sulfatos, por lo que el lavado constituye a su vez un medio de purificación.

El carbonato obtenido en el fondo del SL-3 se filtra en filtros prensa obteniéndose una torta de 70 % de humedad que en base seca tiene la siguiente composición en %.

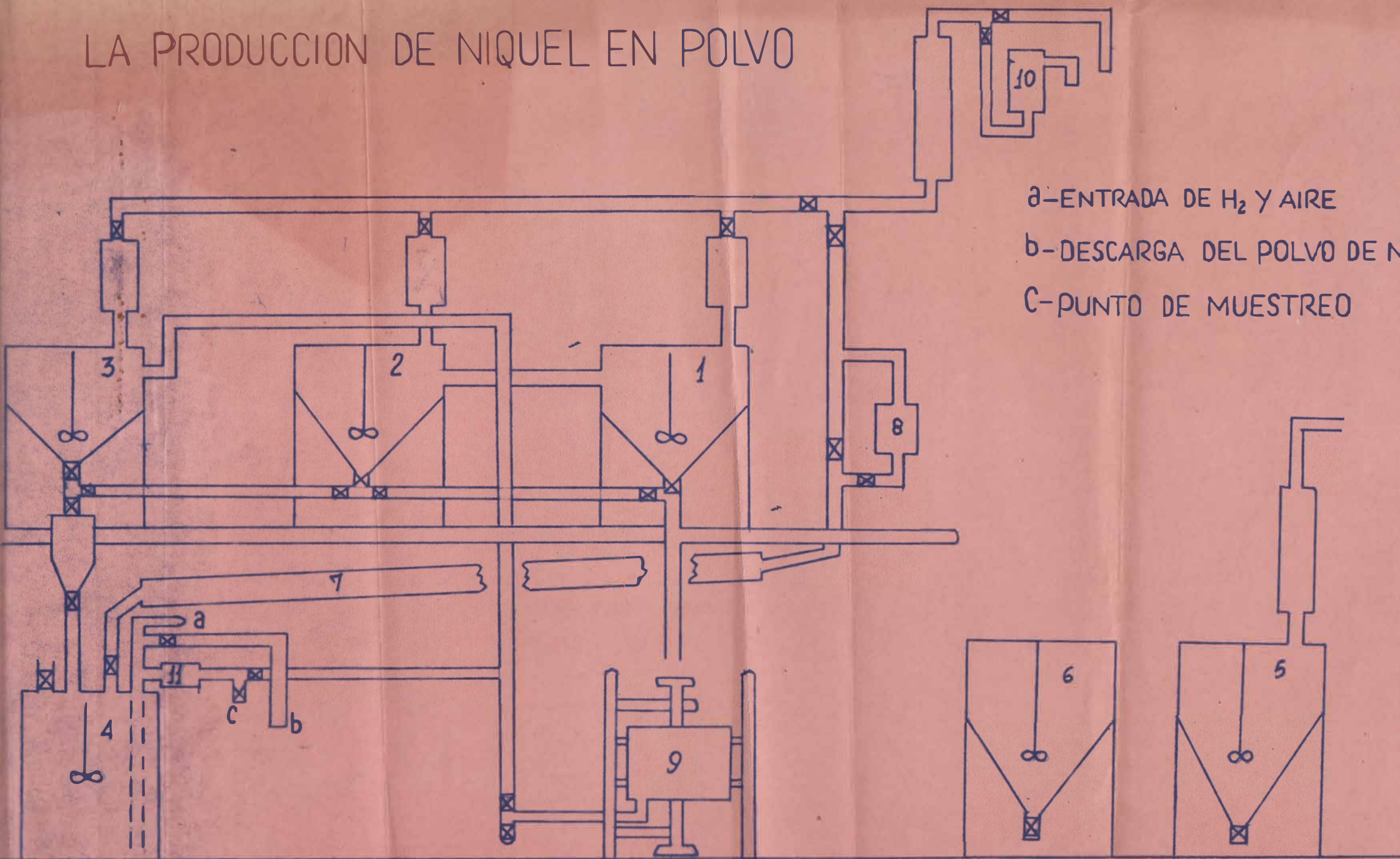
Ni	Co	Fe	Cu	Zn	S	N _a
57,0	0,057	0,030	0,002	0,025	0,5	0,50

Esta es la materia prima fundamental empleada en la diversificación de la producción de níquel y obtener sulfato, cloruro, níquel electrolítico, polvo de níquel, etc.

2.1 Producción de polvo metálico de níquel a partir del carbonato básico de níquel purificado.

El proyecto concebido persigue como objetivo esencial la producción de níquel metálico en polvo a nivel de planta piloto a partir de soluciones sulfato diamino obtenido de la disolución del carbonato básico de níquel como continuación de los trabajos en caminados a lograr una mayor diversificación de la producción actual de níquel en la Empresa "Cmdte. - René Ramos Latour" a través del esquema representado en la fig. 2.

EQUIPO DE LABORATORIO PARA LA PRODUCCION DE NIQUEL EN POLVO



CONSIDERACIONES DEL PROCESO:

El carbonato básico de níquel constituye una valiosa materia prima para la obtención de níquel metálico en polvo de alta pureza, mediante la disolución de sulfato de amonio, oxidación de las soluciones obtenidas y la posterior reducción con hidrógeno, del complejo sulfato de amonio de níquel hasta el polvo metálico.

Las soluciones residuales que contienen aproximadamente 1 g/l de Ni y Co son tratadas con hidrosulfuro de amonio (NH_4HS) para recuperarlo como sulfuro de Níquel y devolver al sistema el sulfato de amonio.

El proceso ocurre en autoclave a altas presiones y temperaturas.

DESCRIPCIÓN DEL PROCESO TECNOLÓGICO:

Las operaciones básicas que tienen lugar en el proceso de obtención del polvo metálico de níquel son las siguientes:

- 1) Preparación de la solución de sulfato de amonio
- 2) Preparación del sulfato diamino de níquel
- 3) Filtración
- 4) Oxidación de los compuestos no saturados de azufre
- 5) Reducción a níquel metálico en polvo
- 6) Lavado del metal obtenido
- 7) Recuperación del níquel residual de las aguas

madres y eliminación de las impurezas. Recirculación de las soluciones.

PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE SULFATO DE AMONIO

La solución se prepara disolviendo la sal sulfato - de amonio en agua tratada a una temperatura que oscila entre 90-95 °C en concentraciones de 500-600 g/l y un tiempo de reacción de 15-30 min. esta solución se somete posteriormente al proceso de filtración y luego se almacena.

PREPARACIÓN DEL SULFATO DIAMINO

El carbonato básico de níquel húmedo se adiciona a la solución de sulfato de amonio, después que ésta alcanza la temperatura deseada en un tanque de disolución previsto para ello. Las preparaciones de carbonato y sulfato de amonio deben ser tales que permitan alcanzar concentraciones de níquel de 40-50 g/l mientras que el sulfato de amonio remanente era de 300-350 g/l. El CBN se añadirá manualmente, a través de un embudo que descargará directamente al tanque disolutor.

Mediante la adición de hidróxido de amonio hasta - 2,2 moles de NH_3 libre y manteniendo la temperatura en el rango previsto 360-365 K (90-95 °C) con vapor y agitación ocurre la disolución hasta la formación del complejo de sulfato diamino de níquel.

La reacción desprende NH_3 y CO_2 , que irán al siste-

ma de recolección de gases. El tiempo de duración de la reacción es de 15-30 min, seguidamente la masa se somete a un proceso de filtración y se almacena. Se instalará aire a dicho tanque con el objetivo de estudiar la posible eliminación de Fe y Mn mediante ae reacción.

FILTRACIÓN:

Se efectúa con el objetivo de eliminar los sólidos-insolubles resultante de la disolución de sulfato - de amonio y del CBN, constituido fundamentalmente - por Fe, sílice, Mg, etc.

El PH de estas soluciones es de:

Sulfato de amonio 3,5 - 5,0

Sulfato diamino 8,3 - 8,6

El volumen a emplear por cada ciclo completo (una nucleación y 30 densificaciones) es de 3,000 a 4,000 - litros.

La temperatura alcanza hasta 95 °C (368 K)

Los productos filtrados se almacenarán de forma independiente en dos tanques de retención para su posterior uso.

OXIDACIÓN DE LOS COMPUESTOS NO SATURADOS DE AZUFRE:

La solución almacenada se calentará con vapor de forma indirecta hasta alcanzar 90-100 °C en un tanque - (363-373 K) creado al efecto, de donde, por medio de una bomba - de alta presión, alimentará a la autoclave de oxidación.

Una vez en el autoclave ésta se calienta hasta una temperatura aproximadamente de 200°C (473 K) y se introduce aire a una presión de $30\text{-}40\text{ atm}$ ($3,039\text{-}4,052\text{ KP}_a$), este proceso concluye cuando todo el - azufre se encuentre en la forma de sulfato.

En esta etapa el licor se purifica de Fe y Mn, los que precipitan en forma de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ y MnO_2 y se separan por filtración.

REDUCCIÓN DE Ni A POLVO METÁLICO CON H_2 :

Este proceso ocurre en dos etapas:

- a) Nucleación para obtener semilla
- b) Densificación para obtener productos

Nucleación: La solución para obtener la semilla o catalizador de las reacciones de densificaciones se prepararon en la misma instalación, sólo que se par tirá de una concentración más baja de sulfato de - amonio; o se utilizarán las soluciones de lavado de incrustaciones del autoclave.

Al añadir un catalizador como el sulfato ferroso o el sulfato de sodio y los elementos tensoactivos pa ra evitar aglomeraciones e incrustaciones en las pa redes del equipo, ocurre la reacción de reducción a polvo.

Posteriormente se decantará la solución, dejando en el autoclave la semilla y sobre ésta se añadieron - en forma de templeas las soluciones de densificación,

realizándose entre 30-35 veces; a la vez que se le van extrayendo porciones del metal precipitado.

Los parámetros en los cuales operan ambas etapas son muy similares.

El tiempo de una nucleación es aproximadamente 30 min y las densificaciones van aumentando el tiempo desde 15 min en la primera hasta unos 45 en la 30-35; por lo que como promedio tomaremos 60 min por cada densificación incluyendo carga, descarga y lavado.

LAVADO DEL METAL OBTENIDO:

Tiene como objetivo fundamental eliminar el licor que acompaña el producto obtenido, así como cualquier impureza soluble de H_2SO_4 diluido.

La operación se divide en dos etapas:

- a) Lavado con agua
- b) Lavado con H_2SO_4

El ácido para el lavado se prepara a partir de H_2SO_4 comercial y agua, el que se almacenará en un tanque. Luego de lavado el metal, se analizará y enviará a la canal.

LAVADO DE AUTOCLAVE DE REDUCCION:

Después de concluido un ciclo de una nucleación y 30-35 densificaciones es necesario someter a lavado de incrustaciones al autoclave. Esta operación se realiza con sulfato de amonio de 250 g/l y amoníaco libre de 20-30 g/l. La presión de aire de 100 l/pulg² (689,47 KP_a) debe ser sometida a su equivalente en -

oxígeno, la temperatura de 180°C (453 K) el licor obtenido se recirculará por medio de una bomba al tanque disolutor para ser reintegrado al proceso como licor de nucleación.

RECUPERACIÓN DE Ni EN EL AGUA MADRE:

Durante la reducción con H_2 , no todo el Ni es reducido al estado metálico, quedando aproximadamente 1 g/l en solución. Al añadir hidrosulfuro de amonio - éste precipita, así como otras impurezas que lo acompañan, los que se recuperan como sulfuros.

La solución libre de Ni e impurezas después de filtrada se reintegra al proceso de disolución nuevamente, ya que contiene alta concentración de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (400 g/l).

Cada cierto tiempo se realiza una purga para mantener el balance de las impurezas.

2.2 Otros procesos de obtención de polvo metálico de níquel.

La obtención industrial del polvo de níquel es un proceso que cada día gana mayor importancia dada la gran utilidad práctica de este producto.

A través de estos procesos se someten a tratamientos concentrados por flotación de sulfuros de níquel, cobalto y cobre, que contienen generalmente de un $0,3\%$ de cobalto, $10-12\%$ de níquel y un $1-2\%$ de cobre.

Los avances operados en los últimos tiempos en la -

metalúrgia, unido a la obtención continua de la eficiencia operativa de tales procesos ha permitido un creciente aumento de la capacidad de producción pulvimetálica, asociada a gastos mínimos de equipos.

Este exceso de capacidad, permite a su vez, refinar, además de los concentrados sulfurosos de níquel, matos de níquel y materiales secundarios procedentes de otros procesos, aunque en la actualidad, la meta de níquel de los concentrados sulfurosos fundidos - o minerales lateríticos, así como las chatarras de aceros, constituyen la principal fuente suministradora de níquel, fundamentalmente en países industrializados como lo es Canada.

La secuencia lógica de pasos, que describen el tratamiento de dichas materias primas puede apreciarse en el esquema (4) Diagrama que muestra el flujo general del proceso de obtención de polvo de níquel.

Como bien puede apreciarse, en el esquema, la meta-requiere sólo un proceso de trituración y molienda antes de ser mezclada con los concentrados sulfurosos, alimentados al circuito de lixiviación amonial.

Los materiales de chatarras de aceros aleados son - sometidos a un proceso de lixiviación ácida para extraer el níquel y cobalto, la solución, después de separar el residuo lixiviente es alimentada directamente al circuito de lixiviación amonial. Los re-

siduos de la lixiviación ácida son almacenados para futura recuperación de subproductos de metales.

Volviendo al tratamiento de los concentrados sulfurosos después de repulpados con licor pobre proveniente de la segunda etapa de lixiviación, la mezcla de sulfuros es bombeada continuamente hacia las autoclaves de la primera etapa de lixiviación a 200 °F (353,11 K) y 115 lb/pulg² (792,89 KP_a).

Los sulfuros son oxidados en presencia del amoníaco, el níquel, cobre y cobalto son extraídos como metales aminos, el hierro contenido en los minerales - pentlandita, calcopirita y perrotira, es oxidado a un óxido de hierro hidratado.

El azufre sulfuroso es oxidado progresivamente por medio de tiosulfatos y politionatos metálicos a sulfato y sulfamato respectivamente. Aproximadamente - el 60 % de metales ferrosos es extraído en la primera etapa de lixiviación, la cual es controlada para lograr la concentración de níquel requerida en la - solución de lixiviación y la proporción requerida - de compuestos de azufre no saturados de cobre para la posterior separación del cobre.

La mezcla de la primera etapa de lixiviación es espesa y la solución de reboso pasa a la purificación y seguidamente al proceso de reducción con hidrógeno.

Los sulfuros parcialmente lixiviados en el reboso del espesador son repulsados con amoníaco acuoso y lixiviados para extraer el 96 % de níquel y cobalto en la segunda etapa de lixiviación a 175°F ($339,22\text{ K}$) de temperatura y 128 lb/pulg^2 ($882,5\text{ KP}_a$) de presión.

La mezcla lixiviada es descargada y espesada y las colas son filtradas y lavadas por repulpación y re-filtración (3ra. etapa) antes de ser depositada.

El primer paso en la purificación de la solución es la destilación a presión atmosférica del exceso de amoníaco, el cual es condensado y recirculado posteriormente. Como la concentración de amoníaco en la solución disminuye, tiene lugar una reacción entre el cobre y los compuestos no saturados de azufre - para precipitar un sulfuro de cobre de alto grado, el cual es filtrado, lavado y secado y posteriormente enviado a refinadores de cobre.

Después de la extracción del cobre, los compuestos no saturados de azufre que permanecen en la solución son oxidados con aire a 700 lb/pulg^2 ($7826,3\text{ KP}_a$) - de presión y 475°F ($505,8\text{ K}$) de temperatura. Bajo estas condiciones el sulfonato presente es simultáneamente hidrolizado a sulfato. La solución resultante y que a su vez es alimentada al posterior proceso de reducción contiene un 45-50 g/l de níquel, 1-2 g/l de cobalto, 350 g/l de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ y una proporción molar de 2:1 de NH_3 (libre) : Ni+Co.

La solución purificada continuamente producida en el proceso descrito anteriormente en lotes en autoclaves horizontales utilizando hidrógeno a una presión total de 450 lb/pulg^2 ($3102,6 \text{ KP}_a$).

La reducción sólo tiene lugar en presencia de un catalizador y a una temperatura operativa de $350-400^\circ\text{F}$ ($436,4-464,2 \text{ K}$) óptima para alcanzar un grado de reducción práctico.

Un ciclo de operación que incluye tres operaciones fundamentales:

- 1) Nucleación
- 2) Densificación y
- 3) Lixiviación

Durante la reducción, el níquel metaliza en las paredes del autoclave. Esta metalización es separada al final del ciclo de reducción por lixiviación con una solución de 200 g/l de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ sulfato de amonio, $2-3 \text{ g/l}$ (NH_3) amoníaco, utilizando aire a 400 l/pulg^2 ($2757,9 \text{ KP}_a$) y una temperatura de 350°F ($436,4 \text{ K}$). La baja concentración de sulfato de amonio y la solución producida de sulfato diamina de níquel es ideal para la nucleación.

Después de purgada la fase de gas en el autoclave con N_2eH_2 , el catalizador de nucleación es añadido y efectuada la reducción aplicando una presión de hidrógeno de 350 l/pulg^2 ($2413,2 \text{ KP}_a$) y elevada la temperatura de $230-250^\circ\text{F}$ ($369,8-380,9 \text{ K}$).

La reacción de nucleación es completada en 30 a 40 minutos, cuando se completa dicho proceso, los agitadores son desconectados, el polvo de níquel es permitido acentarse y la solución final de la reducción es descargada sin malestar las partículas asentadas.

El autoclave seguidamente relleno con la solución alimentadora de la reducción anteriormente descrita, teniendo lugar la primera densificación. Durante esta y las posteriores densificaciones (50-60), las partículas de níquel proporcionan la superficie catalítica requerida para la reducción.

Según el ciclo progresa, crecen las partículas de níquel, por aglomeración inicialmente y por metalización posteriormente, tornándose más densos de aquí el proceso "Densificación. Después de la densificación 15 y cada 4 de ellas un poco de níquel en polvo es descargado para evitar sobrecargar el accionamiento del agitador.

El catalizador utilizado originalmente para la nucleación es el sulfato ferroso, añadido en una cantidad proporcional equivalente a 1 g/l de hierro en solución para ser nucleada.

La solución que se alimenta a la reducción contiene níquel y cobalto, los cuales pueden ser reducidos a metal bajo las condiciones empleadas, afortunadamente el níquel es reducido con hidrógeno y esta concluye cuando la concentración de níquel ha descendi

do alrededor de 1 g/l. En este punto la extensión de la reducción del cobalto es tal que el polvo de níquel final contiene sólo 0,07% de cobalto. La amplitud de la reducción de níquel es controlada por la proporción molar de amoníaco libre : níquel en la solución alimentada al proceso de reducción.

La gran proporción de la producción de polvo de níquel actualmente está siendo aún briqueteado para el consumo de la industria del acero de aleación y otra parte vendida como polvo a elaboradores de sales de níquel de elevada pureza.

En los años recientes, el aumento continuo de la producción de polvo de níquel, está justificado tambien por la gran diversidad de aplicaciones metalúrgicas de este preciado producto que está siendo utilizado de igual forma en la fabricación de materiales de fricción, sellos abrasibles, en rodamientos directos para bandas transportadoras, para lo cual se requiere de propiedades físicas muy bien controladas, como su gran fuerza, condición indispensable para su amplia comercialización.

El polvo de níquel, producido en la reducción de nucleación tiene una densidad aparentemente baja de 0,5-1 g/cm³, un área de superficie elevada aproximadamente de 1 m²/g y un tamaño muy fino de partícula, con un número de Fisher que oscila entre 0,6-1,4.

La nucleación de las partículas de polvo de níquel son irregulares y angulosos. Durante la densifica--

ción la forma de las partículas llega a ser esencialmente esférica y las irregularidades de la superficie dan al polvo una apariencia de grano.

Consideramos oportuno señalar que la adición de ciertos compuestos orgánicos a la carga de reducción puede alterar radicalmente las características de la superficie de las partículas de polvo, como por ejemplo: La antraquinoma elimina las irregularidades de la superficie, dándole a las partículas una forma esférica más alisada y el poliacrilato amónico (acrisol amoniaco) A-3 acentúa dichas irregularidades.

Fue llevado a cabo por el Instituto Memorial de Bote lle una investigación, la cual concebía la puesta en función de un proceso de separación de Ni y Co integrado a la planta de Nicaro.

En el proceso tecnológico de la empresa Comandante - René Ramos Latour el mineral es reducido y lixiviado y posteriormente la solución presñada es destilada hasta obtener un precipitado granular, que contiene virtualmente todo el níquel y el cobalto que pasó a formar parte de la solución durante el proceso de lixiviación.

El propósito fundamental del programa fue desarrollar un paso de separación que podría ser montado dentro de las facilidades de Nicaro y permitiría la producción de un producto que lleve las especificaciones requeridas y posibilite la recuperación de una cantidad máxima de níquel.

Botelle sugirió que todo ello podría ser logrado a través de la reducción de reprocesamiento del precipitado granular y específicamente sugirió el proceso basado en la lixiviación con sulfato de amonio, seguido de la reducción con hidrógeno de la solución lixivante de acuerdo a las técnicas desarrolladas comercialmente por la Sherritt Gordon Mines Hd.

Este proceso no sólo satisface los objetivos de la investigación, sino que además ofrece dos ventajas fundamentales.

1) Produciría un producto de cobalto separado - que podría ser más tarde procesado en aleaciones metálicas, óxidos o sales.

2) Produciría níquel metálico pulverizado que - generalmente es más comerciable y tendrá ligeramente un mayor precio por unidad de níquel que el óxido que se obtiene actualmente como producto final.

El proceso incluye las operaciones siguientes:

1) Extracción al medidor del 97% de Ni y el 85% de cobalto del precipitado granular a través de un - proceso de lixiviación con sulfato de amonio (A), - así como la extracción virtualmente de todo el remanente de níquel y cobalto del residuo de lixiviación primaria por un lixiviado secundario con ácido sulfúrico diluido (c).

2) Purificación de los licores lixiviantes combinados para eliminar sustancias que pueden contaminar

el producto de Ni. En los experimentos de laboratorio la purificación incluye la separación del hierro (E) y la oxidación del azufre no saturado (H). En la aplicación comercial la separación del hierro no es necesaria.

3) La recuperación de aproximadamente todo el Ni como un pulvimetal de elevada pureza, por reducción selectiva con hidrógeno, dejando la mayoría del cobalto en la solución reducida(J)

4) La recuperación de la pequeña cantidad de níquel no reducida y la mayor parte del cobalto de la solución "reducida", como un producto de sulfuro de Ni+Co mezclado por la precipitación con sulfuro de hidrógeno, dejando una solución de sulfato de amonio "libre de metal" (M)

5) El retorno de la solución de sulfato de amonio a la lixiviación primaria después de haberlo separado por completo del circuito para mantener la solución a un nivel constante. Esta sangría de solución libre de metal es necesaria ya que el sulfato de amonio es generado durante el proceso, originado del azufre en el precipitado granular, del ácido sulfúrico utilizado en la lixiviación secundaria y del amoníaco requerido para neutralizar este azufre.

6) La recuperación del pequeño tonelaje de sulfato de amonio de la solución "sangría por cristalización (D).

Del proceso se obtienen los siguientes productos fi
nales:

1) Níquel metálico pulverizado de suficiente pureza para su posterior tratamiento en procesos electrolí-
ticos o de briqueteado, etc. este pulvimetal puede ser vendido como tal, o puede ser elaborado por tec-
nicos convencionales en briquetas, lingotes o grana-
llas.

2) Un precipitado de sulfuro mezclado que contiene cerca de un 5% de níquel y 90% de cobalto alimenta-
do al proceso.

La proporción de níquel-cobalto oscilaría de 1-2 a 2-1, lo cual depende de las condiciones de operación y de la cantidad de cobalto que trae consigo. Tal -
precipitado puede ser vendido a otros productores, o podría ser elaborado más adelante por métodos cono-
cidos para obtener productos tales como metal Ni:Co mezclado o metales de Ni y Co separados; óxidos o -
sales, etc.

La Sherritt Gordon ha desarrollado varios procesos para el tratamiento de estos materiales para produ-
cir metal mezclado o metal cobalto y corrientemente mediante el empleo de uno de dichos procesos se ob-
tiene más de 1 000 libras (454 Kg) de cobalto puro por día.

3) El sulfato de amonio que podría aumentar alrededor de 1/3 a 1/4, por peso de la producción de níquel.

Los reactivos necesarios para llevar a cabo el proceso serían pocos y el consumo de reactivo sería relativamente bajo.

Una idea de la necesidad de consumo de los reactivos es la siguiente:

. Ácido sulfúrico	27,24-31,78 Kg/t de Ni	
. Amoniaco	76,64-113,5	"
. Hidrógeno	45,4 -59,02	"
. Sulfuro de Hidrógeno	45,4	"
. Deshidrato de sulfato de amonio ferroso	-4,54	"

PROGRAMA CONCEBIDO POR BATELL Y SU POSIBLE
APLICACIÓN EN EL PROCESO TECNOLÓGICO DE LA
EMPRESA "CMDTE. RENÉ RAMOS LATOUR" DE NICA
RO.

QUÍMICA DEL PROCESO

Composición del precipitado granular:

La tabla (1) muestra un análisis del precipitado granular producido en Nicaro en 1956. Según los resultados la relación níquel : cobalto es cerca de 80 a 1. Hay una cantidad apreciable de azufre en el mineral. La mayor parte de este azufre probablemente venga - del combustible con alto azufre utilizado en la carbonatación de licores lixiviantes.

Parte de este azufre está presente en forma de sulfato básico de Níquel, parte como sulfato de amonio así como en forma de algún compuesto no saturado de azufre tales como politionatos, tiosulfatos, etc.

Esta cantidad de precipitado granular fue recibido en contenedores tratados especialmente para minimizar la contaminación y constituir el alimento a los experimentos de laboratorio a gran escala. Los análisis mostrados en la columna a) fueron después de un corto período de secado a 220 °F (362,22 K) y en la columna b) después que el secado fue tan completo como deseado.

Generalmente se ha aceptado que la mayoría del níquel en el precipitado granular está presente como carbonato o sulfato básico de níquel. El estado de oxidación del cobalto en el precipitado granular no es conocido.

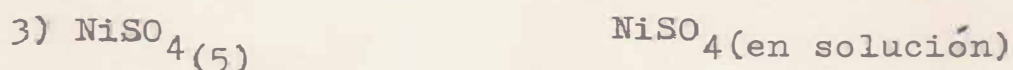
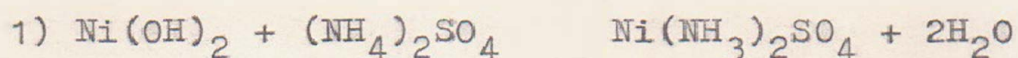
El proceso propuesto trataría precipitados granulares que contienen considerablemente más cobalto que los listados en la tabla (I), porque como se ha comprobado, cuando se emplean las condiciones para la extracción máxima de níquel, mayor cantidad de cobalto pasa a la solución, de modo que un precipitado granular logrado de un proceso operativo para la extracción máxima de níquel, incluiría níquel y cobalto aproximadamente en la misma proporción en que ellos existen en el mineral 15:20:1.

EFEECTO QUÍMICO DEL PRECIPITADO GRANULAR SECO:

Secar el precipitado granular no tiene influencia significativa sobre la disolución del níquel y el cobalto en solución de sulfato de amonio. Un efecto notable del secado parece ser la eliminación de una cantidad considerable de azufre no saturado; como se puede apreciar en los resultados de la tabla (I) El análisis mostrado en la columna a) fue después de un corto período de secado a 220 °F (362,2 K) y el mostrado en la columna b) fue luego de un secado completo, lo cual revela la posibilidad de que una cantidad considerable de azufre no saturado pueda ser eliminado, si prolongamos el tiempo del proceso de secado, o quizás trabajando a elevadas temperaturas, lo que a su vez haría innecesario el paso de oxidación del proceso propuesto.

LIXIVIACIÓN DE SULFATO DE AMONIO:

Prácticamente todo el níquel del precipitado granular aparece como sales de níquel básico, fundamentalmente en forma de sulfatos y carbonatos. Desde el punto de vista químico, los componentes de estas dos sales básicas pueden ser tomadas como hidróxido níqueloso, carbonato níqueloso y sulfato níqueloso. Las reacciones incluidas en la disolución de estos componentes en solución de sulfato de amonio bajo las condiciones del proceso con las siguientes:



Como puede apreciarse en las ecuaciones 1 y 2 el hidróxido de Ni y el carbonato de Ni reaccionaron químicamente con el sulfato de amonio, transformando el amoníaco fijo en amoníaco "Amínico" en proporción de 2 moles de NH_3 por mol de Ni.

El componente sulfato de Ni en la ecuación (3) no libera ningún amoníaco fijo de sulfato de amonio. consecuentemente cuando el precipitado granular contiene un componente sulfato de Ni es disuelto en la solución sulfato de amonio; la proporción molar de amoníaco "Amínico" a níquel en el licor lixiviente será menor que 2 a 1.

Si el cobalto no aparece como carbonatos y sulfatos básico cobaltoso, experimentará las mismas reacciones que el níquel.

Existe la posibilidad de que un pequeño por ciento del níquel y una porción mayor del Cobalto pueda estar presente en el estado trivalente, el cual reaccionaría más lenta e incompletamente que los compuestos de cobalto y níquel divalente.

El manganeso que es un componente menor del precipitado granular podría, en su estado divalente reaccionar probablemente como el níquel y el cobalto divalente.

El hierro, que también es un menor y accidental componente, si aparece en estado férrico, permanecerá indisoluble. Por una consideración del PH de la solución lixiviente que durante un calentamiento prolongado puede llegar a ser más bajo que 7, es posible que un poco de Fe pueda ser disuelto y mantenerse en la solución como un ión ferroso.

Una considerable parte del Zinc y el Cobalto contenido en el precipitado granular probablemente disuelto por el mismo mecanismo que el presentado para níquel divalente.

Si el cobre estuviera presente en exceso de 0,1% e sería necesario incluir un proceso de extracción de cobre con el objetivo de evitar una contaminación indeseable del producto de níquel. Un método comer-

cial para la extracción del cobre ha sido desarrollado por la Sherritt Gordon.

Probablemente el magnesio es rápidamente soluble en la solución lixiviante y quizás completamente, como también es probable que todo el azufre en el precipitado granular se disuelva durante la lixiviación con sulfato de amonio.

Por otra parte la silisis, difícilmente se disuelva del todo en el medio lixiviante.

El radical de carbonato en el precipitado granular es transformado en ácido carbónico, el cual, bajo las condiciones de lixiviación, es desprendido de la solución.

CONDICIONES QUÍMICAS PARA LA LIXIVIACIÓN:

Las condiciones óptimas, encontradas para llevar a cabo la lixiviación en solución de sulfato de amonio son las siguientes:

- 1) Temperatura - 200-210 °F (353,1-363,1 K).
- 2) Concentración de $(\text{NH}_4)_2$ en la solución 350-500 g/l
- 3) Proporción de peso $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$: Ni - 6 : 1 y preferiblemente más alto.
- 4) Tiempo de lixiviación 15-120 minutos

Estas condiciones no son necesariamente óptimas, pero si capaces de extraer de 95 a 99 % de níquel granular en 15 minutos. La extracción del cobalto es más lenta o menos completa que la del Ni. Bajo las

condiciones señaladas, la variación en las extracciones de cobalto aproximadamente oscilan entre 83-97 % las cuales pueden ser obtenidas en dependencia del tiempo de retención y en las concentraciones de sulfato de amonio.

Un tiempo amplio de lixiviación y alta concentración de sulfato de amonio favorece la extracción de más cobalto.

COMPOSICIÓN DE LA SOLUCIÓN LIXIVIANTE:

Un análisis de las soluciones lixiviantes preparado de acuerdo al proceso propuesto es como sigue:

Ni	40 - 50	
Co	0,5 a 2,5	dependiendo del
Cu	0,1	contenido de Co
NH ₃ Total	100-130	en el precipita <u>do</u> granular.
NH ₃ libre	Ca 25 a 30	
Total S	100 a 130	
S tiosulfatos y politiona <u>tos</u> .	0,1 a 2	dependiendo en el - grado al cual los - compuestos de azufre no saturados son des- truidos en seco lige- ramente menor que 2,0.

LIXIVIACIÓN CON ÁCIDO SULFÚRICO:

Una vez comprobado que el níquel y el cobalto pre--
sente en el residuo de la lixiviación de sulfato de
amonio, podrían ser disueltos casi totalmente en -

ácido sulfúrico diluido, fue adoptado un procedimiento arbitrario en donde el residuo fuera lixiviado en un 10 % (por volumen de ácido) a una temperatura de aproximadamente 150 °F (325,3 K), el proceso también sería efectivo utilizando una mayor cantidad de ácido diluido y con menores valores de temperatura.

La química incluida es la de simple descomposición de óxidos e hidróxidos por ácido. Si los compuestos cobálticos y níquelíticos están presentes, la disolución llevará mayor tiempo.

SEPARACION DEL HIERRO:

Como se ha establecido anteriormente, la separación del hierro no sería necesaria en la práctica. Este paso fue incluido en el diagrama del flujo industrial del laboratorio para eliminar la pequeña pero significativa cantidad de hierro introducido por la corrosión del filtro de acero suave.

COMPOSICIÓN DE LA PROPORCIÓN METAL-AMONÍACO:

El componente de sulfato de Ni del precipitado granular, más la pequeña cantidad de amoníaco perdida durante la lixiviación con sulfato de amonio, junto a una condición en la cual la proporción molar de níquel a liberar amoníaco "Amínico" en la solución preñada es aproximadamente 1,8-1.

La proporción óptima para la reducción del níquel es cerca de 2 a 1 o ligeramente alta. La composición de la solución a una proporción un poco más alta que

esta, es lograda añadiendo amoníaco; la reacción -
que tiene lugar sería como sigue:



REDUCCIÓN DEL NIQUEL:

Durante la reducción del níquel, la solución purifi-
cada es autoclaveada de 350-400 °F (436,4-464,2 K)
con hidrógeno a una presión total de cerca de 500 -
Psig (3442,4 KPa) en presencia de un catalizador de
Ni.

Como resultado, el níquel es reducido de acuerdo a
la siguiente ecuación:



También el cobalto puede ser reducido por este meca-
nismo, pero con condiciones ya técnicas operativas
propias, la reducción puede ser altamente selectiva
para el níquel, dejando la mayor parte del cobalto
y solamente un poco del níquel no reducido.

La precipitación de sulfuro mixto trae consigo la -
precipitación meramente del níquel y el cobalto no
reducido de la solución como sulfuros, añadiendo -
gas sulfuro-hidrogenado. Después de esta operación
es virtualmente una solución de sulfato de amonio -
libre de metal.

PRECIPITADO GRANULAR PRODUCIDO CORRIENTEMENTE
DESPUÉS DE SECADO A 220 °F.

Tabla #1	% por peso (1)	
	a)	b)
Ni	40,0	47,75
Co	0,48	0,58
Fe	-	0,01
Cu	-	0,1
Mn	-	0,1
Zn	-	0,27
Mg	-	0,16
Ca	-	0,01
NH ₃	-	0,13
S _{Total}	-	3,28
S _{Sulfato}	1,1	-
S _{No saturado}	1,9-2,6	0,18
CO ₂	-	7,2
SiO ₂	-	0,23
	49,4	34,3

El esquema representa el diagrama del equipamiento utilizado por Betelle para la obtención del polvo - de níquel metálico a escala de laboratorio.

El cual está provisto de los tanques de lixiviación y almacenamiento con un mecanismo de agitación en - su interior; 304 recipientes de acero inoxidable - con fondos cónicos y acoplados con calentadores de bandas eléctricas, su volúmen de trabajo de 70 a 80 litros. Estos tanques fueron cubiertos con tapas - con empaquetaduras metálicas y provistos con condensadores de reflujo para disminuir las pérdidas de amoníaco.

Un filtro de presión con un área de 0,5 pies (0,152 m) construido de acero suave y acoplado con calen-
tadores de bandos resistentes.

Un autoclave calentado electricamente fue utilizado en la oxidación y reducción del níquel. Este fue - acoplado con los usuales orificios de carga y des-
carga, de las bobinas de enfriamiento y varias tube-
rías de gases, tuberías de muestras, indicadores de presión, etc. Para conservar el amoníaco durante la oxidación fue provisto de un condensador.

LEYENDA

1. Tanque de lixiviación
2. Solución lixiviente filtrada del 1
3. Solución de la oxidrólisis con alimentación a re
ducción.
4. Autoclave para oxidrólisis y reducción con hidró

geno.

5. Precipitación sulfuro de hidrógeno
6. Almacenamiento de la solución estéril
7. Condensadores
8. Válvula de seguridad para oxidrólisis
9. Filtro prensa
10. Flujómetro
11. Tanque de medición: X - válvulas

CAPÍTULO III

DESARROLLO DEL TRABAJO

La materia prima para el desarrollo de este trabajo consistió en pulpa de carbonato básico de níquel obtenido en las torres de destilación de la planta metalúrgica, con alto contenido de tiosulfito ($S_2O_3^{2-}$).

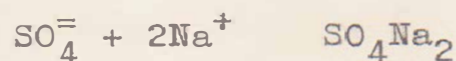
Los experimentos se realizaron en una autoclave de laboratorio diseñada al efecto, de un volumen total de 3 litros, a la que se le suministró calor mediante un mechero colocado en uno de los extremos del equipo en cuestión, que a su vez está sujeta mediante presillas metálicas a un equipo acoplado a un sistema mecánico que le infiere un movimiento horizontal en dos direcciones, afectándose así la agitación de la pulpa contenida en el interior del autoclave.

El reactivo empleado con el fin de ligar los compuuestos de azufre, después de saturados, fue el carbonato de sodio (CO_3Na_2) a un 98 % de pureza; el cual fue utilizado en distintos % del estequiométrico para cada contenido de compuestos no saturados de azufre en la pulpa.

Las variaciones del estequométrico fueron desde 120 hasta 200 %. La variación también de otros parámetros como la presión de oxígeno, temperatura, así como el tiempo de retención de la pulpa durante el proceso de oxidación.

METODOLOGÍA DE LA EXPERIMENTACIÓN:

Para la realización de los experimentos se determinó previamente la densidad de la pulpa a emplear en cada caso y se calculó la cantidad de sólido contenido, dato que posibilitó, conjuntamente con la reacción estequiométrica, la determinación de la cantidad de reactivo necesario para lograr el objetivo propuesto.



La pulpa ya preparada, fue sometida a un ciclo de venteo durante el proceso que se desarrolló en el autoclave colocado en el sistema mecánico descrito anteriormente, al tiempo que fueron variandose los parámetros antes mencionados.

Para determinar el % de sólido en la pulpa inicial fue empleada la siguiente fórmula

$$f = \frac{D_s(D_p - D_1)}{D_p(D_s - D_2)} \cdot 100$$

Donde: f - % en peso del sólido

D_s - Densidad del sólido (Kg/l)

D_p - Densidad de la pulpa (Kg/l)

D_1 - Densidad del licor (Kg/l)

Se tomó en cada experimento una muestra del sólido antes y después del tratamiento en el autoclave para el análisis en el laboratorio de los elementos de interés para la investigación.

3.1 Análisis de los resultados

Se realizaron un total 18 experimentos (Tabla #2) -

Experimentos 1-6:

En este grupo de experimentos el parámetro variable fue el tiempo de retención desde 1 hasta 3 horas, - la temperatura se mantuvo entre 90-110 °C, la presión de oxígeno fue de 2 atm (202,7 Pa) y el estequiométrico de CO_3Na_2 de 120 %. La densidad de la pulpa era de 1,175 Kg/m³.

En estas condiciones el % de saturación más alto alcanzado fue 56% y varió entre 27 y 67%.

Experimento 7:

En este caso se mantuvo el estequiométrico de 120% - y se variaron, la presión de oxígeno hasta 4 atm, - la temperatura se mantuvo en 90 °C (363 K) y el tiempo de retención fue de 3 horas.

En estas condiciones de trabajo se elevó notablemente el % de saturación hasta 67% por lo que se decidió variar el estequiométrico, hasta 180% ya que en las condiciones más favorables de presión, temperatura y el tiempo de retención, el 120 % del estequiométrico no arrojó resultados satisfactorios.

Experimentos 8-10:

Estos ensayos consistieron en usar el 180 % del estequiométrico, la presión de oxígeno se mantuvo en

4 atm (405,3 Pa) la temperatura fue de 110 °C (383 K) y el tiempo de retención varió desde 1-3 horas.

Estas condiciones de operación permitieron elevar - el % de saturación hasta 91% y aunque el resultado obtenido no fue el deseado si se mostraba un gran - salto en el camino escogido.

Experimentos 11-18:

Este grupo de experimentos que dieron continuidad al trabajo se efectuaron usando 200 % del estequiométrico del reactivo, la temperatura se mantuvo en 110 °C 383 K en todos los casos. Aquí se estudió el efecto de los parámetros de presión de oxígeno y el tiempo de retención que fueron variados de 4 hasta 6 atm. (0,6 a 7,8 KPa) y de 1 hasta 3 horas (0,4 05-0,6 07-KPa) respectivamente.

En todos los casos de presión 4-6 atm, se pudo comprobar que durante una hora de tratamiento sólo pudo lograrse un 95% de saturación, sin embargo se observó que con 4 atm (0,4053 KPa) de presión de oxígeno, 110 °C (303 K) de temperatura y 200% de estequiométrico, 3 horas eran suficientes para lograr el -- 100 % de saturación.

Se demostró también que con 6 atm (0,6 07KPa) de - presión de oxígeno y 200 % de estequiométrico, 2 ho ras de retención se satisfacía el 100% de saturación.

De igual forma al incrementarse el tiempo hasta 3 - horas y con 4 atm. 0,405,3 KPa de presión de O₂ el

resultado era también la máxima saturación.

Se hizo un análisis estadístico de regresión utilizando los datos de la tabla (3) encontrándose que la ecuación que rige el proceso de oxidación - de los compuestos no saturados de azufre es

$$y = -145.187 + 1,09594 PO_2 + 1,45211 t + 5,94602 t + 0,325019 Na$$

donde: y - % de conversión de los compuestos no saturados de azufre a sulfato

PO_2 - Presión de oxígeno

t - temperatura

- tiempo

Na - adición de carbonato de sodio

Teniendo la mejor influencia dentro del rango estudiado la temperatura y el % de CO_3Na_2 , con coeficiente de correlación de 0,93448 y 0,89276 respectivamente.

Se anexa análisis estadístico. Tabla 4.

Trabajo
de
Diploma

INSTITUTO SUPERIOR MINERO - METALURGICO
FACULTAD METALURGIA ELECTROMECHANICA

HOJA

No. _____

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

CONCLUSIONES

Una vez concluido este trabajo investigativo y luego de hacer una casuística valoración de los resultados obtenidos, se pudo comprobar que durante el tratamiento en el autoclave y empleando como agente oxidante el carbonato de sodio con un 98% de pureza es factible oxidar los compuestos no saturados de azufre presentes en la pulpa de carbonato básico de níquel, obtenidos en la empresa René Ramos Latour de Nicaro.

Entre los parámetros evaluados a través de toda la investigación, presión de oxígeno, % de estequiométrico, temperatura y tiempo de retención, en 4 de las 18 pruebas realizadas se llegó a un 100% de saturación, por lo que puede decirse que el tiempo de retención y el % de estequiométrico son los parámetros de mayor influencia en la realización del proceso investigado.

Se pudo determinar que el 200 % de estequiométrico, es el óptimo, según los resultados obtenidos en las condiciones de trabajo en que se llevaron a efecto los experimentos, el tiempo de retención de 3 horas, la presión de oxígeno de 4 atm. y la temperatura de 110 °C.

También pudo comprobarse que durante una hora de tratamiento, no es posible lograr una saturación total en las condiciones más agresivas del proceso de oxidación.

RECOMENDACIONES

Se recomienda el empleo de este sistema para la obtención del C.B. Ni libre de compuestos no saturados de azufre. Este objetivo se logra en el D.I.D. añadiendo el reactivo al licor preñado de níquel, - este procedimiento presenta el inconveniente de manejar en el autoclave, en determinadas ocasiones un considerable volumen de licor con bajo contenido de níquel por lo que se desperdicia reactivo.

La ventaja del método estudiado radica en que brinda la posibilidad de manipular menor volumen con - elevado contenido de níquel en la pulpa.

Se recomienda continuar investigando en un rango - más amplio, la temperatura y la presión, los que como puede apreciarse en los resultados no quedaron - puramente definidos durante la experimentación.

Se sugiere realizar, para futuras investigaciones - un diseño de experimento para la optimización de - los parámetros.

Se recomienda además, realizar una valoración económica del método estudiado, lo que en definitiva decidirá su futura aplicación.

BIBLIOGRAFÍA

PAULOV. K.F. Problemas y ejemplos para el curso de operaciones básicas y aparatos en tecnología química.

PERRY, John. Manual del ingeniero químico

SEIBT, Willie; WEIR, Donald R. Producción de polvo metálico de Ni a partir del carbonato básico de níquel.

Enciclopedia de Tecnología Química T-II

Química General Moderna T-II

- Informes y revistas científicas-técnicas.

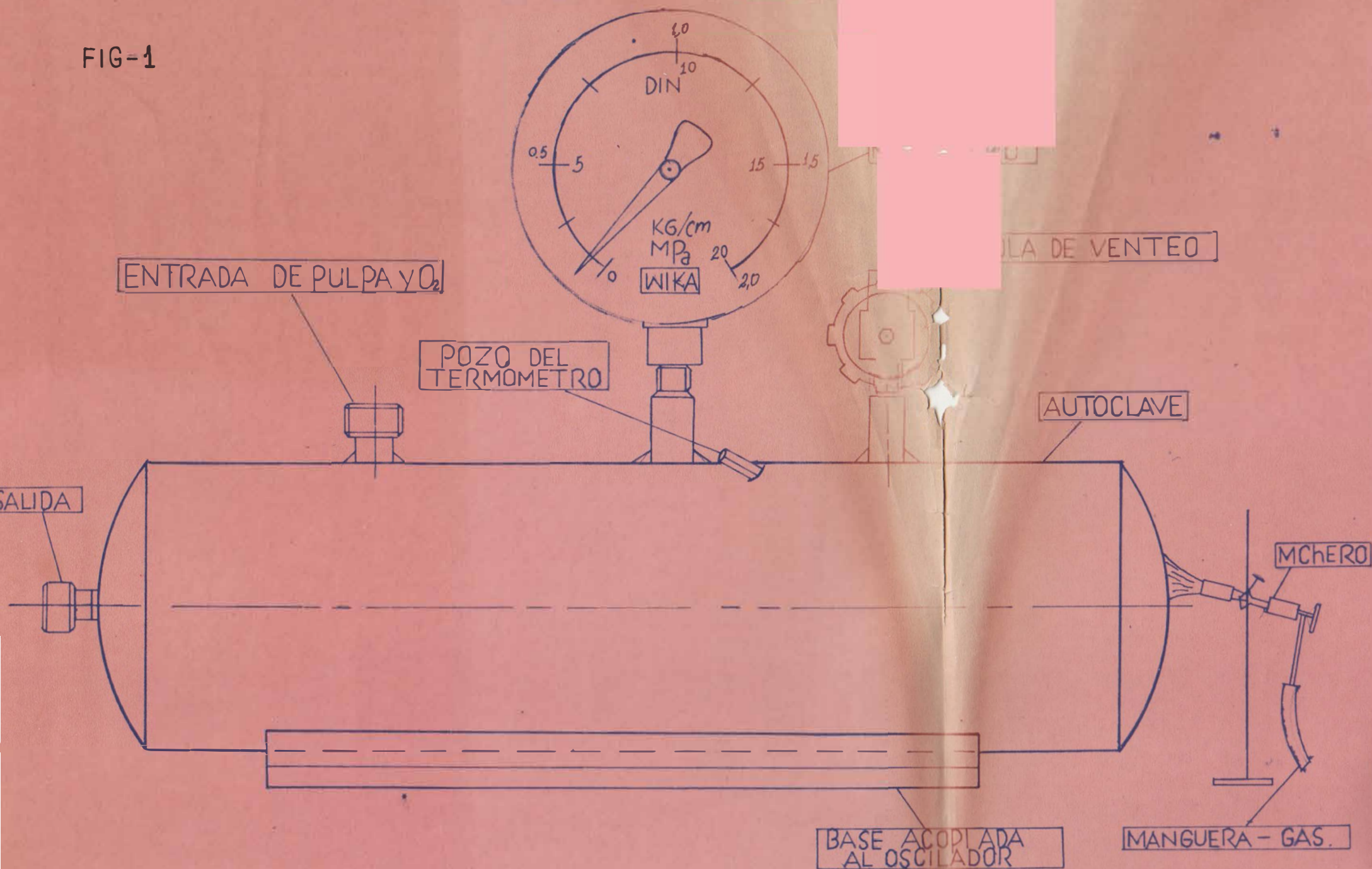
A N E X O S

TABLA #2

PRUEBA No. 1	P02	T3		% ESTO CO3N	VOL		MASA INIC. PULPA	Ni	Co	Fe	H2O	SiO2	S	Na	SATU- RACION
	Atm	°C	Hrs	%	l	g/cm3	g	%	%	%	%	%	%	%	%
CABEZA	-	-		-	-	-	-	50.4	.687	.13	70.8	2.12	3.37	.008	-
1	2	90-100	1	120	3	1175	764	52.11	.69	.144	70.6	1.16	-	.012	45.3
2	2	90-100	2	120	3	1175	764	51.8	.677	.131	70.6	.916	1.81	.007	56.5
3	2	90-100	3	120	3	1175	764	52.6	.695	.136	71.1	.685	1.95	.012	67.45
4	2	90	1	120	3	1175	764	53.4	.7	.145	68.9	1.43	2.19	.008	32.5
5	2	90	1	120	2	1175	508	48.5	.708	.14	69.2	1.54	2.27	.007	27.3
6	4	110	3	120	2	1175	508	48.6	.63	.215	61.5	1.69	-	.115	67.4
7	2	90	1	120	2	1175	508	50.9	.643	.235	67.6	1.81	-	.003	14.6
CABEZA	-	-	-	-	-	1228	664	51.8	.883	.288	65.5	2.26	3.4	.011	-
8	4	110	3	180	2	1228	664	48.6	.873	.303	67.4	.23	1.84	.035	89.6
9	4	110	2	180	2	1228	664	51.2	.882	.247	66.6	.24	-	-	89.4
10	4	110	1	180	2	1228	664	51.6	.89	.325	63.2	.2	-	.068	91.15
11	4	110	1	200	2	1228	664	51.6	.862	.329	65.2	.21	1.72	.04	90.71
12	4	110	2	200	2	1228	664	60	.865	.425	63.4	.2	1.72	.014	91.15
13	4	110	3	200	2	1228	664	50.9	.863	.413	65.5	-	1.67	.017	100
14	6	110	1	200	2	1228	664	51.3	.848	.418	64.9	.11	1.59	.009	95.14
15	6	110	1	200	2	1212	616	50.9	.913	.31	69.5	.11	1.94	.038	95.14
16	6	110	2	200	2	1167	486	51.8	.887	.288	67.5	-	1.29	.013	100
17	4	110	3	200	2	1176	512	51.8	.862	.247	68.7	-	1.26	.016	100
18	4	110	3	200	2	1176	512	51.8	.86	.32	68	-	1.22	.021	100

AUTOCLAVE DE OXIDA

FIG-1



ESQUEMA DE PRECIPITACION DE NIQUEL METALICO EN POLVO

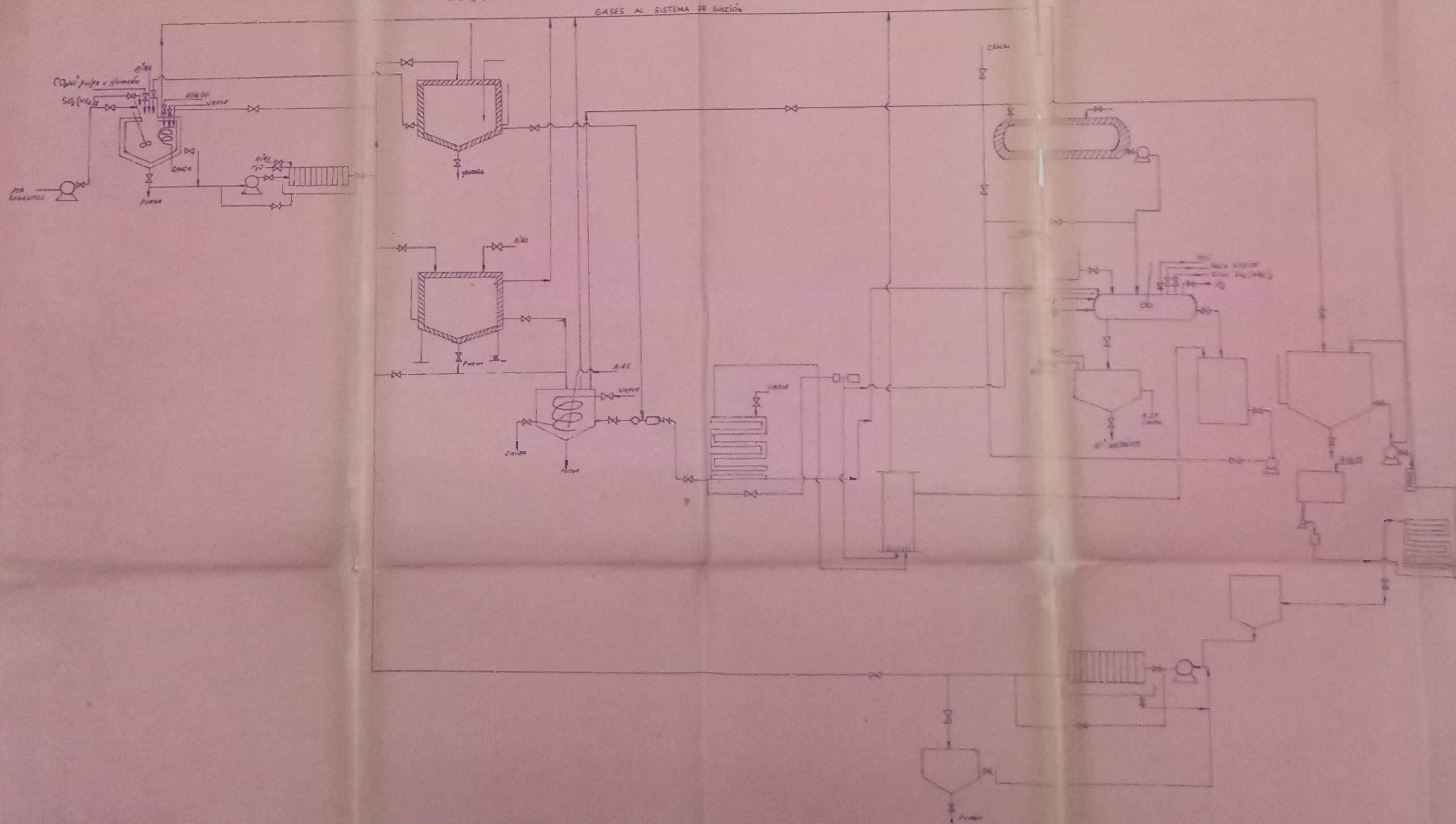


Tabla #3

Anexo

DATOS UTILIZADOS EN EL ANÁLISIS ESTADÍSTICO

PO ₂ Atm	Temperatura °C	Tiempo h	% Esteq. CO ₃ Na ₂	% Saturac.
2	95,5	1	120	45,3
2	95	2	120	56,6
2	95	3	120	67,5
2	90	1	120	32,5
2	90	1	120	27,3
4	110	3	120	67,4
2	90	1	120	14,6
4	110	3	180	89,8
4	110	2	180	89,4
4	110	1	180	91,2
4	110	1	200	90,7
4	110	2	200	91,2
4	110	3	200	100,0
6	110	1	200	95,1
6	110	1	200	95,1
6	110	2	200	100,0
4	110	3	200	100,0
4	110	3	200	100,0

TABLA #4

Anexo

MULTIPLE LINEAR REGRESSION

Dependent variable: 5 5SAT

18 Valid cases

Coeff of determ	0,929340	Estimated constant term:	- 245.187
Multiple corr coeff:	0,964023	Standard err of estimate:	8.58838

Analysis of variance for the regression:

Source of variance	Degrees of freedom	Sum of squares	Mean of squares	F Test	Prob.
Regression	4	12611,6	3152,90	42.7451	0,000
Residuals	13	958,884	73,7603		
Total	17	13570,5			

Variable	Regression Coefficient	Standardized Coefficient	Standard Error	t	Prob
1 P02	1,09594	0,0548567	3,26558	0,335604	0,7425
2 Temp	1,45277	0,443115	0,660718	2,19878	0,0466
3 Tiempo	5,94602	0,189460	2,91893	2,03705	0,0625
4 % CO ₃ Na ₂	0,325019	0,437997	0,115960	2,80284	0,0149

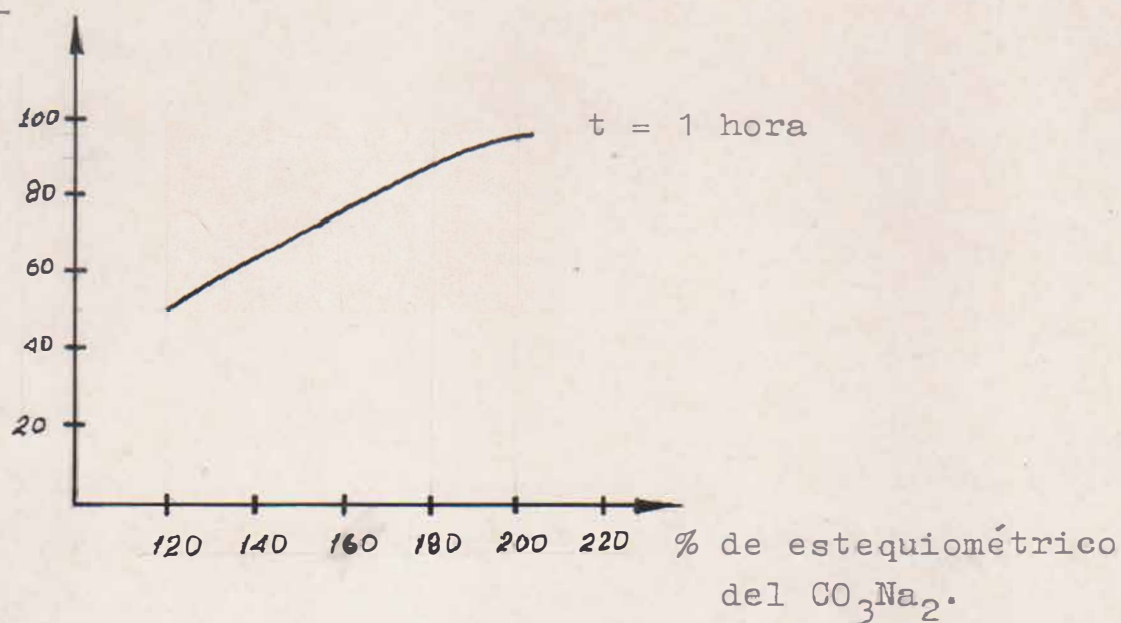
CORRELATION MATRIX

Variables:

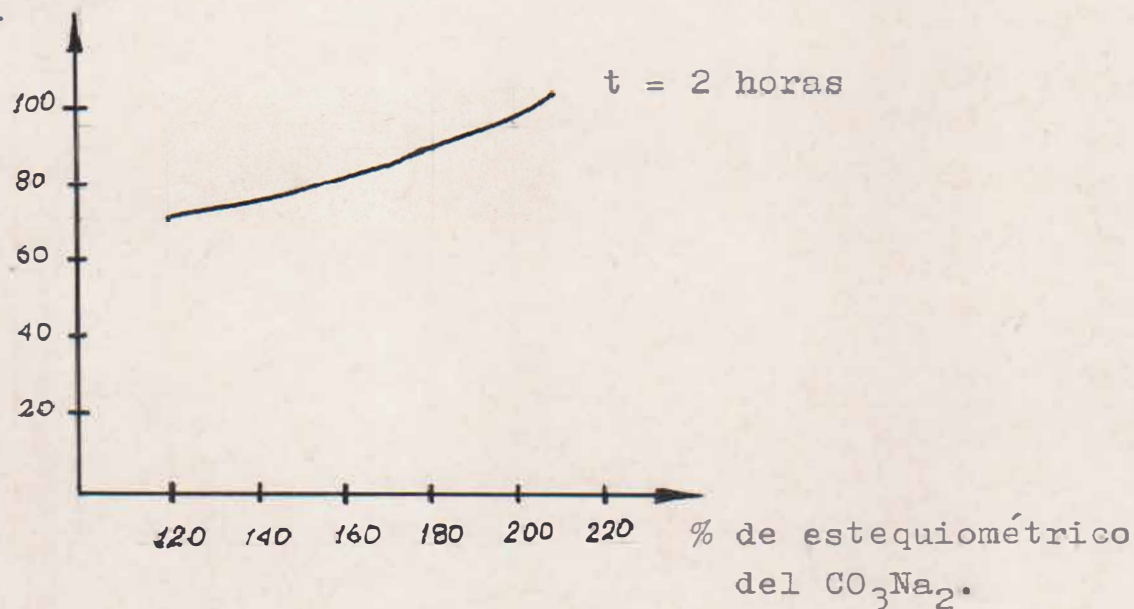
1 P02	1,00000				
2 Temp	0,84466	1,00000			
3 Tiempo	0,06160	0,36647	1,00000		
4 % CO ₃ Na ₂	0,82298	0,85754	0,15636	1,00000	
5 % Sat	0,80127	0,93448	0,42371	0,89276	1,00000
1 P02		2 Temp	3 Tiempo	4 % CO ₃ Na ₂	5 % Sat.

COMPORTAMIENTO DEL % DE SATURACIÓN EN VIRTUD DEL % DE ESTEQUIOMÉTRICO PARA VARIOS TIEMPO DE TRABAJO.

% de Saturación.



% de Saturación.



% de Saturación.

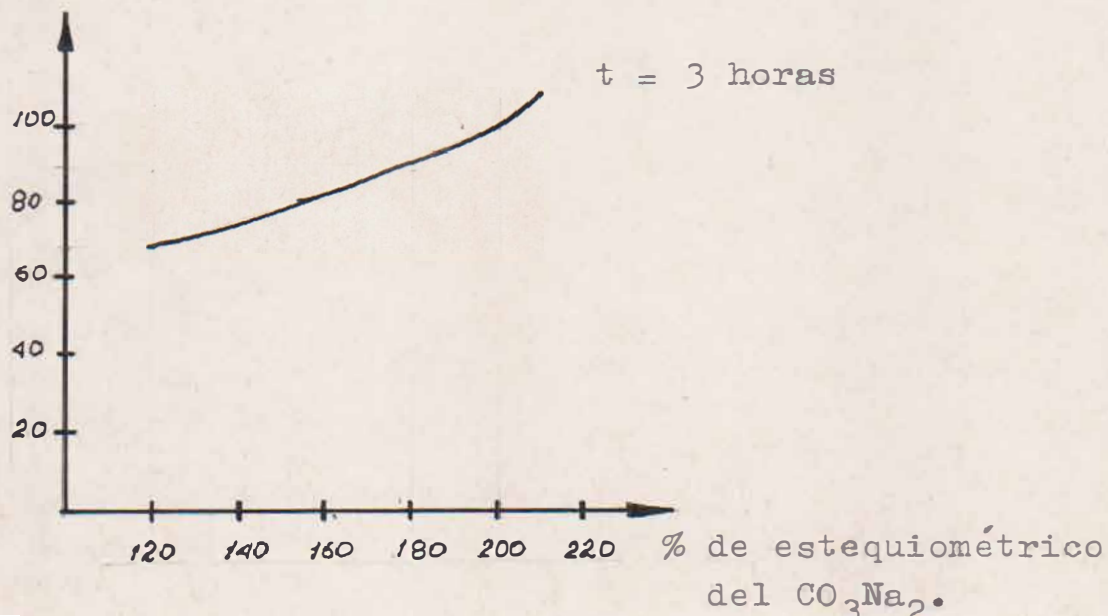


FIG-3

DIAGRAMA DE FLUJO OBTENCION DEL C.B.Ni: PURIFICADO

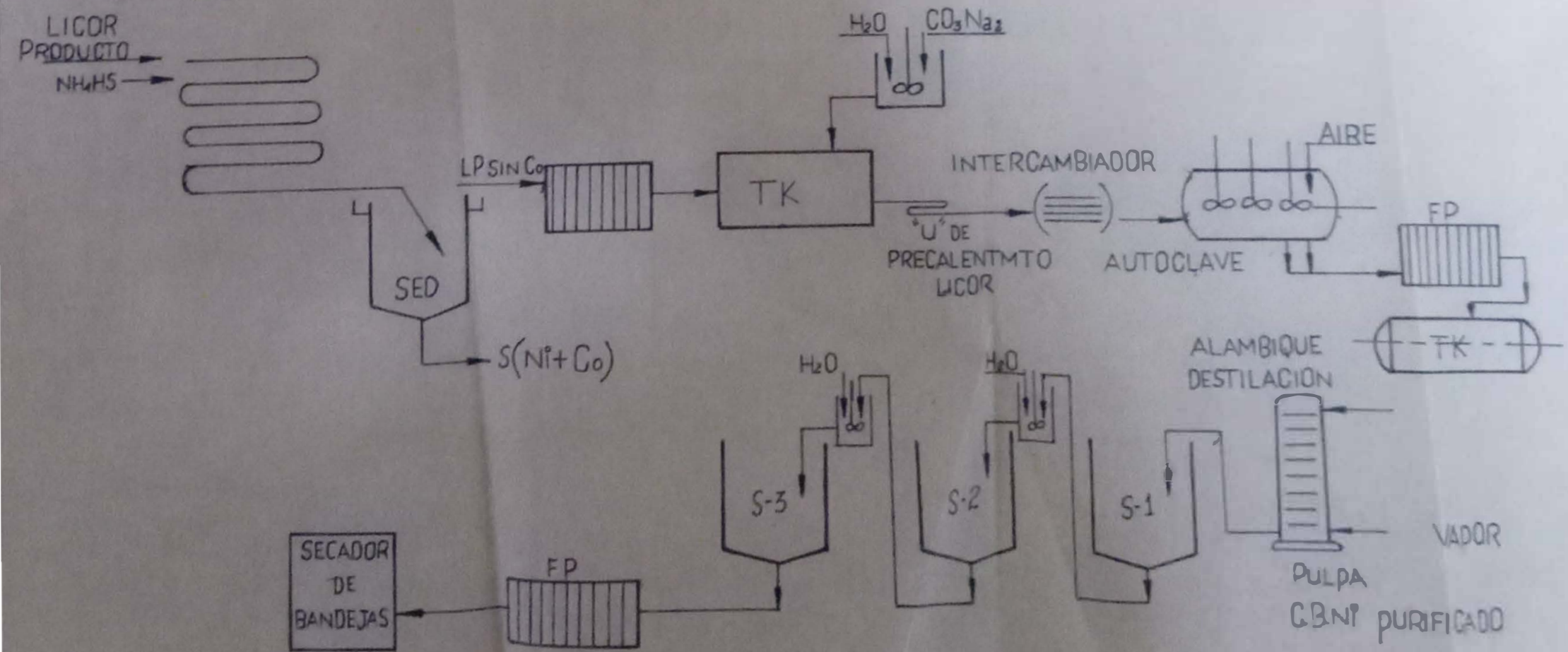
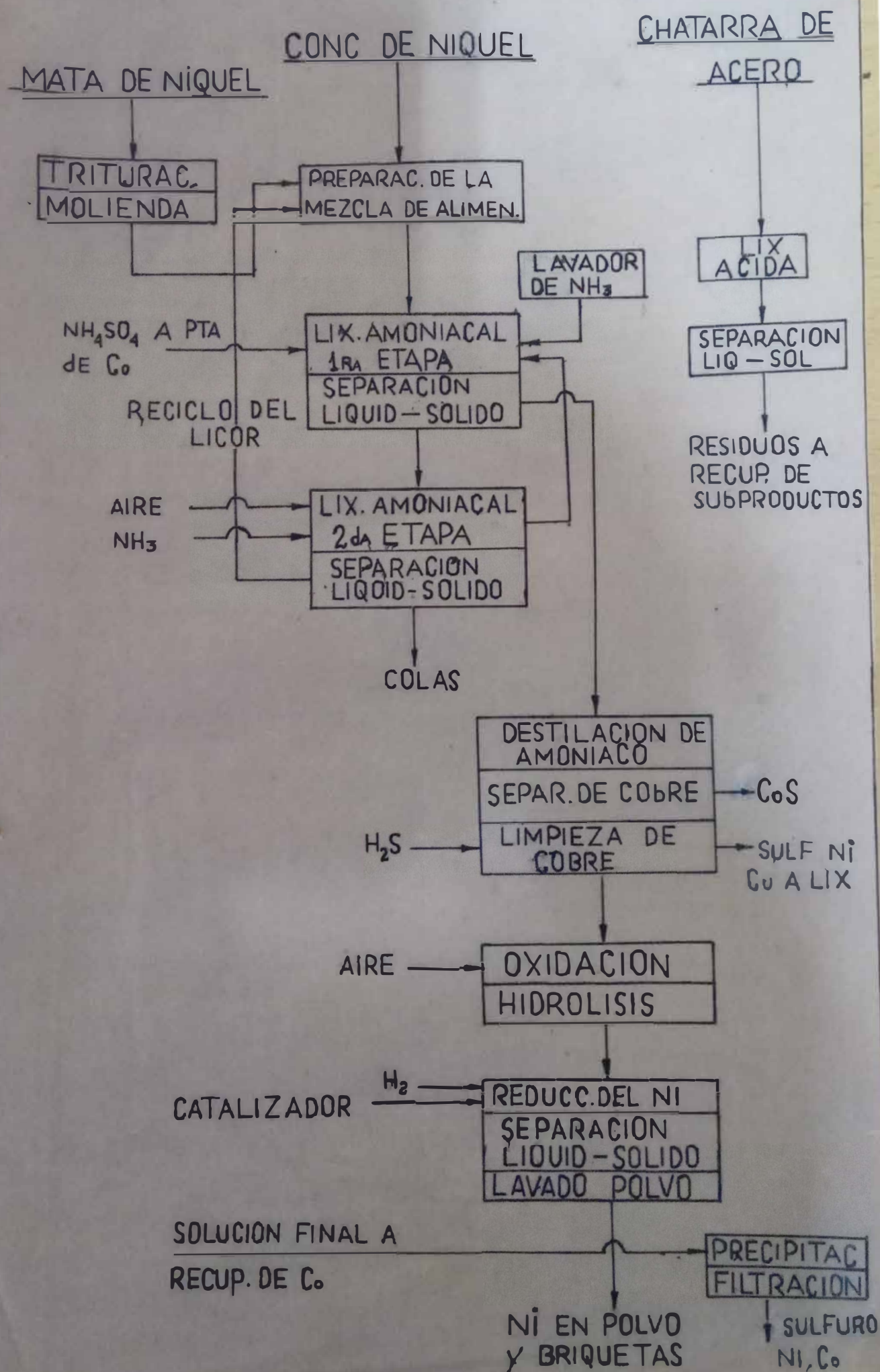
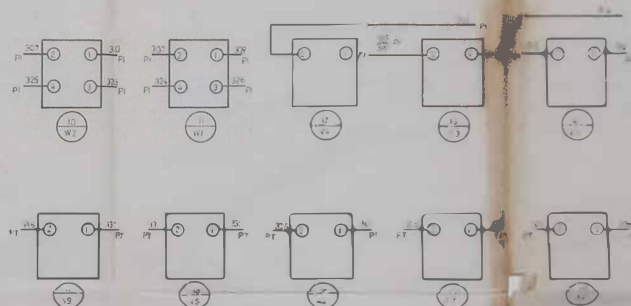


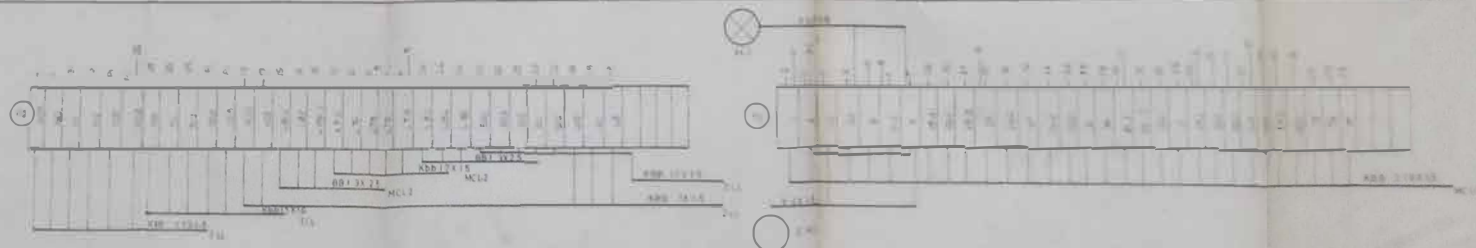
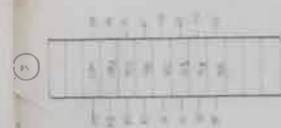
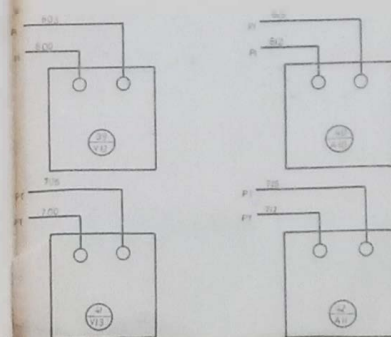
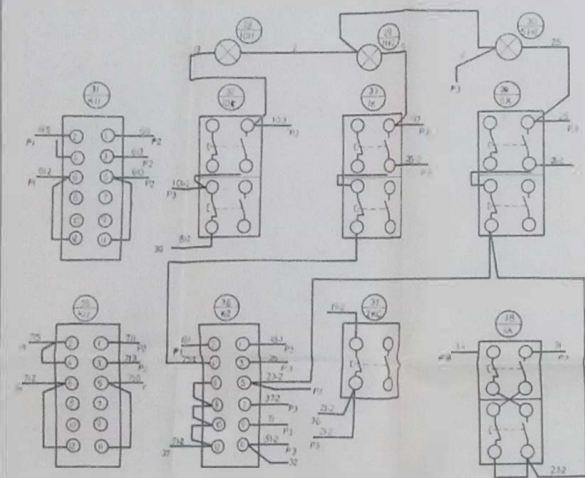
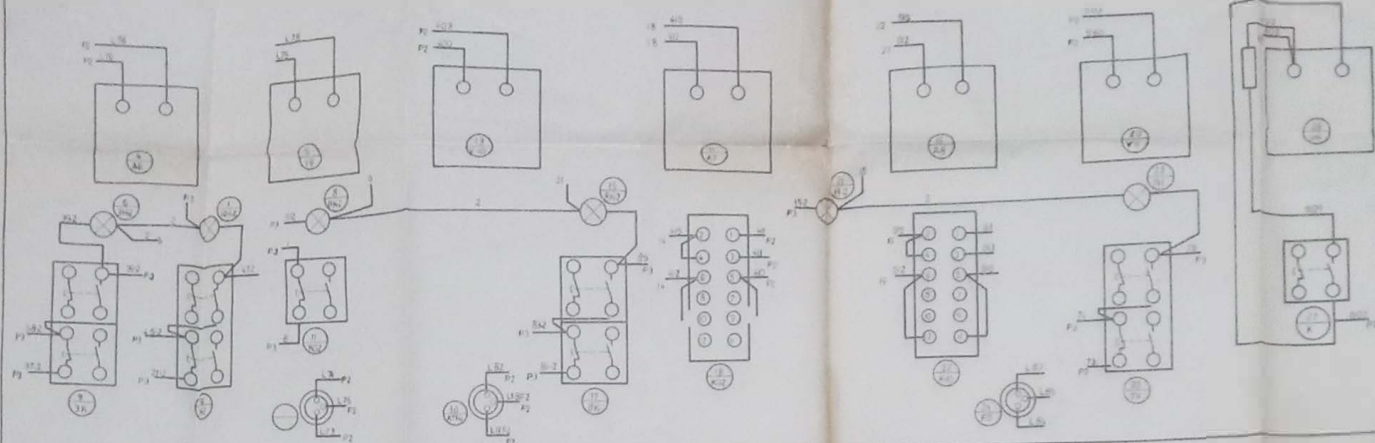
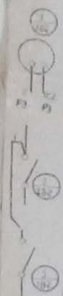
DIAGRAMA DEL FLUJO DE LA REFINERÍA DE NIQUEL SHERRITT GORDON. CANADA



[illegible]

1.86.1	38
1.82	38
1.81.1	18
1.03	27
1.05	27
1.74	41
1.73.1	41
1.01.1	36
1.5	36
1.5	41
1.5	41
1.03.1	42
1.03	42
1.1	45
1.1	45
2	46

BANCO DE PRUEBA DE (CA)		ISMM	
		ETAPAS DE ELABORACION	
ANALISIS	DESARROLLO	ELABORACION	REVISION
1	2	3	4



BANCO DE PRUEBA DE CD		ISMM	
FECHA	1998	FECHA	1998
PROF.	1998	PROF.	1998
1998	1998	1998	1998
1998		1998	