

REPUBLICA DE CUBA
MINISTERIO DE EDUCACION SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
“Dr. Antonio Núñez Jiménez”
FACULTAD METALURGIA Y ELECTROMECHANICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA.

TRABAJO DE DIPLOMA

Título: Evaluación experimental de la recuperación de cobalto mediante la lixiviación orgánica a partir de las colas de la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara”.

Autor: Rolman Miguel Peláez Rivera

Tutor(s): Dr.C Juan Rodríguez Gamboa

Dr.C Amaury Palacios Rodríguez

MOA - 2002
“Año de los Héroes Prisioneros del Imperio”

REPUBLICA DE CUBA
MINISTERIO DE EDUCACION SUPERIOR
INSTITUTO SUPERIOR MINERO METALÚRGICO
"Dr. Antonio Núñez Jiménez"
FACULTAD METALURGIA Y ELECTROMECHANICA
DEPARTAMENTO DE METALURGIA.

TRABAJO DE DIPLOMA

Título: Evaluación experimental de la recuperación de cobalto mediante la lixiviación orgánica a partir de las colas de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara".

Autor: Rolman Miguel Peláez Rivera

Firma: _____

Tutor(s): Dr.C Juan Rodríguez Gamboa

Firma: _____

Dr.C Amaury Palacios Rodríguez

Firma: _____

MOA - 2002
"Año de los Héroes Prisioneros del Imperio"

Dedicatoria:

Dedico este sencillo trabajo, que es solo un ápice del esfuerzo que merecen, a mis padres que me han educado esperando de mí lo mejor de un joven cubano de estos tiempos y ansiando lo mejor para un hijo.

A mi padre por su ejemplo y especialmente a mi muy querida madre por su gran esfuerzo y sin el cual no hubiese llegado hasta aquí. "Mami, si alguna vez leyeras esta dedicatoria sabrás que está dedicada a ti."

Rolman M. Peláez.

Agradecimientos:

Son muchas las personas a quien debo agradecer la culminación exitosa de este trabajo, enumerarlos no podría pero un elemental deber de gratitud hace que no falten estos nombres:

A mis padres; Migdalia Rivera y Diune Peláez por su apoyo e incondicional ayuda en todo momento.

A mis tutores; Dr.C Juan Rodríguez y Dr.C Amaury Palacios por su gran empeño científico y técnico.

A mis amigos por su franca ayuda.

A la Revolución Cubana por darme el derecho a esta formación profesional.

A todos, Muchas GRACIAS

RESUMEN

En el presente trabajo se realiza un estudio de las regularidades físico-químicas del proceso de lixiviación del cobalto de las colas de la Fábrica de níquel Comandante "Ernesto Che Guevara" de Moa, empleando como agente lixivante el ácido tartárico.

Con la investigación se logra comprobar la influencia que tienen el porcentaje de sólido alimentado, la concentración de ácido inicial, el flujo de solución y la temperatura en el proceso de extracción del cobalto.

Se determina el modelo matemático que permite evaluar la recuperación de cobalto en las colas así como el nivel de influencia de los diferentes factores.

Además se muestran los resultados de una evaluación de prefactibilidad económica preliminar.

SUMMARY

Presently work is carried out a study about the physical-chemical regularities of the cobalt leaching process of the lines of the nickel "Major Ernesto Che Guevara" Factory , located in Moa , using as leaching agent the tartaric acid.

With the investigation it is possible to check the influence that they have the percent of fed solid, the acid initial concentration, the solution flow and the temperature in the process of extraction of the cobalt.

The mathematical pattern is determined that allows to evaluate the cobalt recovery in the lines as well as the level of influence of the different factors.

Are also shown the results of an evaluation of preliminary economic prefactibility.

INDICE

-	Capitulo. I. Introducción.....	1
-	1.1- Problemática actual del cobalto en la tecnología Caron.....	1
-	1.2- Causas de la baja recuperación de Cobalto.....	3
-	1.3- Antecedentes sobre el estudio para el tratamiento de las colas de la tecnología Caron.....	4
-	1.4- Características de las colas de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.....	5
-	1.4.1- Características químicas de las colas.....	5
-	1.4.2- Composición mineralógica.....	6
-	1.4.3- Granulometría.....	9
-	1.4.4- Porosidad.....	9
-	1.5- Aspectos generales sobre la recuperación de cobalto a partir de materiales oxidados.....	10
-	1.6- Características de los ácidos orgánicos más utilizados.....	11
-	Capitulo II. Desarrollo.....	14
-	2.1- Preparación de las colas para la lixiviación.....	14
-	2.1.1- Preparación de las disoluciones.....	14
-	2.2- Instalación y materiales.....	16
-	2.2.1- Instalación.....	16
-	2.2.2- Características del ácido tartárico.....	17
-	2.2.3- Materiales de la investigación.....	21
-	2.3- Análisis de los resultados.....	22
-	2.3.1- Comportamiento del pH de la solución durante el proceso.....	23
-	2.3.2- Influencia de la concentración inicial de ácido sobre la lixiviación del Co.....	23
-	2.3.3- Influencia de la temperatura sobre la lixiviación el Co.....	24
-	2.3.4- Influencia del porcentaje de sólido sobre la lixiviación del Co.....	25

- 2.3.5- Influencia del flujo de solución sobre la lixiviación del Co.....	28
- 2.3.6- Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción de Co.....	29
- 2.3.7- Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción de Ni.....	45
- 2.3.8- Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción de Mn.....	48
- 2.4- Estudio de prefactibilidad económica de recuperación de Co a partir de las colas con ácido orgánico.....	52
- 2.4.1- Cálculo de prefactibilidad económica.....	54
- Capítulo III	55
- Conclusiones.....	55
- Recomendaciones.....	56
- Bibliografía.....	57

CAPITULO I

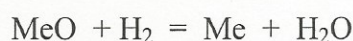
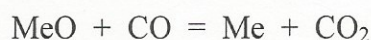
CAPITULO I. Introducción.

1.1- Problemática actual del cobalto en la tecnología Caron.

En nuestro país la recuperación del níquel a partir del mineral laterítico se lleva a cabo por las tecnologías: Lixiviación Ácida a presión y Carbonato Amoniacal.

En la fábrica "COMANDANTE ERNESTO CHE GUEVARA" de Moa el mineral laterítico se procesa por la vía Carbonato Amoniacal, esta tecnología incluye las siguientes etapas:

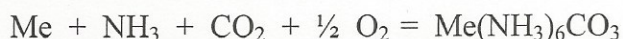
- 1- Reducción de las menas mediante el uso de agentes reductores gaseosos, cuya composición es 28% de Monóxido de carbono (CO), 5% de dióxido de carbono (CO₂) y 15% de hidrógeno (H₂), con los cuales se logra la reducción de los metales, verificándose las siguientes ecuaciones. generales:



Donde: Me → Níquel (Ni), Cobalto (Co), Hierro (Fe) y otros.

Con la reducción se logra un grado de reducción del Ni del 85%.

- 2- La lixiviación del níquel se realiza en turboaeradores en presencia del Carbonato de amonio ((NH₄)₂CO₃) y Hidróxido de amonio (NH₄OH), según la siguiente ecuación general:



Los óxidos de hierro son insolubles y en estas condiciones quedan en las colas de lixiviación. El cobalto pasa a la solución sólo parcialmente (en 20-40%), mientras que la mayor parte del mismo se pierde en las colas

- 2.1- La pulpa espesada se suministra a una serie de espesadores en los que se realiza el lavado de la solución.

- 2.2- La solución clarificada se envía a las torres de destilación para extraer el amoníaco por el vapor vivo. Ocurre la descomposición de los complejos de níquel o cobalto formando la pulpa de carbonatos y amoníaco. La pulpa se espesa y se filtra el amoníaco, el anhídrido carbónico y el vapor de agua se preparan y se recirculan al sistema.



3- Los carbonatos se someten a la calcinación en los hornos tubulares giratorios hasta obtener el protóxido de Níquel, verificándose la siguiente reacción:



3.1- El protóxido de níquel obtenido en estos hornos se sinteriza en las máquinas de aglomeración, ocurriendo la siguiente reacción:



Para procesar la menas por dicha tecnología se realiza un minado selectivo, procesándose una mezcla de mena limonítica y serpentínica (serpentina blanda) . La serpentina dura no se procesa debido a que su bajo contenido de níquel no cumple con las exigencias establecidas por dicha tecnología.

Esta tecnología genera alrededor del 99% de desechos (colas) del material alimentado inicialmente ya que lo que se extrae es alrededor del 1% del material alimentado inicialmente y en estas colas el contenido de cobalto es elevado (0,09-0,12).

El problema que se toma en consideración es :

El elevado contenido de Co en las colas de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara debido a la baja recuperación de este en la tecnología Caron. El objetivo del presente trabajo es:

Evaluar la posibilidad de recuperar el cobalto presente en estas colas mediante la lixiviación con ácido tartárico y la influencia de varios factores sobre la misma.

La Hipótesis que se sostiene es la siguiente: Si se determina que el cobalto presente en estas colas es lixiviable con el ácido tartárico y se obtiene la ecuación que rija este proceso, se obtendrá una vía para la recuperación del cobalto de las colas de la Empresa “Comandante Ernesto Guevara de la Serna” con este ácido.

1.2- Causas de la baja recuperación de cobalto en la tecnología Caron.

1. Para el cobalto, los valores de extracción son bajos (35 – 38 %) debido a que las condiciones de lixiviación no son propicias para este metal.
2. Pérdidas de cobalto por formar soluciones sólidas con la maghemita. Al comienzo de la lixiviación se forma la magnetita, la que al oxidarse hasta maghemita comienza a coprecipitar el cobalto (III). En el caso del níquel no se aprecia ninguna pérdida.
3. Pérdidas por coprecipitación segregante o absorción del cobalto en los defectos de la estructura cristalina de los óxidos e hidróxidos de hierro.
 - Estas reacciones se llevan a cabo paralelamente con las anteriores y son las mas peligrosas porque participa toda la masa de óxidos e hidróxidos de hierro formada durante la lixiviación en la que es mayoría la Goethita.
 - La mayor parte del cobalto coprecipitado no se recupera comportándose con la siguiente regularidad:
 - * Mientras mayor es la aireación específica en los reactores de lixiviación, mayor es la pérdida de cobalto debido a que los óxidos obtenidos tendrán mayores defectos y por tanto mayor capacidad de alojamiento para el cobalto (3+).

Para procesar las menas por dicha tecnología se realiza un minado selectivo, procesándose una mezcla de mena limonítica y serpentínica (serpentina blanda). La serpentina dura no se procesa debido a su bajo contenido de níquel.

Por esta tecnología el 82% de la materia prima se pierde como desechos (colas) del material alimentado inicialmente y en estas colas el contenido de cobalto es elevado (0.09 - 0.12 %).



ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

1.3- Antecedentes sobre el estudio para el tratamiento de las colas de la tecnología Caron.

En el informe existente en el centro de investigaciones siderúrgicas de Nicaro, el cual se nombra " Informe sobre las investigaciones de obtención de semiacero a partir de las colas de Nicaro" se notó una reacción endotérmica al realizarle análisis térmico a dichas colas, o sea, la absorción de calor, en la zona de 300 y 700 °C, por lo que se previó que en las colas existe no sólo humedad interna, sino la humedad cristalina y además de sales carbónicas en pequeñas cantidades.

Para las investigaciones sobre la obtención del semiacero se recibió el 26 de agosto del año 1969 un barco con 3000 toneladas de colas de Nicaro y 20 toneladas de bentonita, siendo esta la primera vez que en la república de Corea se trabajó con mineral cubano.

En otro informe existente en el centro de investigaciones siderúrgicas de Nicaro Estudio sobre el beneficio de colas de la fábrica de Nicaro y la sinterización de concentrados ferrosos, apreciamos que en este trabajo el cual se realizó en cooperación con especialistas de la ex URSS se llegaron a obtener en el proceso de beneficio con separación por vía húmeda concentrados en los cuales la extracción de hierro desde las colas frescas ha constituido el 68,6% y la de las colas depositadas un 67-71.1%.

La humedad del cake durante la filtración de los concentrados alcanzó un 29%. Se ha notado que existe una cantidad remanente de petróleo en las fases sólidas y líquidas de las colas de cabeza, las cuales ejercen una influencia perjudicial en la estabilidad de los procesos de separación y filtración, así como en los índices tecnológicos correspondientes.

1.4- Características de las colas de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.

Caracterización de las colas.

De varias investigaciones se conoce que las colas de Moa para su explotación industrial es una mena compleja, debido a sus características físico-química y mineralógicas. La principal intención de este capítulo es brindar la información disponible acerca de la caracterización de esta posible fuente de materia prima para la industria nacional, en la obtención de subproducto que a la vez sirvan de materia prima en algunas de las ramas de la economía.

1.4.1 – Características químicas de las colas.

Los residuos sólidos no lixiviados obtenidos durante el proceso carbonato amoniacal son materiales esencialmente ferrosos, tabla 1.1, presentando además contenido significativo de sílice, en el orden de un 12 %, Mg, Cr y Al. Con determinadas cantidades de Mn, Ni y Co.

Tabla 1.1 Composición química de las colas en lixiviación y recuperación de amoníaco.

Muestras	Contenido de los óxidos de los componentes en %.							
	NiO	CoO	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	MnO
R-1	0,38	0,10	68,02	7,13	12,45	3,37	5,11	0,97
R-2	0,36	0,10	68,02	7,13	12,44	3,45	4,78	0,97
R-3	0,36	0,10	68,02	6,88	11,29	3,44	5,00	0,85
R-4	0,36	0,10	68,02	6,96	11,91	3,42	5,20	0,89
R-5	0,37	0,10	67,31	7,31	11,42	3,34	4,89	0,92
R-6	0,37	0,10	68,31	7,21	12,51	3,37	5,29	0,88
L-1	0,33	0,09	68,31	6,88	11,89	3,45	5,04	0,79
L-2	0,41	0,10	68,31	7,96	12,15	3,50	5,03	1,28
L-3	0,37	0,09	68,31	6,88	10,64	3,49	4,79	0,79
L-4	0,22	0,03	55,87	6,86	11,87	3,44	5,42	0,89
L-5	0,39	0,10	68,31	7,10	12,15	3,62	5,04	0,96
L-6	0,36	0,09	68,31	7,11	12,15	3,49	5,19	0,97

Observaciones: Las muestras designadas con R-1, ..., R-6, corresponden a sección de recuperación de amoníaco. Las muestras designadas con L-1, ..., L-6, corresponden a sección de lixiviación.



ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

Químicamente no existe una marcada diferencia entre las colas del proceso de lixiviación y la de recuperación de amoníaco, pues sólo se nota determinadas fluctuaciones, de forma puntual, en los valores de la sílice, Fe, Co, Mn y Ni en los residuos de la etapa de lixiviación, haciéndola más heterogénea con relación a los residuos de recuperación de amoníaco. Tal vez las diferencias puedan ser más significativa en la composición mineralógica de estos productos.

1.4.2 – Composición Mineralógica.

Al valorar la composición mineralógica de las colas en las etapas de lixiviación y recuperación de amoníaco, es notorio la existencia de las fases de cromoespinelas: Mg cromita ((Mg,Fe) Cr_2O_3) y donathita ((Fe,Mg) $(\text{Cr,Fe})_2\text{O}_4$) incluso trevorita (NiFe_2O_4) en estas colas, ellas tienden a estar presentes en los residuos de lixiviación principalmente, constituyendo una de las diferencias entre ambas colas, además de que en los residuos de la etapa de recuperación de amoníaco se presentan, con mayor frecuencia, como fases mineralógicas secundarias cuarzo y silicatos de Mg e Fe de la serie del olivino (forsterita-Fe)

El examen de microscopio reveló la presencia de las llamadas pseudo partículas en las cuales la magnetita o la cromita forman el núcleo rodeada por finas partículas de ganga adheridas a este.

A partir de los resultados de la DRX y el análisis químico se estimó la composición mineralógica, los que ofrecemos en la tabla N° 1.2.

Tabla N° 1.2. Composición mineralógica.

FASE MINERALÓGICA.	FÓRMULA.	CONTENIDO, %.
Maghemita.	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	65.86
Cromita.	$(\text{Fe, Mg})\text{O} \cdot (\text{Cr, Al})_2\text{O}_3$	14.17
Forsterita.	$2(\text{Mg}_{0.96}\text{Fe}_{0.04})\text{O} \cdot \text{SiO}_2$	14.07
Cuarzo	SiO_2	5.9
Trevorita	NiFe_2O_4	-



La maghemita es la fase mineral principal que compone estas colas, con un cuadro difractométrico bien definido, es la predominante en todas las muestras analizadas, tanto en los residuos de la etapa de lixiviación como recuperación de amoníaco. Constituye un material de color negro muy magnético, brillo semimetálico y se caracteriza por una granulometría fina, menor de 325 mesh, lo que concuerda con los resultados de Ponce, 1979, donde expone que casi toda la fracción menor de 63 micrones representa el 74,28 % en peso, siendo un material predominantemente magnético. Ya Sobol, 1968, la había detectado analizando la pulpa laterítica en el proceso de lixiviación ácida a presión, registrándola como una fase metaestable, colector de algunos metales como el Ni^{+2} y Co^{+2} para alcanzar mayor estabilidad cristalina, es una fase isoestructural con magnetita y cromoespinelas pero más propia para los ambientes oxidantes, pH próximo a 7 y a 25 °C, como lo exponen Taylor y Schwertmann, 1974a y b, en suelos lateríticos.

Existen otros trabajos que aunque su objetivo específico no era el estudio de la composición mineralógica de las colas, si contribuyen a confirmar resultados obtenidos en investigaciones anteriores y en el mejor de los casos constituyen aportes al conocimiento de este complejo recurso mineral. Tal es el caso de los estudios realizados desde 1990 hasta 1994 en el CIS, CENIM y CEADEN, donde se estudiaron muestras tomadas en una instalación de beneficio combinado (clasificación – separación magnética – concentración gravimétrica) a escala de laboratorio ampliado.

Otro trabajo en el cual se exponen los resultados de la determinación de las fases minerales que componen el residuo no lixiviado (colas) de la Empresa Comandante “Ernesto Che Guevara” es el expuesto por el Dr. Rojas Purón en el evento CINAREM, en(2002), en el cual demostró la aparición por primera vez para los depósitos cubanos, como fase mineral principal la maghemita antes mencionada

Rojas Purón planteaba a modo de resumen que las colas de Moa presentan como fase mineral principal en la composición de las colas la fase maghemita, una fase con aspectos cristaloquímicos interesantes, debido a considerarse una fase mineral metaestable Sobol, 1968. Esta es una fase mineral importante en la composición de las colas del proceso Caron. La presencia de la maghemita en las lateritas, en particular en los horizontes superiores de los



perfiles lateríticos, ha sido reportada por diferentes investigadores, así tenemos a Robertson, 1996, detecta maghemita en los nódulos lateríticos y pisolíticos en el cratón Yilgarn, Australia; Pérez-Rodríguez y otros, 1996, en suelos del suroeste de España junto con talco, los cuales poseen alto contenido de Fe; Djemai y Soubies en 1996 establecen a la maghemita como un marcador paleoambiental en áreas de Salitre, Minas Gerais, Brasil, tal vez lo encuentren como una fase muy sensible a los cambios climáticos relacionado con su carácter metaestable de existencia. En los productos de meteorización sobre basalto, en un clima seco y frío, Bender-Koch y otros, 1995, han encontrado un material rojo parduzco compuesto por magnetita-maghemita, donde la hematita no pudo ser detectada. Taylor y Schwertmann, 1974 a y b, realizan un estudio pormenorizado de la presencia de la maghemita en los suelos australianos, donde ha existido un alta meteorización con una proporción variable de hematita y ocasionalmente goethita, aquí el cuadro difractométrico y los bajos contenidos de Fe^{+2} (4 a 15 % de Fe total) de una fase magnética identificada como $\gamma \text{Fe}_2\text{O}_3$, maghemita donde los datos de IR y DTA lo confirman.

Merece un tratamiento aparte la identificación de la maghemita ante la magnetita, dado su parecido físico y estructural, ya Taylor y Schwertmann, 1974a han expuesto que la diferencia está dada además de los contenidos de Fe^{+2} más bajo los reflejos difractométricos d_{220} para la maghemita es de $2,950 \text{ \AA}^0$, en tanto para la magnetita tiende hacia $2,967 \text{ \AA}^0$, siendo además ligeramente soluble en ácido oxálico la maghemita. Da Costa y otros, 1996, han caracterizado la maghemita empleando Espectroscopia Mosbauer, la cual es sustituida en buena medida por Al. Con esta misma técnica Hunt y otros, 1995, han valorado el efecto del tratamiento con citrato-bicarbonato-dithionita en granos de maghemita. Singer y otros, 1995, en trabajos parecidos con dichas técnicas analíticas y extracciones selectivas para maghemita han obtenidos buenos resultados en suelos. Rivas-Ramos y otros, 1995, han estudiado la adsorción de metales pesados en maghemita y ferrihidrita presentes en suelos. Sun y otros, 1995, en muestras de suelos chinos han detectado la fase maghemítica, valorando las propiedades magnéticas de las partículas, y técnicas de extracción selectiva para granos de magnetitas y maghemitas, asociando la correlación entre las cantidades de estas dos fases de hierro a cambios paleoambientales.



ISMMANJ

1.4.3 Granulometría.

Rolman M. Peláez Rivera

La tabla N° 1.3 ofrece la composición granulométrica de una muestra de colas de Moa, el contenido y la distribución por clases de tamaño.

Tabla N° 1.3. Composición Granulométrica de las colas.

Clases de tamaño (mm)	Salida			
	d (mm)	Peso (Kg)	% Peso	Sumaria
+0.175	0.20	0.208	10.4	10.4
-0.175 + 0.147	0.16	0.052	2.60	13
-0.147 + 0.074	0.11	0.3	15	28
-0.074 + 0.043	0.059	0.24	12	40
-0.043 + 0	0.022	1.2	60	100
Total	-	2	100	-

Como se puede observar las colas son un mineral de fina granulometría, esto está dado por que el mineral de cabeza que se procesa en la planta de níquel es previamente triturado hasta 80% de las partículas menores a 0,074mm.

El contenido y la distribución del Fe aumenta con la disminución del tamaño de las partículas, mientras que para el cromo los mayores contenidos y distribución están entre 0,125 mm y 0,030 mm; los contenidos de Al_2O_3 no presentan una regularidad bien definida, pero la distribución presenta una variación muy parecida a la del cromo.

1.4.4. Porosidad.

El análisis pignométrico de las colas da que esta posee un 42,50% de poros, la misma posee una humedad molecular capilar de 42,40%. Esto debe ser a que en los hornos de la planta de níquel la hematita (fase ferrosa fundamental) se reduce a magnetita, producto de esta reducción escapa del mineral parte del oxígeno contenido, dejando pequeños poros en los granos de magnetita, lo que provoca una configuración esponjosa en los granos.00

1.5- Aspectos generales sobre la recuperación del cobalto a partir de materiales oxidados.

En la actualidad no se conocen menas nativas de cobalto, por lo general este elemento se encuentra en menas oxidadas, y en raras ocasiones en sulfurosas, entre los principales países productores podemos citar: Zambia, Zaire, Australia, Zimbabwe, Brasil, Filipinas, Canadá y Cuba, encontrándose grandes reservas en este último.

El cobalto se extrae básicamente como un elemento impureza en la producción de cobre y níquel, correspondiéndole la mayor proporción a los depósitos de cobre (55% del total).

Estudios bibliográficos de Moreno (1996), nos dan a conocer que en el mundo existen alrededor de 17 refinerías que procesan matas de níquel y cobalto, localizadas en distintos países de los cinco continentes, entre los que se destacan: Canadá, USA, Brasil, Noruega, Finlandia y otros.

Diversos también son los procesos para procesar las matas y concentrados sulfurosos, muchos coinciden en la utilización de una misma tecnología como ocurre con la Western Mining Corporation Holding Ltd, Matthey Rustenburg Refines (Pty) Ltd e Impala Platinum que utilizan el método de la pentamina cobáltica para la separación del cobalto.

Entre los procesos que han alcanzado un considerable desarrollo tenemos el de extracción con solventes que por las ventajas que brinda es muy utilizado; entre las principales industrias que utilizan la extracción con solventes tenemos la compañía Tocantins(1981), Amax's Port Nickel Plant (1985), Matthey Rustenburg Refinerse (1981), Zuriago Nickel Refinery (1985).

Existen otras que se encuentran en proyectos como la "Voisey's Bay (INCO)" de Canadá que incorporará al mercado 122000 toneladas al año de níquel y 2700 toneladas de cobalto con un costo de producción de níquel muy bajo.

Ni en nuestro país ni en el resto del mundo existen tecnologías que traten al cobalto como elemento primario, recuperándose menos del 60 % del contenido de las menas por las tecnologías que solo han sido diseñadas para la recuperación del níquel o el cobre.

Sin embargo el cobalto en los últimos años ha alcanzado un importante valor por sus aplicaciones, destacándose su utilización en los aceros al cobalto de gran demanda en la industria química, en la fabricación de maquinarias, en la industria de armamentos, entre otras. Estas y otras aplicaciones del cobalto nos muestran la necesidad de obtenerlo y utilizarlo en el desarrollo económico del país. Atendiendo a que su precio es 7.70 USD/lb.



Tomando en consideración estos elementos es necesario volcar el potencial científico técnico en la búsqueda de métodos que permitan recuperar al cobalto como elemento primario.

1.6- Características de los ácidos orgánicos mas utilizados.

En los últimos años se han realizado una serie de investigaciones encaminadas a recuperar los valores metálicos de las menas lateríticas. Una de las vías tomadas en consideración es la lixiviación bacteriana o biolixiviación, donde se aprovecha la actividad metabólica de diferentes microorganismos para la degradación de los minerales.

A continuación se brinda un esbozo sobre los principales trabajos realizados hasta el presente: Se ha demostrado que la eficiencia en el proceso de lixiviación microbiana depende en gran medida de la capacidad con que estos microorganismos produzcan los diferentes ácidos orgánicos y de la velocidad de producción de biomasa (crecimiento celular). Por tal razón Bosecker.K(1988), empleó en sus investigaciones 15 ácidos orgánicos en la lixiviación de diferentes yacimientos lateríticos para la recuperación del níquel reportando que el ácido cítrico fue el más efectivo, más del 68% del níquel fue lixiviado durante 20 días con una concentración de 0,5M, una densidad de pulpa de 10g/100ml de disolución y la granulometría de 300µm. Además el autor en sus estudios pudo comprobar que la disolución de los metales se lleva a cabo por el desplazamiento de los metales de la matriz mineral por los iones hidróneos en disolución, formando sales complejas, fundamentalmente en forma de quelatos. Estos y otros resultados obtenidos por el autor a finales de 1 década de los 80 han permitido ampliar los estudios dirigidos a la recuperación de metales a partir de minerales lateríticos, a través de nuevas concepciones en el campo de la hidrometalurgia.

Alibhai K, (1993), estudió la lixiviación bacteriana como una alternativa para el procesamiento de minerales lateríticos de baja ley en Grecia, se obtuvo una recuperación del 80% del níquel empleando el ácido cítrico, el cual fue el agente lixivante más eficaz. Corroborando así los resultados obtenidos por Bosecker,K,(1988).

En investigaciones realizadas para el procesamiento por biolixiviación de un mineral laterítico de sukinda (india), utilizando Thiobacillus ferrooxidans, Bacillus firculars, Bacillus licheniformes y Aspergillus Níger a 5% de relación sólido -líquido de 5-10 días, se obtuvo que la recuperación máxima del níquel fue alcanzada con Bacillus circulars (85%) y



Aspergillus niger (92%). A partir de los 20 días el *Bacillus circularis* mostró una mayor recuperación del níquel (80%)(Sukla L.D y Panchanadikar V.V.(1993)).

Estos investigadores en otros estudios reportaron que los ácidos orgánicos (Ej.: láctico, oxálico y cítrico con una concentración 0,125-1,0M con una densidad de pulpa de 100g/1l a temperatura ambiente. De los resultados de la lixiviación química se infiere que el ácido oxálico fue el reactivo más efectivo en la extracción de níquel y hierro.

Alibhai y otros(1993), estudiaron la lixiviación de una mena silicatada Kastoria (Grecia) , utilizando para ello mezclas del ácido sulfúrico con diferentes ácidos orgánicos, además de analizar el efecto de los ácidos orgánicos de forma independiente, obteniéndose que la mezcla del ácido sulfúrico y el ácido cítrico recuperaron el 70% del níquel.

En los trabajos realizados por Ttzeferis(1994), analizó la lixiviación heterótrofa de la laterita niquelífera de Grecia por dos técnicas, primeramente utilizó la lixiviación microbiana y después la lixiviación química a 95°C con una solución de productos metabólicos, obteniendo una recuperación de 60% de níquel por la primera técnica con una cepa de hongo(*penicillium* sp) en 50 días y la recuperación de níquel en la segunda técnica fue de 78%.

De todo lo anterior se puede inferir que los ácidos orgánicos producidos durante el crecimiento de los microorganismos son los encargados de lixiviar los valores metálicos presentes en la mena y que no hay una participación directa de los microorganismos sobre las menas sino que éste solo toma los nutrientes del medio y excreta los diferentes ácidos carboxílicos.

Estos argumentos permiten aceptar la tesis reportada por Hughes (1991), la cual planteaba que una posible alternativa en la biotecnología de metales sería aquella en la que el microorganismo es empleado para producir el agente lixivante, el que posteriormente a través de un hidro proceso lixivia los valores metálicos de la mena.

En nuestro país se reportó por primera vez un procedimiento para recuperar metales a partir de minerales lateríticos, mediante el empleo del hongo del tipo *aspergillus Níger* , donde se obtuvo una concentración de níquel entre 0,36-0,78g y 0,05-0,84g en la solución(Figueras y col,1998).

En 1999. Bruguera N, y otros, analizaron en sus investigaciones la lixiviación de una mena serpentínica niquelífera del yacimiento punta Gorda con ácidos orgánicos a temperatura ambiente, mostrando las posibilidades de lixiviar al cobalto y al níquel presentes en el mineral. Los ácidos utilizados fueron el oxálico, cítrico, tartárico, acético, tánico, silícico, y el ácido



ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

sulfúrico fue empleado como reactivo de control; obteniéndose más del 90% del níquel y alrededor del 85% del cobalto con el ácido cítrico.

En el 1999 Mayo.Y, ver trabajo de diploma " Determinación de las regularidades cinéticas del proceso de recuperación del cobalto de las menas lateríticas fuera de balance a través de la lixiviación con ácido tartárico, donde se logra recuperar hasta un 88% del cobalto presente en la mena laterítica fuera de balance con el ácido tartárico en un tiempo de lixiviación de 4 días . A modo de resumen debemos destacar que estos resultados constituyen en su conjunto un importante paso en la solución de los principales problemas que poseen las tecnologías actuales para el procesamiento de las menas lateríticas, los cuales están asociados al no aprovechamiento integral de estas menas y al agotamiento progresivo de estos recursos lateríticos.

CAPITULO II

CAPITULO II. Desarrollo.

2.1- Preparación de las colas para la lixiviación.

En el trabajo se realiza el estudio de la lixiviación de las colas de la fábrica niquelífera de Moa, para el desarrollo del mismo se utilizaron las instalaciones del laboratorio de hidrometalurgia del ISMM. En la investigación se varían algunos parámetros como: Por ciento de sólido alimentado, concentración inicial del ácido, el flujo de solución y la temperatura. La investigación se realizó de la siguiente forma como se muestra a continuación.

La muestra fue tomada directamente de la salida de la planta de recuperación de amoníaco de la fábrica Ernesto Che Guevara de Moa, en el pulpoducto que transporta las colas hacia el dique de la presa de colas, luego fue trasladada hasta el laboratorio de hidrometalurgia del ISMM; dicha muestra se tomó en forma de pulpa, por lo que posteriormente se sometió a una sedimentación, luego se sometió a una decantación; posteriormente se secó en la estufa durante dos horas a una temperatura que oscilaba entre los 110 y 120 °C.

La masa de colas secada era alrededor de 20 Kg. Posteriormente se sometió a una rigurosa homogeneización por el método del anillo y el cono y utilizando el muestreo por la técnica de las redes y puntos se obtuvieron las muestras necesarias para el proceso de lixiviación.

2.1.1- Preparación de las disoluciones.

En la investigación se empleó como agente lixivante el ácido tartárico ($C_4H_8O_6$) teniendo en cuenta, que el mismo ha sido sintetizado en determinados medios en presencia de cepas de *Aspergillus Níger*, la cual ha sido aislada de las microfloras endémicas de la superficie de los yacimientos lateríticos de la región de Moa.

El ácido tartárico se encuentra en estado libre en forma de sales, en muchos frutos, pero sobre todo en la uva, de donde se obtiene principalmente por tratamiento con cal, separándose así al estado de sal cálcica. Tiene una gran aplicación en la industria de la alimentación para la preparación de gaseosas, en la tintorería de la industria textil y también se utiliza en la



ISMMANJ

medicina para fines terapéuticos.

Rolman M. Peláez Rivera

Sus sales se llaman tartratos y pueden ser fácilmente solubles en agua (139g en 100g de agua a 20°C) y los tartratos insolubles, muchos se disuelven en exceso alcalina con formación de un ión tartrato complejo. Este es el caso de los tartratos de hierro, aluminio, cobalto, níquel, plomo, aluminio, cobre, manganeso, estaño, etc.

Según se observa en la fórmula, el ácido tartárico posee las características fundamentales apropiadas de una sustancia que actúa como ligando, esto es por la presencia de un par de electrones libres en los grupos carboxílicos. Como éste ácido tiene un par de electrones libres se forman compuestos quelatos.

- Primeramente se produce la ionización del ácido, caracterizadas por sus respectivas constantes de ionización:

$$K_1 = 5,5 \cdot 10^{-2}$$

$$K_2 = 6,4 \cdot 10^{-5}$$

- Posteriormente, el anión tartrato (tart^{2-}) reacciona con el metal; debido al desplazamiento directo de los iones metálicos de la matriz menífera por los iones hidrónicos pasando a disolución y formando complejos solubles y quelatos.

De estos tipos de compuestos de coordinación con el ácido tartárico se conoce que :

- La relación molar entre el catión y el ión siempre es 1:1.
- El compuesto complejo que se forma tiene una gran estabilidad.

Para el desarrollo de las pruebas experimentales se utilizaron disoluciones de ácido tartárico con concentraciones de 0,1mol / L y 0,2mol / L y estas concentraciones del ácido se obtuvieron de la siguiente forma:

$$n = V_{(\text{disolución})} \cdot C_{(\text{ácido})}$$

$$n = m_{(\text{ácido})} / M_{(\text{ácido})}$$

$$V_{(\text{disol})} \cdot C_{(\text{ácido})} = m_{(\text{ácido})} / M_{(\text{ácido})}$$

$$M_{(\text{ácido})} = V_{(\text{disol})} \cdot C_{(\text{ácido})} \cdot M_{(\text{ácido})} \quad [m]; L, \text{ mol/L, g/mol} = g$$

Para 0,1mol / L la masa de ácido tartárico pesada fue de 45 gramos por experimento.

Para 0,2mol / L la masa de ácido tartárico fue de 90 gramos por experimento.

Evaluación experimental de la recuperación de Co mediante la lixiviación orgánica partir de las colas de la Empresa " Comandante Ernesto Che Guevara"

2.2- Instalación y materiales para la investigación.

2.2.1- Instalación.

La investigación se desarrolló en el laboratorio de hidrometalurgia del ISMM, el cual cuenta con una batería de dos columnas de lixiviación, conectadas a una bomba peristáltica, la cual garantiza la recirculación constante del agente lixivante en los dos reactores por separado.

(Ver fig N° 2.1.)

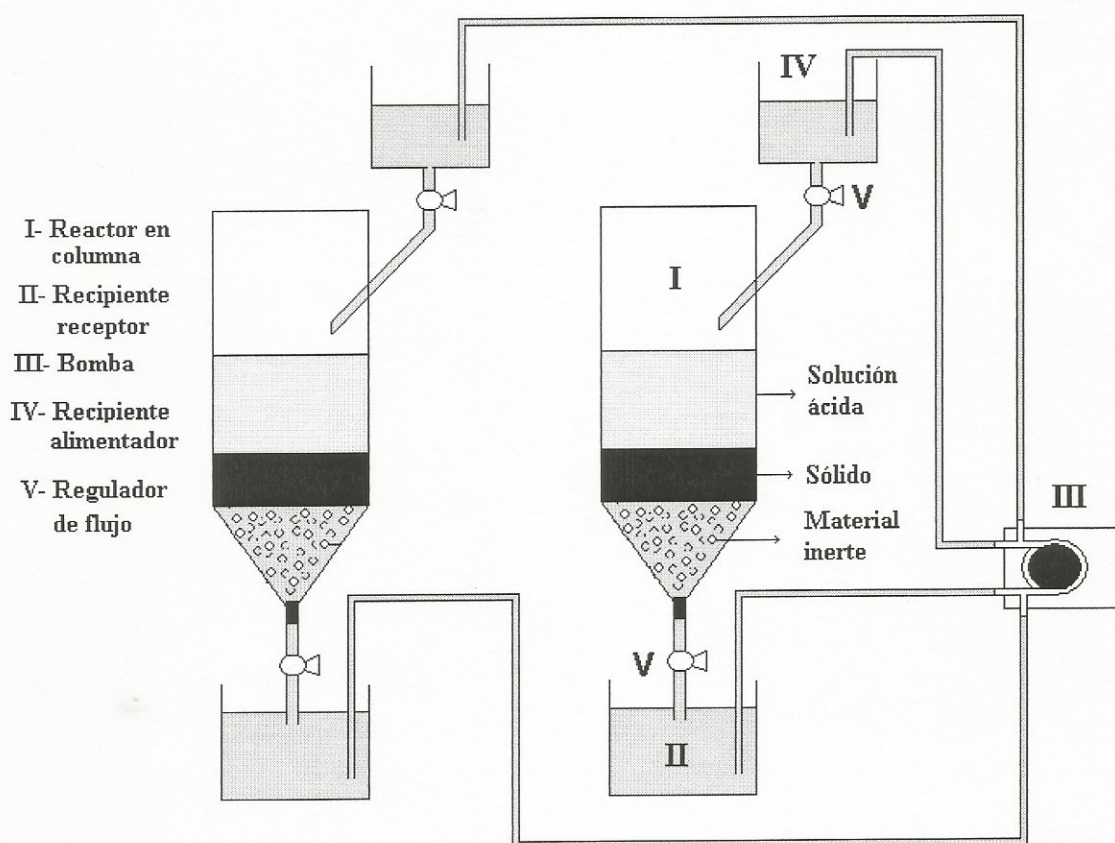


Figura 2.1: Esquema de la instalación.

En la parte cónica del reactor tubular se alimentaron pedazos de vidrio desmenuzados. Este material inerte se alimentó al reactor para garantizar que la cola, la cual tiene una



ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

granulometría muy fina, no sea arrastrada por el flujo del agente lixivante. Fue escogido este material ya que el mismo no es lixiviable con el ácido tartárico.

Posterior a la alimentación del material inerte se añade el agente lixivante con el objetivo de crear una columna de líquido entre los pedazos del material inerte, para que no queden burbujas de aire entre los mismos, ya que estas burbujas de aire demora el paso del ácido por este material, y se puede detener el flujo de la solución. Posteriormente se alimenta la cola por la parte superior del reactor y luego se abre la llave de control del flujo de solución hasta lograr el flujo deseado.

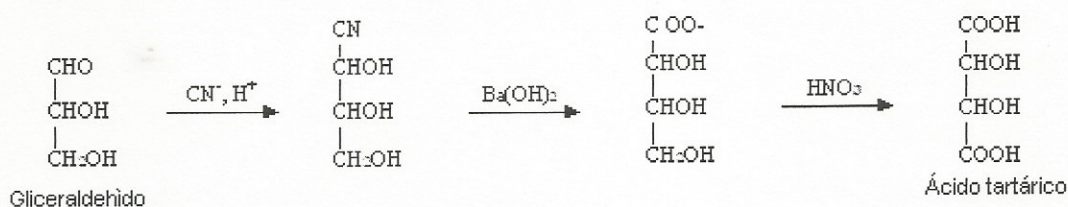
El licor se recibe en un beaker de 1000 ml y es recirculado hacia el reactor con la bomba hasta un tiempo de 5 días. Luego de este tiempo se desmonta la instalación y se manda el sólido lixiviado para hacerle análisis químico.

2.2.2- Características del ácido tartárico.

El ácido tartárico está relacionado configuracionalmente con el gliceraldehído (glicerina).

Cuando la configuración absoluta del ácido tartárico fue determinada en 1949, los conocimientos de esta relación con la glicerina permitió la asignación de su configuración absoluta al organizador de compuestos ópticamente activos.

El ácido tartárico puede ser preparado con la glicerina por el método usualmente aplicado a la preparación de los hidroxiácidos α (formación e hidrólisis del ácido cianhídrico) seguido de la oxidación con ácido nítrico.



Cuando el ácido cianhídrico se adhiere al grupo carbonilo del D-Gliceraldehído es generado un nuevo carbón asimétrico. Entonces hay dos posibles configuraciones acerca del nuevo átomo de carbón asimétrico, llevando hasta I y II. Nosotros observamos que la configuración acerca de ese nuevo átomo de carbón asimétrico es retenido en ambos productos; I y II se diferencian solamente en la configuración acerca de el nuevo átomo asimétrico de carbón. I y

Evaluación experimental de la recuperación de Co mediante la lixiviación orgánica partir de las colas de la Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara"



II no son imágenes especulares, por lo que son llamados diastereómeros.

Las sustancias isómeras son diferentes compuestos que tienen la misma fórmula molecular. Hasta ahora en el estudio de los compuestos del carbono la atención ha estado dirigida hacia los denominados isómeros estructurales; éstos isómeros difieren entre sí en que sus átomos están unidos en diferente orden, (ver figura 2.2).

Los estereoisómeros no son isómeros estructurales. Sus átomos constituyentes están unidos en el mismo orden, éstas sustancias sólo difieren en el arreglo de sus átomos en el espacio.

Los estereoisómeros pueden subdividirse en dos categorías generales: en enantiómeros y en diastereómeros; los enantiómeros son estereoisómeros cuyas imágenes especulares son reflexiones una de la otra y los diastereómeros son aquellos cuyas imágenes especulares no son el reflejo una de la otra.

Usando el modelo de (+)-gliceraldehído podemos apreciar que la configuración particular obtenida depende de qué cara del grupo carbonilo es atacada por el ion cianuro. I y II ambas son formadas actualmente, indicando que el ion cianuro ataca ambas partes; I y II no son formadas en igual cantidad, sin embargo pero en una relación de acerca 1:3 indica que ambas caras no son atacadas igualmente.. Esto es razonable porque en la molécula ya está presente un átomo de carbono asimétrico, los estados de transición como el producto son diastereómeros y de diferentes energías.

La realización sintética de la secuencia, por hidrólisis del diastereómero de ácido cianhídrico(I y II) hasta diastereómero hidroxiaácido y la oxidación de este por ácido nítrico se obtienen los ácidos diastereómeros III y IV. Siendo distereómeros, ellos pueden tener diferentes propiedades físicas y pueden ser separables por métodos ordinarios de purificación: en este caso por cristalización fraccional de sus sales. Se reconoce a III como una meso estructura de uno de los ácidos tartáricos producidos puede ser inactivo. IV no se puede superponer en su imagen especular entonces este ácido tartárico producido puede mostrarse ópticamente activo.

Cuando estas reacciones se llevaron a cabo en 1917 partiendo del D-Gliceraldehído, fueron obtenidos dos productos, uno inactivo y otro con el plano de rotación de polarización de la luz desviado hacia la izquierda. El ácido tartárico activo ópticamente es obtenido en la configuración IV; desde entonces éste está relacionado al D-Gliceraldehído, este ácido tartárico es designado como D-(-)-ácido tartárico.

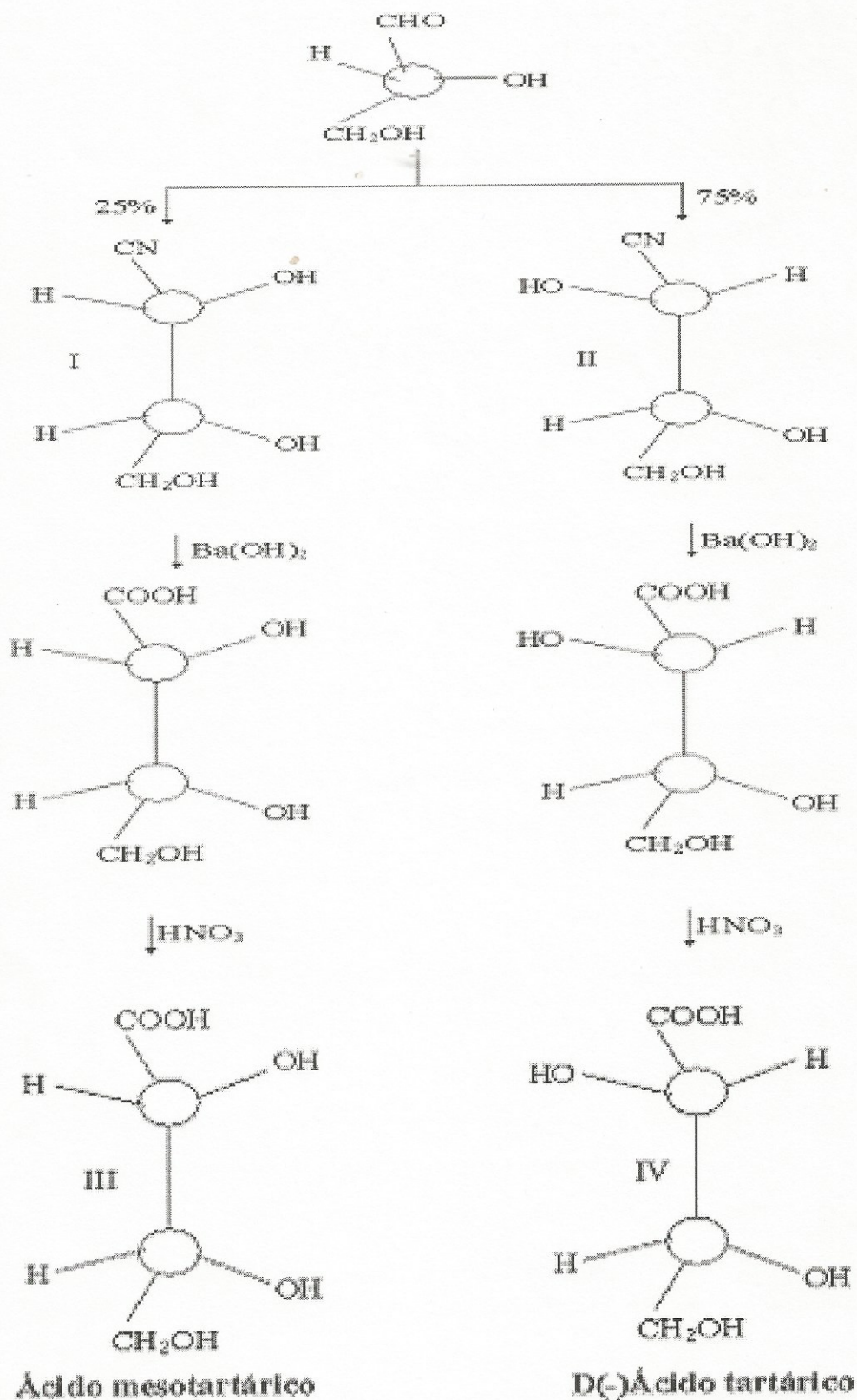


Figura N° 2.2. Estereoisómeros.

Para indicar la relación establecida de los compuestos relacionados al D-Gliceraldehído se ha dado la designación D, para los compuestos relacionados al L-gliceraldehído se ha dado la designación L. Los símbolos D y L no son símbolos de rotación sino que se refiere a la configuración del gliceraldehído(ver figura N° 2.3).

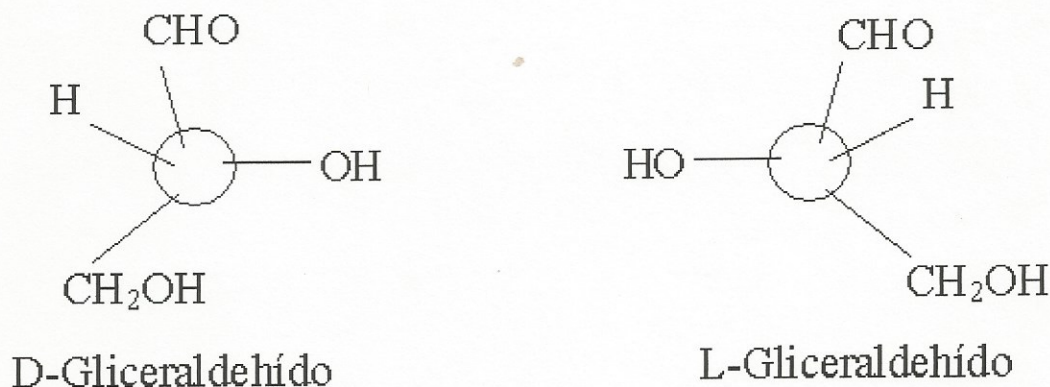


Figura N° 2.3. Configuración del gliceraldehído

Aunque Pasteur es mejor conocido por sus descubrimientos en bacteriología y sus aplicaciones a la medicina, era un químico, él también estaba interesado en la fabricación de vinos y fue este interés el que le condujo a descubrir el enantiomerismo.

El ácido tartárico es uno de los subproductos de la fabricación del vino . Pasteur había obtenido una muestra de ácido tartárico racémico (en aquella época se denominaba simplemente ácido racémico, "L.racemis", racimo de uvas) que le proporcionó el propietario de una fábrica de productos químicos. En el curso de sus investigación Pasteur comenzó a analizar la estructura cristalina de la sal de sodio y amonio del ácido tartárico racémico. Observó que se encontraban presentes dos cristales. Uno era idéntico a los cristales de las sales de sodio y amonio del ácido (+)tartárico . El otro tipo de cristales eran reflexiones especulares del primer tipo y por lo tanto no podían superponerse unos con otros, Pasteur separó bajo el microscopio los dos tipos de cristales, los disolvió en agua y colocó las soluciones en un polarímetro. La solución de cristales del primer tipo era dextro rotatoria y los cristales mismos fueron idénticos a las sales de sodio y amonio del ácido (+)Tartárico que ya se conocía. La solución de cristales del segundo tipo fue levo rotatoria: hacía girar la luz polarizada plana en dirección opuesta y en igual cantidad. Los cristales del segundo tipo eran la sal de sodio y



amonio del ácido (-) tartárico. El descubrimiento de Pasteur del enantiomerismo y su demostración de que la actividad óptica de las dos formas del ácido tartárico era una propiedad de las moléculas mismas dio la base a Van't Of. Y a Le Bel en 1874 para proponer la estructura tetraédrica del carbono.

2.2.3- Materiales de la investigación.

- 2 Columnas de lixiviación con capacidad para 6 L
- 4 beaker de 1000 ml.
- 4 beaker de 700 ml.
- 1 probeta de 50 ml.
- 1 probeta de 2000 ml.
- 1 espátula de porcelana.
- 1 pipeta de 50 ml.
- 1 morterito de cristal.
- 2 cristalizadoras de 100 ml.
- 1 bomba peristáltica
- 1 bomba de vacío
- 1 quitasato
- 1 termómetro
- 1 espátula de porcelana
- Papel de filtro
- Papel medidor de PH

2.3- Análisis de los resultados.

En el trabajo se realiza el estudio de la lixiviación de las colas de la Empresa Comandante Che Guevara de Moa. Para el desarrollo del mismo se utilizaron las instalaciones del laboratorio de hidrometalurgia del Instituto Superior Minero Metalurgico (ISMM). En la investigación se analizan la influencia de porcentaje de sólido alimentado, concentración de ácido, flujo y la temperatura sobre la recuperación de metales.

La metodología que se siguió para realizar los experimentos fue la del factorial completo por lo que el número de pruebas a realizar se determinaron según la fórmula:

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

donde:

N- es el número de experimentos.

n- es el número de niveles.

θ - es el número de factores.

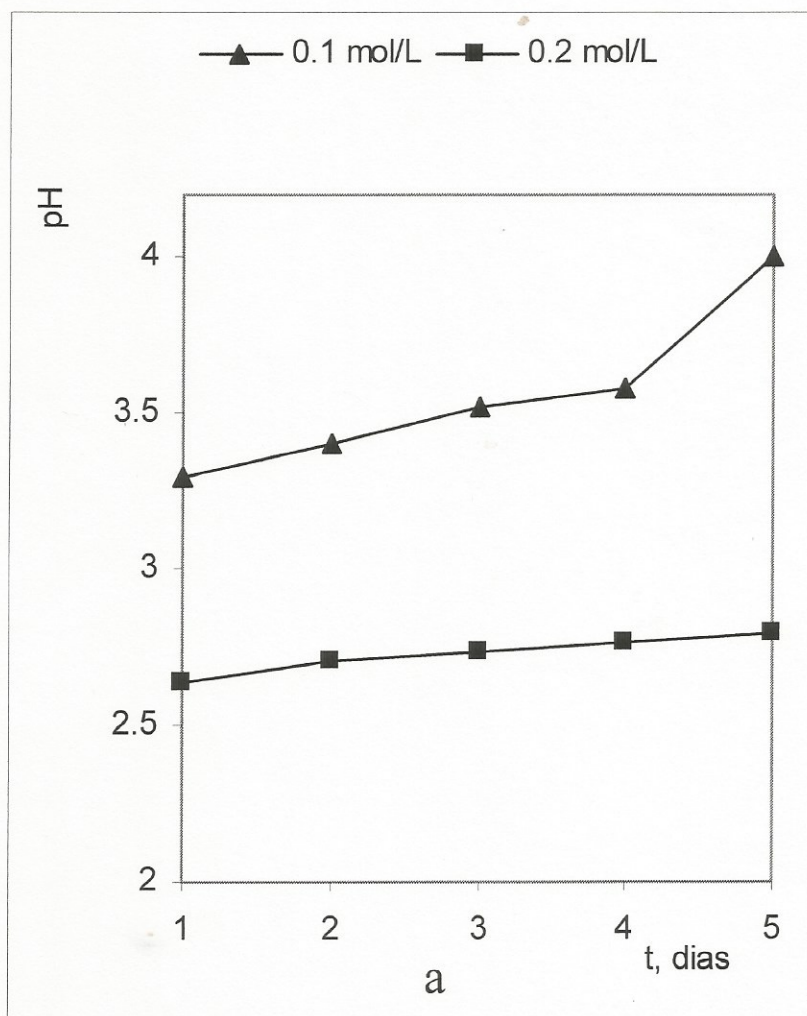
Para nuestro caso tomamos dos niveles y el número de factores se determina de acuerdo a las variables estudiadas; ellas son el porcentaje de sólido, la concentración de ácido, el flujo de la solución y la temperatura. Por lo que son 16 el número de pruebas a realizar .

Tabla N° 2.1. Niveles mínimos y máximos a analizar en el experimento:

Variable	Nivel Mínimo	Nivel máximo
X ₁ (% de sólido)	2%	3 %
X ₂ (Concentración de ácido)	0,1 mol/L	0,2 mol/L
X ₃ (Flujo de solución)	75mL/min	100ml/min
X ₄ (Temperatura)	Temp amb.	50°C

2.3.1- Comportamiento del pH de la solución durante el proceso.

Los resultados correspondientes al comportamiento del pH durante la lixiviación con el ácido orgánico de las colas se muestran en la figura 2.4.



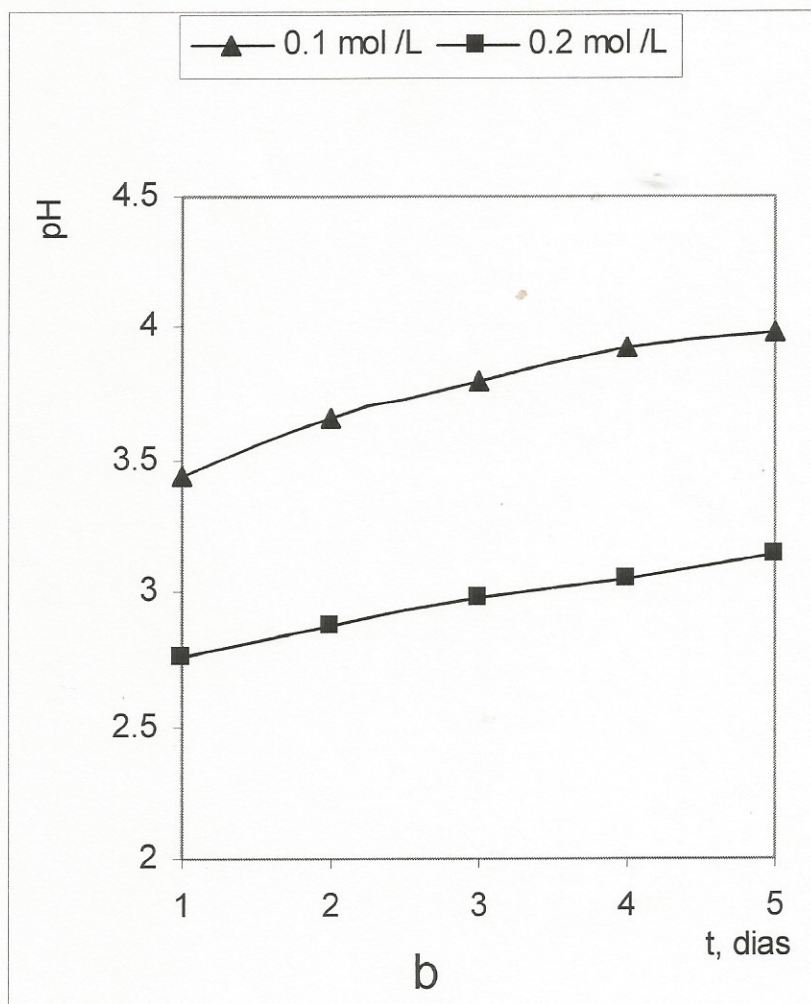


Figura 2.4: Influencia de la concentración inicial de ácido y el tiempo sobre el pH durante el proceso: a.- para temperatura ambiente. b.- para temperatura de 50°C.

Como se aprecia en la figura anterior la concentración de ácido durante el proceso disminuye como resultado de su interacción con los componentes de la cola. La influencia de la acidez inicial tiene un comportamiento similar sobre la variación del pH durante todo el proceso independientemente de la temperatura. Al comparar los resultados para diferentes temperaturas no se observan variaciones sustanciales de los valores de pH para un mismo tiempo.

2.3.2- Influencia de la concentración inicial de ácido sobre la lixiviación del Co.

Los resultados experimentales relacionados con la concentración de Co en la solución durante la lixiviación a diferentes valores de acidez inicial se muestran en la figura 2.5.

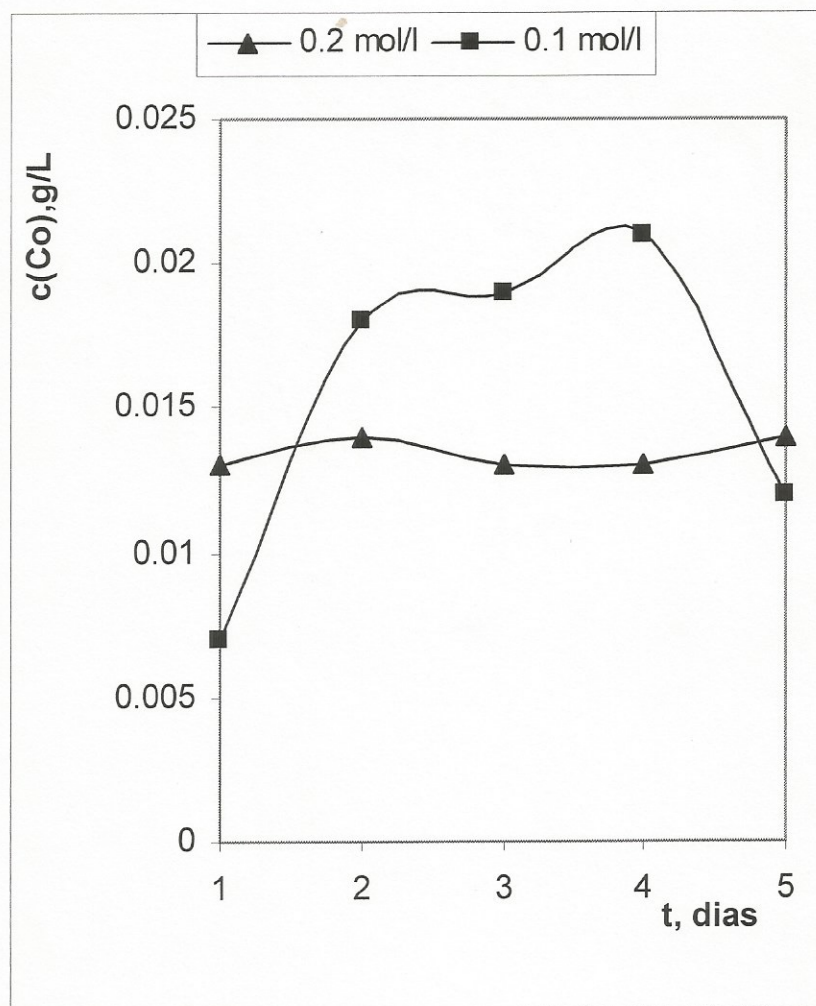


Figura 2.5. Influencia de la acidez inicial sobre la concentración de Co durante la lixiviación.

En esta figura se observan mayores concentraciones de Co en solución cuando la acidez inicial es de 0.1 mol/l. y el tiempo es de 2 a 4 días. Entre el cuarto y quinto día se observó una disminución brusca del contenido de Co en la solución. Este fenómeno sin embargo no se aprecia cuando la acidez inicial es de 0.2 mol/l, además en este caso se aprecia mayor estabilidad en la concentración de Co.

2.3.3- Influencia de la temperatura sobre la lixiviación del Co.

Los resultados experimentales relacionados con la concentración de Co en la solución durante la lixiviación a diferentes temperaturas se muestran en la figura 2.6.

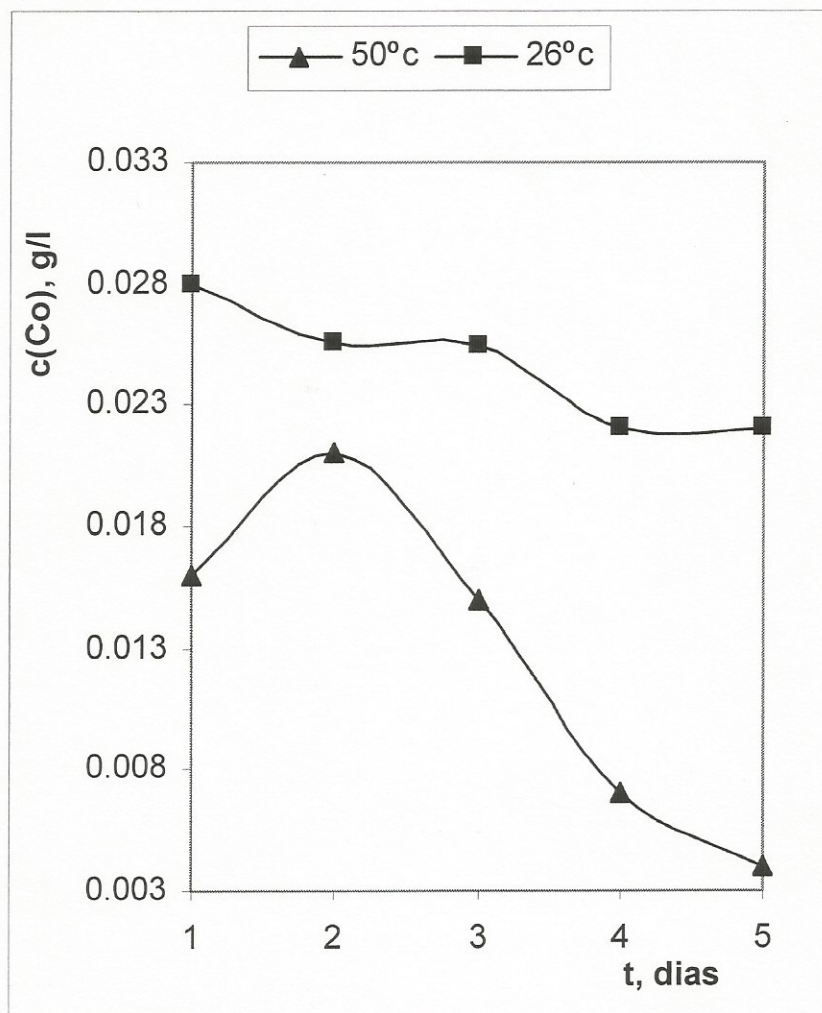


Figura 2.6. Influencia de la temperatura sobre la concentración de Co durante la lixiviación.

Del análisis de la figura 2.4 se obtiene que el incremento de la temperatura hasta 50°C provoca una disminución sustancial de la concentración de Co en la solución para cualquier tiempo y muy en particular después del segundo día de lixiviación. Aunque a temperatura de 26°C este fenómeno también tiene lugar pero es más atenuado.

2.3.4- Influencia del porcentaje de sólido sobre la lixiviación del Co.

Los resultados experimentales alcanzados durante el análisis de la influencia del porcentaje de sólido sobre la concentración de Co en la solución durante la lixiviación se muestran en la figura 2.7.

El incremento del porcentaje de sólido en la pulpa inicial hasta un 3% como se muestra en la figura 2.7. no incrementa el contenido de Co en la solución fundamentalmente después del primer día, de estos resultados se puede inferir que resulta mas conveniente trabajar con un % de sólido similar a 2. aquí al igual que durante el estudio de los factores anteriores se observa una disminución sensible de la concentración de Co después del tercero o cuarto día de la lixiviación.

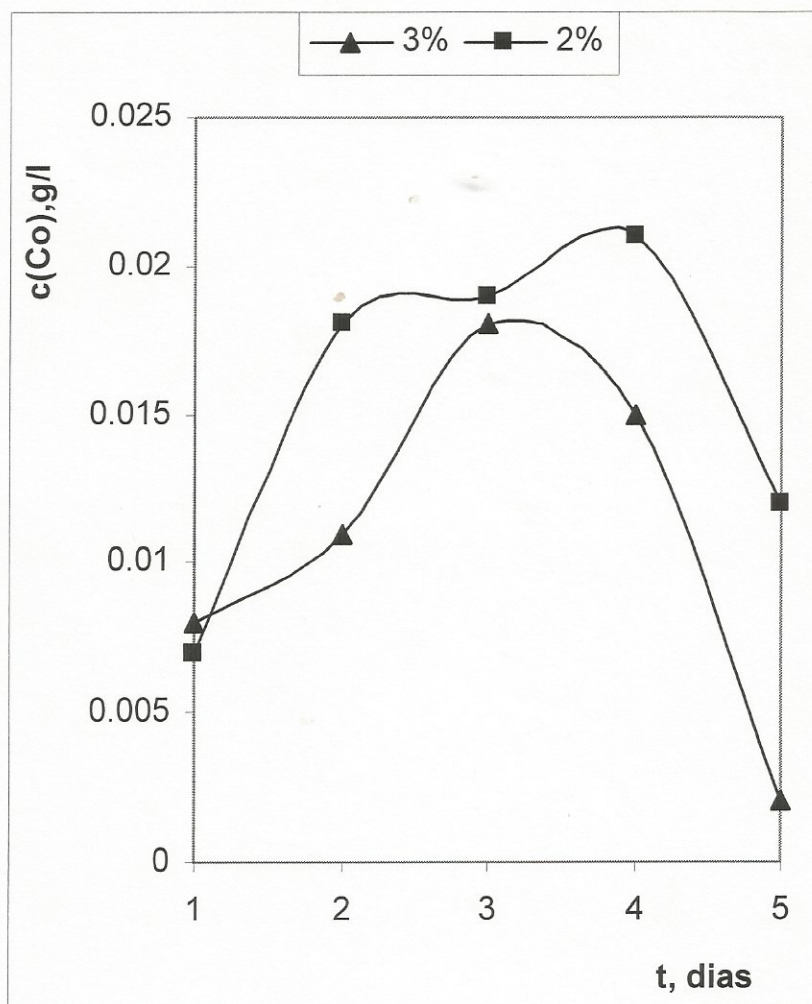


Figura 2.7 Influencia del % de sólido sobre la concentración de Co durante la lixiviación.

2.3.5- Influencia del flujo de solución sobre la lixiviación del Co.

La variación del flujo de solución durante la lixiviación en reactores tipo columnas puede influir significativamente sobre la turbulencia del medio que circunda las partículas sólidas. En este caso un incremento del flujo tiende a disminuir el gradiente de concentración de agente lixivante en la capa líquida mas cercana a la superficie sólida y con ello incrementar la velocidad de lixiviación si el proceso se desarrolla en un régimen difusivo. En tal sentido se estudio la influencia de la variación del flujo sobre la lixiviación del Co de las colas.

Los resultados experimentales alcanzados durante el análisis de la influencia del flujo de solución sobre la concentración de Co en la solución durante la lixiviación se muestran en la

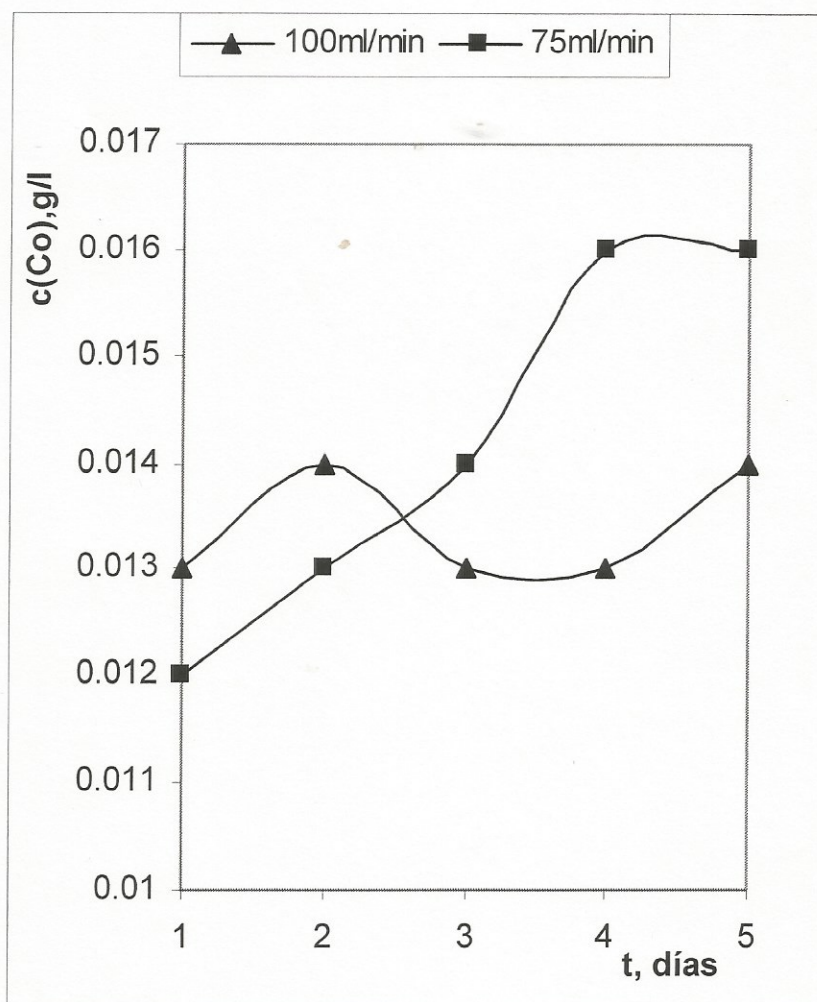


Figura 2.8 Influencia del flujo sobre la concentración de Co durante la lixiviación.

En la figura 2.8 se puede observar la influencia positiva que ejerce el incremento del flujo hasta 100 ml/min. en los dos primeros días de lixiviación, luego ejerce mayor influencia un flujo mas pequeño como es el de 75 ml/min. en este ultimo se alcanzan las mayores concentraciones de Co en solución en el cuarto día disminuyendo después la misma.

Desde el punto de vista práctico no resulta difícil variar el flujo de solución por lo que partiendo de los resultados de la figura antes mencionada se puede trabajar los dos primeros días con un flujo de 100 ml/min. mientras que en el cuarto día se puede disminuir el flujo hasta 75 ml/min. sin afectar la extracción de Co.



La disminución de la concentración de Co observada en los resultados reflejados en las figuras 2.5 – 2.8 es de gran interés y puede estar dada por una coprecipitación del Co lixiviado con algún otro metal presente también en la solución. Fenómenos similares se han detectado durante la lixiviación carbonato amoniacal de las lateritas pre-reducidas donde una parte significativa del Co coprecipita con el hidróxido de hierro, (Chang C. A., 1989). Durante la lixiviación ácida de escombros lateríticos a temperaturas de 180°C y menores, (Palacios R. A., 2001). En nuestro caso este fenómeno merece un estudio más profundo, el cual se va del alcance del presente trabajo.

Como resultado del análisis realizado se puede resumir que todos los factores estudiados tienen una influencia significativa sobre la concentración de Co en la solución.

2.3.6-Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción del cobalto:

❖ Cálculo de la extracción de cobalto.

Para determinar la extracción de cobalto hay que determinar qué porcentaje de cobalto hay en la muestra de cola antes de ser lixiviada, así como la masa de colas alimentadas al reactor., y en nuestro caso en especial, qué porcentaje de cobalto existe en el licor luego de ser lixiviada.

La extracción de cobalto se calcula mediante las siguientes fórmulas:

$$\xi_{Co} = \frac{Q^i_{Co_L} - Q^f_{Co_L}}{Q_{Co_{sol}}} \cdot 100$$

$$Q^f_{Co_L} = C_{Co}^i \cdot V_L^f$$

$$Q^i_{Co_L} = C_{Co}^i \cdot V_L^i$$

$$Q_{Co_{sol}} = \%Co^I \cdot m_{sol}^i$$

Si T es un elemento trazador:

$$Q_T^i = Q_T^f \text{ en el líquido.}$$

$$Q_T^i = C_T^i \cdot V_L^i \text{ y:}$$

$$Q_T^f = C_T^f \cdot V_L^f \text{ entonces: } C_T^i \cdot V_L^i = C_T^f \cdot V_L^f \text{ y luego:}$$

$$V_L^f = \frac{C_T^i}{C_T^f} \cdot V_L^i$$

por lo que:

$$\xi_{Co} = \frac{C_{Co}^f \cdot V_L^f - C_{Co}^i \cdot V_L^i}{\%Co^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

$$\xi_{Co} = \frac{C_{Co}^f \cdot \frac{C_T^i}{C_T^f} V_L^f - C_{Co}^i \cdot V_L^i}{\%Co^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

Si la concentración de Co^i en la solución es cero entonces:

$$\xi_{Co} = \frac{C_{Co}^f \cdot V_L^f - 0}{\%Co^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100 \text{ y si } C_T^i = C_T^f \text{ entonces:}$$

$$\xi_{Co} = \frac{C_{Co}^f \cdot V_L^f}{\%Co^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

A continuación se muestran los resultados de las extracciones promedio de los análisis químicos obtenidos para cada tiempo de investigación durante la experimentación de los mismos.

Tabla N° 2.2. Valores promedios de extracción de Co.

Tiempo	1er día	2do día	3er día	4to día	5to día
Extracción promedio	68.48	76.69	76.03	67.82	58.12



ISMAMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

Tabla N° 2.3. Matriz experimental.

	X_0	X_1	X_2	X_3	X_4	X_1X_2	X_1X_3	X_1X_4	X_2X_3	X_2X_4	X_3X_4	$X_1X_2X_3$	$X_1X_2X_4$	$X_1X_3X_4$	$X_2X_3X_4$	$X_1X_2X_3X_4$
1	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
2	+	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	-
3	+	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+	-	-	+	-	-
4	+	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	+
5	+	+	+	-	+	+	-	-	-	+	-	-	+	-	-	-
6	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+
7	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+
8	+	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-	-	+	+	+	-
9	+	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+	-	-	+	+	+
10	+	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+	+	+	-	+	-
11	+	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-
12	+	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	+
13	+	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	-	-
14	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	+	+	-	+
15	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+	-	+	+
16	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	+	-

1- Durante el proceso experimental se consideró que en los resultados obtenidos no existían errores, comprobando la veracidad mediante el siguiente análisis de desviación cuadrática

$$Dc = \sqrt{\frac{\left(\bar{y}_1 - y_a\right)^2 + \left(\bar{y}_1 - y_b\right)^2 + \dots + \left(\bar{y}_1 - y_n\right)^2}{n-1}}$$

Tabla N° 2.4. Desviación cuadrática de las pruebas en cada tiempo investigado.

PRUEBA	DC(día 1)	DC(día 2)	DC(día 3)	DC(día 4)	DC(día 5)
1	1.3973	1.7923	0.9143	0.9340	0.9800
2	0.7000	1.3973	2.3716	0.8902	0.5890
3	0.0917	0.7269	1.0452	0.8969	0.6842
4	1.0566	1.3892	0.8535	0.8743	0.8185
5	0.6355	0.8697	0.9800	1.1326	0.5292
6	2.3716	1.0739	1.7923	1.3973	0.8558
7	0.9800	1.0536	0.7269	0.9800	1.0452
8	0.9700	0.9035	0.8535	1.3973	0.8697
9	0.9514	0.9800	0.9780	0.9653	0.8126
10	0.5444	2.3000	3.1576	0.9340	0.8558
11	0.0917	0.9800	1.3973	3.1856	0.8500
12	1.2126	0.8558	0.8743	1.1065	0.8888
13	0.8535	1.3604	0.7615	0.9702	0.7269
14	0.8743	0.8001	1.3973	2.8398	0.8743
15	0.9800	0.8535	0.9425	0.9340	2.4400
16	0.9450	1.3973	1.2124	0.1732	1.3973

a) Valor del criterio de student

El cálculo del valor del criterio t student se realizó mediante la expresión siguiente:

$$t_{calc} = \frac{\bar{y}^* - \bar{y}_1}{Dc}$$

Tabla N° 2.5 . Valores calculados de t de student

Pruebas	tcalc(día 1)	tcalc(día 2)	tcalc(día 3)	tcalc(día 4)	tcalc(día 5)
1	0.4437	0.3459	-0.1641	-0.1071	0.0000
2	0.0000	0.4437	0.2614	0.6965	1.0527
3	-0.8729	0.8529	-1.0525	-0.2230	0.5846
4	0.5868	-0.6478	-0.4687	-0.8006	-0.8552
5	0.9756	-0.3449	0.0000	-1.0948	0.3780
6	0.2614	0.5774	0.3459	0.4437	-0.7011
7	0.0000	-0.9492	0.8529	0.0000	-1.0525
8	0.0000	-0.8854	-0.4687	0.4437	-0.3449
9	-0.0631	0.0000	0.0000	-0.9841	-0.3692
10	1.1388	0.0000	-1.1401	-0.1071	-0.7011
11	-0.8729	0.0000	0.4437	0.1946	0.0000
12	0.5938	-0.7011	-0.8006	-1.0845	-0.3375
13	-0.4687	0.4557	0.8142	-0.0206	0.8529
14	-0.8006	-1.0000	0.4437	-1.1268	-0.8006
15	0.0000	-0.4687	-0.9549	-0.1071	0.0000
16	0.0106	0.4437	-0.5774	-1.1547	0.4437

b) Determinación de t_{Tab} ; $f=n_{max}+n_{min}$.

Según tabla # 6 (Lt) $t_{Tab} = 2.920$

Comparativamente con la t student tabulada ($t_{tab} = 2.920$), se muestra que las calculadas, son menores a los encontrados en tablas, por lo que se trabaja posteriormente con todos los valores de extracción.

2- Cálculo de la dispersión por fila y control de su homogeneidad.

a) Se determina la dispersión por cada una de las filas y para cada día de experimento según:

$$S_1^2 = \left[\left(\bar{y}_1 - y_a \right)^2 + \left(\bar{y}_1 - y_b \right)^2 + \dots + \left(\bar{y}_1 - y_n \right)^2 \right] \cdot \frac{1}{n}$$

Tabla N° 2.6. Dispersión por fila de las pruebas realizadas.

PRUEBAS	S ² (día 1)	S ² (día 2)	S ² (día 3)	S ² (día 4)	S ² (día 5)
1	1.9524	3.2124	0.8359	0.8724	0.9604
2	0.4900	1.9524	5.6244	0.7924	0.3469
3	0.0084	0.5284	1.0924	0.8044	0.4681
4	1.1164	1.9300	0.7284	0.7644	0.6700
5	0.4039	0.7564	0.9604	1.2828	0.2800
6	5.6244	1.1532	3.2124	1.9524	0.7324
7	0.9604	1.1100	0.5284	0.9604	1.0924
8	0.9409	0.8164	0.7284	1.9524	0.7564
9	0.9052	0.9604	0.9565	0.9319	0.6604
10	0.2964	5.2900	9.9701	0.8724	0.7324
11	0.0084	0.9604	1.9524	10.1479	0.7225
12	1.4704	0.7324	0.7644	1.2244	0.7900
13	0.7284	1.8508	0.5799	0.9412	0.5284
14	0.7644	0.6401	1.9524	8.0644	0.7644
15	0.9604	0.7284	0.8884	0.8724	5.9536
16	0.8931	1.9524	1.4700	0.0300	1.9524

b) Suma de las dispersiones.

$$\sum_{i=1}^N S_i^2 = S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + \dots + S_N^2$$

N: # de experimentos.

Por lo que $\sum_{i=1}^{16} S_i^2$

Tabla N° 2.7. Suma de dispersiones

SUMA DE DISPERSIONES	17.5235	24.5741	32.2448	32.4662	17.4107
-------------------------	---------	---------	---------	---------	---------

c) Cálculo del criterio de Cochran (G) para cada fila.

$$G_{calc} = \frac{S_i^2}{\sum S_i^2}$$

Tabla N° 2.8. Criterio de Cochran calculado

PRUEBAS	G cal	G cal	G cal	G cal	G cal
1	0.1114	0.1833	0.0477	0.0498	0.0548
2	0.0280	0.1114	0.3210	0.0452	0.0198
3	0.0005	0.0302	0.0623	0.0459	0.0267
4	0.0637	0.1101	0.0416	0.0436	0.0382
5	0.0230	0.0432	0.0548	0.0732	0.0160
6	0.3210	0.0658	0.1833	0.1114	0.0418
7	0.0548	0.0633	0.0302	0.0548	0.0623
8	0.0537	0.0466	0.0416	0.1114	0.0432
9	0.0517	0.0548	0.0546	0.0532	0.0377
10	0.0169	0.3019	0.5690	0.0498	0.0418
11	0.0005	0.0548	0.1114	0.5791	0.0412
12	0.0839	0.0418	0.0436	0.0699	0.0451
13	0.0416	0.1056	0.0331	0.0537	0.0302
14	0.0436	0.0365	0.1114	0.4602	0.0436
15	0.0548	0.0416	0.0507	0.0498	0.3397
16	0.0510	0.1114	0.0839	0.0017	0.1114
G tabulada	0.7945				

Para 1 grado de libertad $f_1 = n - 1$; $f_2 = N$; $\alpha = 0,05$

Con estas condiciones según tabla #10 Lt(Tablas y Resúmenes Estadísticos) $G_{Tab} = 0,7945$

Como $G_{calc} < G_{tab}$, la dispersión es homogénea de cada fila analizada con respecto a la población.

3- Cálculo de la dispersión de reproducibilidad.

Es determinante en los cálculos conocer la reproducibilidad del evento y se realiza según las determinaciones que a continuación se muestran:

$$a) S_y^2 = \frac{1}{N} \cdot \sum_{i=1}^N S_1^2$$

Tabla N° 2.9. Valores de desviación cuadrática.

S ² y (1er día)	S ² y (2do día)	S ² y (3er día)	S ² y (4to día)	S ² y (5to día)
1.09522	1.53588	2.0153	2.02914	1.08817

b) Error de reproducibilidad.

$$S_y = \sqrt{S_y^2}$$

Tabla No 2.10. Error de reproducibilidad en cada tiempo

Sy (1er día)	Sy (2do día)	Sy (3er día)	Sy (4to día)	Sy (5to día)
1.04653	1.23931	1.41961	1.42448	1.04315

c) Comprobación del criterio t_{calc}-t_{tab}.

Comparativamente con la t student tabulada, se muestra que las calculadas, son menores a los encontrados en tablas, por lo que se trabaja posteriormente con todos los valores de extracción.

$$t_{calc} = \frac{S_y}{S_y^2}$$

Tabla N° 2.11. Valores de t student para cada tiempo de estudio

t cal (1er día)	t cal (2do día)	t cal (3er día)	t cal (4to día)	t cal (5to día)	t tab
0.95554	0.8069	0.70442	0.70201	0.95863	1.746

4- Determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión.

La determinación de los coeficientes de la ecuación de regresión se calculan a partir del conocimiento de las conjugaciones de las extracciones y los valores de la matriz.

Tabla N° 2.12. Matriz para la determinación de los coeficientes del modelo estadístico.

PRUEBAS	b0	b1	b2	b3	b4	b12	b13	b14	b23	b24	b34	b123	b124	b134	b234	b1234
1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1
2	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1
3	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1
4	1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1
5	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1
6	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1
7	1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	1
8	1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1
9	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1
10	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1
11	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1
12	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1
13	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1
14	1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1
15	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1
16	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

Y aplicando las relaciones siguientes:

$$b_0 = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N} \quad b_1 = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2 + \bar{y}_3 \cdots - \bar{y}_N}{N} \quad b_n = \frac{\bar{y}_1 + \bar{y}_2 - \bar{y}_3 \cdots + \bar{y}_N}{N}$$

Se obtienen los coeficientes siguiente acorde a los tiempos estudiados.

Tabla N° 2.13. Coeficientes de modelo estadístico.

TIEMPO	b0	b1	b2	b3	b4	b12	b13	b14
1er día	68.48	-1.43	2.79	-5.54	-0.54	1.88	0.71	-2.11
2do día	76.69	1.65	3.68	-4.81	2.50	1.58	-0.17	2.46
3er día	76.03	-2.23	0.33	0.99	0.67	-3.28	3.36	-0.77
4to día	67.82	-4.42	6.13	-2.40	-3.05	-1.90	6.62	-1.73
5to día	58.12	-3.53	11.00	-4.13	-10.25	-2.32	5.99	1.63
TIEMPO	b23	b24	b34	b123	b124	b134	b234	b1234
1er día	3.09	-7.86	1.34	1.01	0.99	1.73	-6.37	0.52
2do día	3.07	-6.28	0.83	2.52	0.97	2.36	-4.47	1.23
3er día	2.47	-0.83	5.27	-0.52	3.08	0.08	-1.28	0.13
4to día	0.05	3.44	2.59	-1.20	3.06	3.91	-6.08	-0.74
5to día	-1.42	6.69	-2.67	-1.72	1.50	3.08	-8.50	1.42

La ecuación de regresión para cada tiempo estudiado es:

$$\begin{aligned} \xi(Co)_{1^{er} \text{ día}} = & 68.48 - 1.43X_1 + 2.79X_2 - 5.54X_3 - 0.54X_4 + 1.88X_1X_2 + 0.71X_1X_3 - 2.11X_1X_4 \\ & + 3.09X_2X_3 - 7.86X_2X_4 + 1.34X_3X_4 + 1.01X_1X_2X_3 + 0.99X_1X_2X_4 + 1.73X_1X_3X_4 \\ & - 6.37X_2X_3X_4 + 0.52X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$



$$\begin{aligned}\xi(Co)_{2^{do} \text{ día}} = & 76.69 + 1.65X_1 + 3.68X_2 - 4.81X_3 + 2.50X_4 + 1.58X_1X_2 - 0.17X_1X_3 + 2.46X_1X_4 \\ & + 3.07X_2X_3 - 6.28X_2X_4 + 0.83X_3X_4 + 2.52X_1X_2X_3 + 0.97X_1X_2X_4 + 2.36X_1X_3X_4 \\ & - 4.47X_2X_3X_4 + 1.23X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Co)_{3^{er} \text{ día}} = & 76.03 - 2.23X_1 + 0.33X_2 + 0.99X_3 + 0.67X_4 - 3.28X_1X_2 + 3.36X_1X_3 - 0.77X_1X_4 \\ & + 2.47X_2X_3 - 0.83X_2X_4 + 5.27X_3X_4 - 0.52X_1X_2X_3 + 3.08X_1X_2X_4 + 0.08X_1X_3X_4 \\ & - 1.28X_2X_3X_4 + 0.13X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Co)_{4^{to} \text{ día}} = & 67.82 - 4.42X_1 + 6.13X_2 - 2.40X_3 - 3.05X_4 - 1.90X_1X_2 + 6.62X_1X_3 - 1.73X_1X_4 \\ & + 0.05X_2X_3 + 3.44X_2X_4 + 2.59X_3X_4 - 1.20X_1X_2X_3 + 3.06X_1X_2X_4 + 3.91X_1X_3X_4 \\ & - 6.08X_2X_3X_4 - 0.74X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Co)_{5^{to} \text{ día}} = & 58.12 - 3.53X_1 + 11X_2 - 4.13X_3 - 10.25X_4 - 2.32X_1X_2 + 5.99X_1X_3 + 1.63X_1X_4 \\ & - 1.42X_2X_3 + 6.69X_2X_4 - 2.67X_3X_4 - 1.72X_1X_2X_3 + 1.50X_1X_2X_4 + 3.08X_1X_3X_4 \\ & - 8.50X_2X_3X_4 + 1.42X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

5- Control estadístico del significado de los coeficientes de la ecuación de regresión.

a) Error de la prueba.

$$S_p = \frac{S_y}{\sqrt{N \cdot n}}$$

Tabla N° 2.14. Error de la prueba

Sp (1er día)	Sp (2do día)	Sp (3er día)	Sp (4to día)	Sp (5to día)
0.151053	0.178878	0.204903	0.205606	0.150566

b) Cálculo del criterio t student.

Y con el cálculo del criterio t student y comparándolo con el tabulado se puede determinar el significado de cada coeficiente.

$$t_{calc} = \frac{b_0}{S_p}; t_{calc} = \frac{b_1}{S_p}; t_{calc} = \frac{b_N}{S_p}$$

Tabla N° 2.15. Criterio de student calculado

TIEMPO	t cal 0	t cal 1	t cal 2	t cal 3	t cal 4	t cal12	t cal13	t cal14	t tab
1er día	453.36	-9.48	18.50	-36.66	-3.56	12.45	4.72	-13.99	1.746
2do día	428.71	9.22	20.58	-26.90	13.98	8.84	-0.98	13.77	1.746
3er día	371.04	-10.87	1.63	4.83	3.28	-16.03	16.39	-3.77	1.746
4to día	329.83	-21.48	29.81	-11.66	-14.82	-9.26	32.21	-8.41	1.746
5to día	385.98	-23.43	73.08	-27.42	-68.06	-15.38	39.79	10.85	1.746
TIEMPO	t cal23	t cal24	t cal34	t cal123	t cal124	t cal134	t cal234	t cal1234	t cal23
1er día	20.44	-52.05	8.90	6.70	6.54	11.46	-42.16	3.43	1.746
2do día	17.16	-35.11	4.61	14.08	5.42	13.21	-24.98	6.88	1.746
3er día	12.06	-4.07	25.73	-2.55	15.05	0.38	-6.27	0.66	1.746
4to día	0.26	16.73	12.60	-5.85	14.88	19.01	-29.59	-3.60	1.746
5to día	-9.40	44.44	-17.70	-11.44	9.94	20.44	-56.47	9.40	1.746

Del resultado obtenido se aprecia que los coeficientes son significativos todos, ya que los valores calculados son mayores que los tabulados, esto en dependencia del día por el que este transcurriendo el experimento al igual que las interacciones las cuales poseen también un comportamiento irregular a medida que transcurre el tiempo debido a que existen valores modulares inferiores a los tabulados, solo la interacción de los cuatro factores se mantiene estable.

De ahí que ecuación de regresión ajustada para cada tiempo estudiado es:

$$\xi(Co)_{1^{er} día} = 68.48 + 2.79X_2 + 1.88X_1X_2 + 0.71X_1X_3 + 3.09X_2X_3 + 1.34X_3X_4 + 1.01X_1X_2X_3 + 0.99X_1X_2X_4 + 1.73X_1X_3X_4 + 0.52X_1X_2X_3X_4$$



$$\xi(Co)_{2^{do} \text{ día}} = 76.69 + 1.65X_1 + 3.68X_2 + 2.50X_4 + 1.58X_1X_2 + 2.46X_1X_4 + 3.07X_2X_3 + 0.83X_3X_4 \\ + 2.52X_1X_2X_3 + 0.97X_1X_2X_4 + 2.36X_1X_3X_4 + 1.23X_1X_2X_3X_4$$

$$\xi(Co)_{3^{er} \text{ día}} = 76.03 + 0.33X_2 + 0.99X_3 + 0.67X_4 + 3.36X_1X_3 + 2.47X_2X_3 + 5.27X_3X_4 + 3.08X_1X_2X_4 \\ + 0.08X_1X_3X_4 + 0.13X_1X_2X_3X_4$$

$$\xi(Co)_{4^{to} \text{ día}} = 67.82 + 6.13X_2 + 6.62X_1X_3 + 0.05X_2X_3 + 3.44X_2X_4 + 2.59X_3X_4 + 3.06X_1X_2X_4 \\ + 3.91X_1X_3X_4$$

$$\xi(Co)_{5^{to} \text{ día}} = 58.12 + 11X_2 + 5.99X_1X_3 + 1.63X_1X_4 + 6.69X_2X_4 + 1.50X_1X_2X_4 + 3.08X_1X_3X_4 \\ + 1.42X_1X_2X_3X_4$$

6- Control de la adecuación de la ecuación de regresión.

- a) El control de la adecuación de la ecuación de regresión, se realiza calculando para cada punto del plano (de la matriz de coeficientes (tabla 4.1.12)) los valores medios de los coeficientes del modelo, es decir:

$$\hat{y}_1 = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \dots \pm b_N$$

$$\hat{y}_2 = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \dots \pm b_N$$

$$\hat{y}_N = \pm b_0 \pm b_1 \pm b_2 + \dots \pm b_N$$

Tabla N° 2.16. Valores de la suma algebraica de los coeficientes de la ecuación de regresión para cada tiempo.

	1er día	2do día	3er día	4to día	5to día
$\hat{y}_1$	73.40	75.00	81.25	80.20	80.00
$\hat{y}_2$	76.00	79.80	83.20	78.40	65.20
$\hat{y}_3$	75.00	81.20	87.50	82.30	75.80
$\hat{y}_4$	79.20	83.30	66.60	62.50	58.30
$\hat{y}_5$	43.75	56.30	57.30	51.60	50.80
$\hat{y}_6$	40.30	45.80	75.00	62.50	60.20
$\hat{y}_7$	81.20	87.50	81.20	80.10	87.50
$\hat{y}_8$	83.30	84.60	70.80	69.30	69.10
$\hat{y}_9$	81.25	81.25	78.75	68.75	37.50
$\hat{y}_{10}$	66.60	87.50	65.50	29.20	16.60
$\hat{y}_{11}$	75.00	81.25	75.00	93.75	93.75
$\hat{y}_{12}$	65.70	82.70	62.50	66.60	70.80
$\hat{y}_{13}$	77.60	79.20	81.25	56.25	25.00
$\hat{y}_{14}$	66.60	79.20	83.30	66.60	41.60
$\hat{y}_{15}$	52.10	58.60	83.80	64.90	42.80
$\hat{y}_{16}$	58.70	83.80	83.50	72.10	54.90

b) La dispersión de adecuación de adecuación se determina por:

$$S_{adec}^2 = \frac{n}{N - n - 1} \left[\left(\bar{y}_1 - \hat{y}_1 \right)^2 + \left(\bar{y}_2 - \hat{y}_2 \right)^2 + \dots + \left(\bar{y}_n - \hat{y}_n \right)^2 \right]$$

Tabla N° 2.17. Valores de dispersión de adecuación

	1er día	2do día	3er día	4to día	5to día
Sadec	0.64	4.96	3.66	2.54	2.34

- c) Se calcula el criterio de Fisher para determinar la adecuación del modelo al objeto investigado según:

$$F_{calc} = \frac{S_{adec}^2}{S_y^2}$$

Tabla N° 2.18. Fisher de calculo para cada tiempo de investigación

	1er día	2do día	3er día	4to día	5to día	Ftab
Fcalc	0.58	2.23	1.82	1.25	2.15	2.74

Como se demuestra que los valores calculados son menores a los tabulados se plantea que el modelo es adecuado al rango de parámetros estudiados

- d) Calculo de la correlación.

$$R = \sqrt{1 - \frac{\left(\bar{y} - \hat{y}_i \right)^2}{\sum \left(\hat{y}_i - y_G \right)^2}}$$

Tabla N° 2.19. Coeficientes de correlación

	1er día	2do día	3er día	4to día	5to día
R	0.99	1	1	1	0.99

Por lo que se puede plantear que existe una elevada correlación entre los factores de estudio y la recuperación de cobalto variables independientes.



2.3.7- Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción del níquel:

La extracción del níquel se realizó de forma análoga a la del cobalto, al igual que la determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción.

$$\xi_{Ni} = \frac{Q_{Ni_L}^i - Q_{Ni_L}^f}{Q_{Ni_{sol}}} \cdot 100$$

$$Q_{Ni_L}^f = C_{Ni}^i \cdot V_L^f$$

$$Q_{Ni_L}^i = C_{Ni}^i \cdot V_L^i$$

$$Q_{Ni_{sol}} = \%Ni^i \cdot m_{sol}^i$$

Si T es un elemento trazador:

$$Q_T^i = Q_T^f \text{ en el líquido.}$$

Como

$$Q_T^i = C_T^i \cdot V_L^i \text{ y:}$$

$$Q_T^f = C_T^f \cdot V_L^f \text{ entonces: } C_T^i \cdot V_L^i = C_T^f \cdot V_L^f \text{ y luego:}$$

$$V_L^f = \frac{C_T^i}{C_T^f} \cdot V_L^i$$

por lo que:

$$\xi_{Ni} = \frac{C_{Ni}^f \cdot V_L^f - C_{Ni}^i \cdot V_L^i}{\%Ni^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

$$\xi_{Ni} = \frac{C_{Ni}^f \cdot \frac{C_T^i}{C_T^f} V_L^f - C_{Ni}^i \cdot V_L^i}{\%Ni^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

Si la concentración de Niⁱ en la solución es cero entonces:

$$\xi_{Co} = \frac{C_{Ni}^f \cdot V_L^f - 0}{\%Ni^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100 \quad \text{y si } C_T^i = C_T^f \text{ entonces:}$$

$$\xi_{Ni} = \frac{C_{Ni}^f \cdot V_L^f}{\%Ni^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

Luego de realizar todos los cálculos pertinentes obtuvimos la ecuación la cual es la siguiente:

- ❖ Ecuaciones matemáticas del proceso de extracción del níquel para los diferentes tiempos de experimentación:

$$\begin{aligned} \xi(Ni)_{1^{er} \text{ día}} = & 53.38 - 4.40X_1 + 7.04X_2 + 0.01X_3 + 6.85X_4 + 1.09X_1X_2 - 1.39X_1X_3 - 2.78X_1X_4 \\ & + 2X_2X_3 - 4.26X_2X_4 + 2.21X_3X_4 + 0.98X_1X_2X_3 - 0.36X_1X_2X_4 - 0.04X_1X_3X_4 \\ & - 3.73X_2X_3X_4 + 1X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \xi(Ni)_{2^{do} \text{ día}} = & 63.71 - 5.16X_1 + 3.49X_2 - 2.08X_3 + 5.96X_4 + 0.49X_1X_2 - 2.08X_1X_3 - 1.96X_1X_4 \\ & + 3.90X_2X_3 - 5.89X_2X_4 + 1X_3X_4 + 0.93X_1X_2X_3 + 1.46X_1X_2X_4 - 1.10X_1X_3X_4 \\ & - 2.65X_2X_3X_4 + 2.28X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$



$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{3^{er} día} = & 64.97 - 2.17X_1 + 2.62X_2 - 0.33X_3 - 4.77X_4 + 1.45X_1X_2 + 0.96X_1X_3 + 1.85X_1X_4 \\ & - 0.31X_2X_3 + 0.58X_2X_4 - 1.69X_3X_4 - 1.90X_1X_2X_3 - 1.44X_1X_2X_4 + 4.50X_1X_3X_4 \\ & + 3.38X_2X_3X_4 - 2.31X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{4^{to} día} = & 58.47 - 5.61X_1 + 7.91X_2 - 2.24X_3 - 12.53X_4 + 4.46X_1X_2 + 1.81X_1X_3 + 1.22X_1X_4 \\ & - 3.58X_2X_3 + 2.46X_2X_4 - 2.49X_3X_4 - 3.66X_1X_2X_3 - 2.62X_1X_2X_4 + 3.18X_1X_3X_4 \\ & + 2.32X_2X_3X_4 - 6.78X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{5^{to} día} = & 39.03 - 2.32X_1 + 6.98X_2 - 7.58X_3 - 13.78X_4 + 3.71X_1X_2 - 2.53X_1X_3 + 3.74X_1X_4 \\ & + 1.79X_2X_3 + 2.04X_2X_4 + 2.23X_3X_4 - 5.88X_1X_2X_3 + 0.34X_1X_2X_4 - 0.79X_1X_3X_4 \\ & - 4.52X_2X_3X_4 - 3.87X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

❖ Ecuación de regresión ajustada para cada tiempo estudiado es:

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{1^{er} día} = & 53.38 + 7.04X_2 + 0.01X_3 + 6.85X_4 + 1.09X_1X_2 + 2X_2X_3 + 2.21X_3X_4 + 0.98X_1X_2X_3 \\ & + 1X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{2^{do} día} = & 63.71 + 3.49X_2 + 5.96X_4 + 0.49X_1X_2 + 3.90X_2X_3 + 1X_3X_4 + 0.93X_1X_2X_3 \\ & + 1.46X_1X_2X_4 + 2.28X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{3^{er} día} = & 64.97 + 2.62X_2 + 1.45X_1X_2 + 0.96X_1X_3 + 1.85X_1X_4 + 0.58X_2X_4 + 4.50X_1X_3X_4 \\ & + 3.38X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{4^{to} día} = & 58.47 + 7.91X_2 + 4.46X_1X_2 + 1.81X_1X_3 + 1.22X_1X_4 + 2.46X_2X_4 + 3.18X_1X_3X_4 \\ & + 2.32X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Ni)_{5^{to} día} = & 39.03 + 6.98X_2 + 3.71X_1X_2 + 3.74X_1X_4 + 1.79X_2X_3 + 2.04X_2X_4 + 2.23X_3X_4 \\ & + 0.34X_1X_2X_4\end{aligned}$$



2.3.8- Determinación de la ecuación que rige el proceso de extracción del Manganeseo:

La extracción de manganeseo se calcula mediante las siguientes fórmulas:

$$\xi_{Mn} = \frac{Q^i_{Mn_L} - Q^f_{Mn_L}}{Q_{Mn_{sol}}} \cdot 100$$

$$Q^f_{Mn_L} = C^i_{Mn} \cdot V^f_L$$

$$Q^i_{Mn_L} = C^i_{Mn} \cdot V^i_L$$

$$Q_{Mn_{sol}} = \%Mn^i \cdot m^i_{sol}$$

Si T es un elemento trazador:

$$Q^i_T = Q^f_T \text{ en el líquido.}$$

Como

$$Q^i_T = C^i_T \cdot V^i_L \text{ y:}$$

$$Q^f_T = C^f_T \cdot V^f_L \text{ entonces: } C^i_T \cdot V^i_L = C^f_T \cdot V^f_L \text{ y luego:}$$

$$V^f_L = \frac{C^i_T}{C^f_T} \cdot V^i_L$$

por lo que:

$$\xi_{Mn} = \frac{C^f_{Mn} \cdot V^f_L - C^i_{Mn} \cdot V^i_L}{\%Mn^i \cdot m^i_{sol}} \cdot 100$$

$$\xi_{Mn} = \frac{C_{Mn}^f \cdot \frac{C_T^i}{C_T^f} V_L^f - C_{Mn}^i \cdot V_L^i}{\%Mn^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

Si la concentración de Mn^i en la solución es cero entonces:

$$\xi_{Mn} = \frac{C_{Mn}^f \cdot V_L^f - 0}{\%Mn^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100 \quad \text{y si } C_T^i = C_T^f \text{ entonces:}$$

$$\xi_{Mn} = \frac{C_{Mn}^f \cdot V_L^f}{\%Mn^i \cdot m_{sol}^i} \cdot 100$$

Luego de realizar todos los cálculos pertinentes obtuvimos la ecuación la cual es la siguiente:

❖ Ecuaciones matemáticas del proceso de extracción del manganeso para los diferentes tiempos de experimentación:

$$\begin{aligned} \xi(Mn)_{1^{er} \text{ día}} = & 48.84 - 1.59X_1 + 9.04X_2 + 5.51X_3 + 3.54X_4 - 1.01X_1X_2 - 0.94X_1X_3 + 1.56X_1X_4 \\ & - 0.66X_2X_3 + 2.71X_2X_4 + 10.34X_3X_4 - 1.39X_1X_2X_3 - 1.84X_1X_2X_4 + 1.39X_1X_3X_4 \\ & - 5.41X_2X_3X_4 - 2.29X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \xi(Mn)_{2^{do} \text{ día}} = & 49.11 - 1.62X_1 + 1.59X_2 + 2.33X_3 + 4.06X_4 - 2.63X_1X_2 - 6.37X_1X_3 + 7.58X_1X_4 \\ & - 1.23X_2X_3 + 2.44X_2X_4 + 12.26X_3X_4 - 5.18X_1X_2X_3 + 3.27X_1X_2X_4 + 1.51X_1X_3X_4 \\ & + 0.79X_2X_3X_4 + 0.19X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \xi(Mn)_{3^{er} \text{ día}} = & 57.50 + 4.40X_1 + 0.06X_2 + 6.23X_3 + 0.44X_4 - 0.64X_1X_2 - 2.98X_1X_3 + 6.49X_1X_4 \\ & - 1.49X_2X_3 - 0.33X_2X_4 + 6.46X_3X_4 - 1.69X_1X_2X_3 + 0.82X_1X_2X_4 - 2.59X_1X_3X_4 \\ & - 0.38X_2X_3X_4 - 1.73X_1X_2X_3X_4 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Mn)_{4^{to} \text{ día}} &= 61.09 + 3.33X_1 - 0.06X_2 + 3.70X_3 - 2.73X_4 + 2.33X_1X_2 - 2.21X_1X_3 + 4.11X_1X_4 \\ &- 3.80X_2X_3 - 1.10X_2X_4 + 2.29X_3X_4 - 1.66X_1X_2X_3 + 0.29X_1X_2X_4 + 0.08X_1X_3X_4 \\ &- 0.84X_2X_3X_4 - 2X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Mn)_{5^{to} \text{ día}} &= 56.54 - 1.97X_1 + 1.16X_2 - 1.76X_3 - 2.49X_4 + 1.19X_1X_2 - 2.54X_1X_3 + 1.79X_1X_4 \\ &+ 2.53X_2X_3 - 1.31X_2X_4 - 4.04X_3X_4 - 0.86X_1X_2X_3 - 2.12X_1X_2X_4 - 0.33X_1X_3X_4 \\ &- 1.63X_2X_3X_4 - 2.87X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

❖ Ecuación de regresión ajustada para cada tiempo estudiado es:

$$\begin{aligned}\xi(Mn)_{1^{er} \text{ día}} &= 48.84 + 9.04X_2 + 5.51X_3 + 3.54X_4 + 1.56X_1X_4 + 2.71X_2X_4 + 10.34X_3X_4 \\ &+ 1.39X_1X_3X_4\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\xi(Mn)_{2^{do} \text{ día}} &= 49.11 + 1.59X_2 + 2.33X_3 + 4.06X_4 + 7.58X_1X_4 + 2.44X_2X_4 + 12.26X_3X_4 \\ &+ 3.27X_1X_2X_4 + 1.51X_1X_3X_4 + 0.79X_2X_3X_4 + 0.19X_1X_2X_3X_4\end{aligned}$$

$$\xi(Mn)_{3^{er} \text{ día}} = 57.50 + 4.40X_1 + 0.06X_2 + 6.23X_3 + 0.44X_4 + 6.49X_1X_4 + 6.46X_3X_4 + 0.82X_1X_2X_4$$

$$\begin{aligned}\xi(Mn)_{4^{to} \text{ día}} &= 61.09 + 3.33X_1 + 3.70X_3 + 2.33X_1X_2 + 4.11X_1X_4 + 2.29X_3X_4 + 0.29X_1X_2X_4 \\ &+ 0.08X_1X_3X_4\end{aligned}$$

$$\xi(Mn)_{5^{to} \text{ día}} = 56.54 + 1.16X_2 + 1.19X_1X_2 + 1.79X_1X_4 + 2.53X_2X_3$$



Del análisis realizado se concluye que:

- Existe una influencia significativa de los parámetros estudiados sobre la extracción del cobalto durante el proceso de lixiviación con ácido Tartárico, de las colas obtenidas en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.
- Existe una alta correlación entre las variables de entrada del proceso (concentración de ácido, % de sólido, flujo de solución y la temperatura) y los resultados obtenidos de extracción del cobalto (variable de salida), siendo aproximadamente de 1.
- Se obtuvieron las ecuaciones de regresión para los diferentes tiempos de estudio las cuales se adecuan a los parámetros de estudio (concentración de ácido, % de sólido, flujo de solución y temperatura), teniendo un carácter directamente proporcional a la extracción de cobalto, resultando la del segundo día la ecuación por la cual se puede regir el proceso, esto se debe a que la misma presenta la mayor cantidad de variables significativas, así como la mayor cantidad de interacciones además del mayor promedio de extracción de cobalto (ver tabla 2.2), comparándolo con el resto de los otros cuatro días de experimentación.
- Al observar los valores de los coeficientes de correlación para cada una de las variables se puede plantear que el grado de influencia de éstas sobre el proceso, en orden descendente es el siguiente: Concentración de ácido, % de sólido, flujo y luego la temperatura.



ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

2.4- Estudio de la prefactibilidad económica de la recuperación de cobalto a partir de las colas con ácidos orgánicos.

Este estudio se realiza con el objetivo de tener una idea acerca de los gastos incurridos en el procesamiento de las colas con ácido tartárico, así como el posterior tratamiento de la solución.

Determinación de la masa de ácido tartárico necesaria para extraer el cobalto en una tonelada de cola:

Experimentalmente para una concentración de ácido de 0.1 mol/l, con un volumen de solución de 3 L y utilizando un 2% de sólido se necesita una masa de ácido de 45 g para lixiviar 92.7 g de cola, por lo que la relación ácido/mena es de 0.48; teniendo en cuenta esto determinamos que para procesar 1000 kg de cola se necesitan 480 kg de ácido.

Determinación de la masa de de cobalto que se puede extraer procesando una masa de cola de 1000 kg:

Teniendo en cuenta que el cobalto representa un 0.08% de la masa total de las colas, determinamos que en una masa de cola de 1000 kg hay una masa de 0.8 kg de cobalto, pero como el porcentaje de extracción máximo de cobalto es 76.69%, de esa masa pasan a la solución 0.613 kg de cobalto y si luego este cobalto lo precipitamos con sulfuro de hidrógeno (H_2S), y asumimos que en este proceso existe un 95% de eficiencia, obtendríamos una masa de 0.58 kg de cobalto.

Determinación de la masa de sulfuro de hidrógeno necesaria para par precipitar los 0.58 kg de cobalto.

En la siguiente ecuación se aprecia la reacción química que tendría lugar en el proceso de precipitación con sulfuro de hidrógeno:





ISMMANJ

Rolman M. Peláez Rivera

Utilizando la ley de conservación de las masas, llegamos a la siguiente relación:

$$m(\text{H}_2\text{S}) = [m(\text{CoS}) * M(\text{H}_2\text{S})] / M(\text{CoS})$$

de donde tenemos que la masa de sulfuro de sulfuro de hidrógeno necesaria para precipitar 0.58 kg de cobalto es de 0.24 kg.

2.4.1 Cálculo de prefactibilidad económica:

Tabla N° 2.20. Balance de prefactibilidad económica.

Para procesar 1T de cola	Cantidad en kg	Precio por kg	Total
Entrada			
Ácido tartárico	480	4 USD	1920 USD
Sulfuro de Hidrógeno	0.24	0.479 USD	0.1 USD
Salida			
CoS extraído	0.58	16.94 USD	9.82 USD
Total			1910,28 USD

CAPITULO III

Conclusiones.

Del análisis de los resultados experimentales acerca de la recuperación del cobalto de las colas de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara de Moa con el ácido tartárico se derivan las siguientes conclusiones:

- 1- Se demuestra la posibilidad real de recuperar una parte significativa del cobalto contenido en las colas mediante la lixiviación con ácido tartárico en condiciones relativamente sencillas.
- 2- Existe una influencia significativa de los parámetros estudiados sobre la extracción del cobalto durante el proceso de lixiviación con ácido Tartárico, de las colas obtenidas en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara.
- 3- Se establece el modelo matemático que permite analizar la incidencia de los parámetros estudiados en la extracción del cobalto.

$$\xi(Co)_{2^{do} día} = 76.69 + 1.65X_1 + 3.68X_2 + 2.50X_4 + 1.58X_1X_2 + 2.46X_1X_4 + 3.07X_2X_3 + 0.83X_3X_4 + 2.52X_1X_2X_3 + 0.97X_1X_2X_4 + 2.36X_1X_3X_4 + 1.23X_1X_2X_3X_4$$

- 4- Según el estudio de prefactibilidad económica teniendo en cuenta ese precio del ácido tartárico el proceso no es factible, si hay que adquirir el ácido por esta vía, pero si el ácido lo podemos adquirir mediante los desechos metabólicos de algunos microorganismos, como bien se explica en la parte introductoria de este trabajo, entonces el proceso de lixiviación si se podría llevar a cabo debido a que esto abarataría el proceso de extracción.

Recomendaciones

1. Profundizar en el estudio de la disminución de cobalto en la solución a partir del segundo día.
2. Realizar un estudio de prefactibilidad económica más profundo.
3. Continuar estudios acerca de la recuperación de cobalto a partir de las colas de la tecnología Caron mediante la lixiviación con ácidos orgánicos teniendo en cuenta los resultados de este trabajo.

Bibliografía.

1. Alibhai K, A Dudeney, P Tzeferis: Biolixiviación y Bioprecipitación de níquel y hierro de lateritas. Microbiology Reviews Vol-11, N° 2, 1993: pp. 87-96.
2. Alibhai y Col: Lixiviación Microbiana de níquel de laterita de baja ley de Grecia. The minerals, Metal Materials Society, 1991.
3. Almaguer A y Zamarzy: Estudio de la distribución del hierro, níquel y cobalto en los tamaños de los granos que componen el perfil de la corteza de intemperismo de las rocas ultramáficas, hasta su desarrollo laterítico y su relación con la mineralogía. Revista Minería y Geología Vol 2, N° 2, 1993:pp. 17-20.
4. Ballester A, F González, M Blázquez: Biolixiviación de menas naturales. Posibilidades actuales de utilización. Revista de Metalurgia. Vol 24, N° 2, 1998: pp. 91-101.
5. Bosecker K. Leaching of lateritic nickel ore with heterotrophic microorganisms. 8th International Symposium. Ed. By Society Francaise of Microbiologie vol.2, Paris, Francia.1985.
6. Bosecker K: Biolixiviación de valores metálicos de minerales silicatados y productos residuales silicatados. Bihidrometalurgy,1988: pp. 15-24.
7. Bruguera N y R. Gamboa: Lixiviación de una Mena serpentínica níquelífera con ácidos orgánicos. Minería y Geología, Vol 14, N° 2, 1998:pp. 14.
8. Burgstaller W, Schiner F: Lixiviación de metales con hongos.
9. Coello V. A y otros: Distribución fraccional de los valores metálicos en el escombro laterítico. Revista Minería y Geología, Vol 15, N° 1, 1998.
10. Chang. C. A. R: Conferencia magistral. Retos científicos para una larga existencia de la tecnología Carbonato Amoniacal.
11. Chang. C. A. R: Tesis de doctorado .
12. Costa-G-M; Laurent-C; De-Grave-E; Vandenberghe-R-E: A comprehensive Moessbauer study of highly-substituted aluminum maghemite. Special Publication - Geochemical Society. 5: pp. 93-104. 1996.
13. Djemai-A; Soubies-F: Aluminous maghemite as palaeoenvironmental marker in lateritic soils; the case study of the Salitre areas, Minas Gerais, Brazil. Univ. Paul

- Sabatier, Lab. Mineral., Toulouse, France. In: Seventh international meeting; Eurolat' 96. Geociencias (Aveiro). 10; 1: pp. 25-30. 1996.
14. Fernández M. E: Estudio preliminar de la lixiviación ácida de los residuos sólidos de la lixiviación alcalina de los escombros de Moa. Tesis de doctorado, ISMM, 1991.
 15. Fieser F. L: Química orgánica superior. Edit Grijalbo, S. A, 1996. pp. 115-116-T1.
 16. Figueras y Col: Patente C 23/04, 1998.
 17. Hunt-C-P; Singer-M-J; Kletetschka-G; TenPas- J; Verosub-K-L: Effect of citrate-bicarbonate-dithionite treatment on fine-grained magnetite and maghemite. Earth and Planetary Science Letters. 130; 1-4: pp. 87-94. 1995.
 18. Kar R. N, B Sukala, V Panchanadikar: Extracción de níquel y cobalto de un mineral Laterítico utilizando Rhizopies Arrhizus. Biohidrometallurgical Procesing, Vol. 1, 1995:pp. 413-T1.
 19. Lores H: Recuperación del cobalto a partir de concentrado de escombros laterítico. Trabajo de diploma, 1996.
 20. Mayo. Y: Determinación de las regularidades cinéticas del proceso de recuperación de cobalto de las menas lateríticas fuera de balancea través de la lixiviación con ácido tartárico. Trabajo de diploma, ISMM, 1999.
 21. Moreno D. A.: Proyecto de Refinación de sulfuros. Estudios Bibliográficos, 1996.
 22. Palacios R, Rodríguez G: Tratamiento de concentrados de escombros lateríticos por vía ácida a presión. Minería y Geología, Vol 14, Nº 2, 1998: pp. 14.
 23. Palacios R. A: Recuperación de cobalto a partir de los escombros lateríticos mediante la lixiviación ácida a presión: Tesis de doctorado, ISMM, 2002
 24. Perez-Rodriguez-J-L; Maqueda-C; Rodriguez-Rubio-P; Jimenez-de-Haro-M-C: Occurrence of talc in soils with high iron content from the south-west of Spain. Universidad de Sevilla, Instituto de Ciencia de Materiales, Seville, Spain . Australian Journal of Soil Research. 34; 5: pp.635-651. 1996.
 25. Ponce, N.-Altarriba, I.-Carrillo, D: Composición Sustancial Del Yacimiento Artificial "Colas De Moa".-66-75-Revista Tecnológica Serie Geología-16-2-La Habana. 1986

26. Rivas-Ramos-J-M; Cala-Rivero-V : Adsorption of maghemite and ferrihydrite containing heavy metals. Sociedad Española de la Ciencia del Suelo. Madrid, Spain. 1995. Edafología. 1; 1, Pages 75-82. 1995.
27. Robertson, I-D-M : Ferruginous lag geochemistry on the Yilgarn Craton of Western Australia; practical aspects and limitations. CSIRO Division of Exploration and Mining, Australia. Journal of Geochemical Exploration. 57; 1-3: pp.139-151, 1996.
28. Rodríguez A, L Herández: Tabla y resúmenes estadísticos. Editorial Pueblo y Educación, 1986.
29. Rojas P. A: Principales fases minerales portadoras de níquel en los horizontes lateríticos del yacimiento de Moa. Tesis de doctorado, ISMM,1995.
30. Rojas P. A: Características Mineralógicas de los residuales no lixiviados del proceso Caron, en Moa, Holguín, Cuba, 2002.
31. Singer-M-J; Bowen-L-H; Verosub-K-L; Fine-P; TenPas-J : Mossbauer spectroscopic evidence for citrate-bicarbonate-dithionite extraction of maghemite from soils. Clays and Clay Minerals. 43; 1: pp.1-7. 1995.
32. S. N: Informe sobre las investigaciones de obtención de semi acero a partir de las colas de Nicaro. Inf. Tecn. CIS, Nicaro. Minbas,1970.
33. Sobol S.I. : Composición de la lateritas de Moa y su influencia sobre los procesos de lixiviación de minerales por ácidos sulfúrico en autoclaves. Rev. tecnológica No. 5 y 6, 1968.
34. Sun-W; Banerjee-S-K; Hunt-CP: The role of maghemite in the enhancement of magnetic signal in the Chinese loess-Paleosol sequence; an extensive rock magnetic study combined with citrate-bicarbonate-dithionite treatment.. Earth and Planetary Science Letters. 133; 3-4: pp. 493-505. 1995.
35. Sukala L. B y Col: Bioleaching of lateritic nickel ore using penicillium sp. Rev Trans Indian Inst Met, Vol.48, N° 2,1993.
36. Sukala L. B y Panchanadikar V: Biolixiviación de una mena laterítica de níquel usando un microorganismo heterótrofo. Hidrometallurgy. Vol 32, N° 3, 1995: pp. 373-379.
37. Taylor y Schwertmann, 1974a : Maghemite in soils and its origin I: Properties and observations on soil maghemites. Clay Minerals. 10. pp 289-298. 1974.



38. Taylor A: Nickel and cobalt laterites. The how ta's of projet development. May 4-5, 1995.
39. Tzeferis P. G, S Agatzini, T Nerantzis: Lixiviación microbiana de un mineral de níquel no sulfuroso utilizando microorganismos heterótrofos. Applied Microbiology. Vol 18, N° 4, 1994: pp. 209-213.
40. Zelikman A. N, Voldman G. M, Beliaevskaya L V: Teoría de los procesos hidrometalurgicos. Editorial Mir. Moscú, 1982: pp. 492.