

CONSIDERACIONES ACERCA DE LA METODOLOGIA DE INVESTIGACION A ESCALA DE LABORATORIO PARA LA REDUCCION Y LIXIVIACION DE MENAS LATERITICAS

CONSIDERATIONS ON THE SCIENTIFIC METHODOLOGY AT LABORATORY SCALE FOR THE REDUCTION ROAST AND AMMONIA LEACH OF THE LATERITE ORES

ANTONIO R. CHANG CARDONA
ALFREDO L. COELLO VELAZQUEZ

E-mail: achang@ismm.edu.cu
Instituto Superior Minero Metalúrgico Dr. Antonio Núñez Jiménez

RESUMEN: En el artículo se aborda el tema de la escala experimental para evaluar el comportamiento de la recuperación de Ni y Co en la tecnología carbonato-amoniaco (TCA) en un banco de prueba para la reducción y la lixiviación, el cual fue construido por una empresa que necesita de las mismas periódicamente. En el trabajo se hace un análisis de los errores metodológicos que se cometen con mayor frecuencia en este tipo de investigación mediante el estudio de un caso real. Durante el análisis se recomendó valorar la conveniencia de construir una instalación multipropósito para la empresa a escala de miniplanta de trabajo continuo y transportable con vista a disminuir los costos de investigación, incluyendo cualquier innovación tecnológica en el circuito Reducción-Lixiviación, además, ésta posibilitará evaluar tecnológicamente de forma confiable otros componentes útiles presentes en la laterita con contenidos muchos más bajos que los del Co.

Palabras clave: escala experimental, tratamiento de laterita, tostación reductora de laterita, lixiviación amoniaco.

ABSTRACT: The experimental scale as a topic is approached in this paper with the objective of evaluating the behavior of the recovery of Ni and Co in the ammoniacal-carbonate technology and in a test bank for the reduction roasting and leaching. This test bank was built by a company that needs to carry out these tests periodically. In the present work it has been analyzed the most frequent errors made while carrying out this kind of research. The analysis has been made by means of the study of a real case. During the analysis it was recommended to consider the convenience of building a multi-purpose installation for the company, at mini-plant scale of continuous and transportable work in order to diminish the costs of any type of research, including any type of technological innovation in the roasting-leaching technological circuit. Besides this installation will make easier the technological evaluation, in a more reliable way, of other useful components present in the laterite with lower contents in comparison with the one of Co.

Key words: experimental scale, treatment of laterite, reduction roasting, ammonia leaching.

INTRODUCCIÓN

Las menas lateríticas actualmente son de importancia mundial para la producción de Ni y Co (Taylor, 1995). Es bien conocido que en estas menas el contenido de Ni es alrededor de 10 veces mayor que el de Co, rasgo determinante en la selección de la escala experimental vinculada al tamaño de la muestra para lograr resultados confiables y reproducibles en dependencia del propósito de la investigación respecto a uno de los metales.

Tradicionalmente en Cuba, la extracción del Ni ha sido el objetivo principal de la Tecnología Carbonato-Amónico (TCA), lo que ha condicionado una cultura de investigación a escala de laboratorio para evaluar la potencialidad de su eficiencia metalúrgica, que incluye la herencia de las instalaciones en los centros de investigaciones, plantas piloto y laboratorios de las empresas productoras.

Cuando el Co dejó de ser una impureza (Reid, 1982), se hizo entonces necesario reproducir sus niveles de extracción para evaluar la factibilidad técnico-económica de su producción, así como la ingeniería básica y de detalle de las plantas productoras de Co.

La experiencia demuestra que en la mayoría de los casos los resultados de las pruebas realizadas a escala de laboratorio y banco no se reproducen a una escala mayor. Como regla, las "derrotas" científicas o técnicas no se publican; sin embargo, de estas se aprende mucho si se logra interpretar de forma correcta los errores, convirtiéndolos en oportunidades para mejorar la metodología de investigación que permita disminuir el tiempo de la evaluación tecnológica y los plazos del proyecto de inversión como proceso con mayor eficacia, lo cual permitiría reducir los costos en cualquier etapa del mismo y garantizar la reproducibilidad de sus resultados a escala

industrial. Este es precisamente el objetivo del presente artículo, ilustrado a través de una investigación sobre la evaluación de menas lateríticas en la que el Co y el Ni tienen la misma importancia durante la reducción y lixiviación carbonato-amoniaca.

MATERIALES Y REACTIVOS

El caso que aquí se analiza fue contratado por una empresa bajo la condición de realizar la investigación en sus instalaciones con la masa de muestra tecnológica que ya tenían en su poder y cuya certificación por el laboratorio de minerales Elio Trincado es la siguiente:

Certificación de granulometría de la muestra tecnológica para las pruebas a escala de banco:

Muestra	+ 100 Mesh	+ 200 Mesh	- 200 Mesh
LB:SB	%	%	%
3: 1	6,4	10,7	82,7

Peso total: 12, 83 kg

La composición mineralógica y química del yacimiento se muestra en las tablas 1 y 2.

Se utilizó licor fresco e hidróxido de amonio de la planta de recuperación de amoníaco de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara, y agua corriente para preparar los licores con la composición óptima para la lixiviación (Reid, 1982; Grigorieva et al., 1987). El banco de prueba para la reduc-

TABLA 1. RESULTADOS DEL ANÁLISIS MINERALÓGICO Y POR FRACCIONES DE LAS MENAS DEL YACIMIENTO PUNTA GORDA

Minerales	Mena LB	Mena SB	Mezcla LB+SB
	%	%	%
Goethita	70,31	33,49	58,8
Min. serpentina	9,98	40,72	22,29
Min. arcilloso	7,57	18,95	12,28
Min. magnético	0,69	1,16	0,70
Min. manganeso	1,00	0,53	0,89
Gibbsita	6,86	1,57	2,36
Cromitas	3,27	2,27	2,78
Cuarzo	0,01	0,18	-
Piroxenos	Tr.	-	-
Fracciones			
Frac. magnética	50,12	20,12	49,0
Frac. electro-magnética	46,09	79,03	50,3
Frac. no magnética	1,79	0,85	0,70

TABLA 2. CERTIFICADO DE ANÁLISIS QUÍMICO (EN %)

	LB+SB (1)	LB+SB (2)	LB+SB (3)
SiO ₂	14.39	14.48	14.47
Al ₂ O ₃	5.89	5.95	5.81
TiO ₂	0.06	0.061	0.06
MgO	9.90	9.79	9.86
Fe ₂ O ₃	53.33	52.48	52.45
FeO	0.26	0.26	0.25
FeO-Cr	0.76	0.76	0.64
MnO	0.71	0.76	0.81
Na ₂ O	0.13	0.12	0.13
K ₂ O	< 0.05	<0.05	<0.05
NiO	1.97	1.97	1.95
CoO	0.125	0.129	0.125
Cr ₂ O ₃	2.06	2.08	2.05
Fe	11.27	11.37	11.31
PPI	37.50	36.90	36.80
Ni (AA)	1.58	1.58	1.58
Co (AA)	0.100	0.106	0.10

ción y lixiviación de la muestra tecnológica se construyó (Valdés y Rodríguez, 1997) con los equipos e instrumentos que se relacionan y caracterizan a continuación: Balanza analítica

Tipo: NAGEMA (fabricación alemana).

Peso: 14 kg. E = 0,01 g. Min: 1 g. Máx: 1000 g.

Hornos botella

Se logró obtener estos hornos modificando las muflas con las siguientes características: Tipo: LM 212. 11 VEB (fabricación alemana). Temperatura de operación: 25-1200 °C. Potencia: 2,8 kW. Tensión: 220 V. Frecuencia: 60 Hz. Tamaño de la cámara: interior: ancho: 175 mm, alto: 95 mm, largo: 300 mm. Exterior: ancho: 550 mm, alto: 350 mm, largo: 550 mm, peso: 30 kg. Sistema de regulación de temperatura: automático, muy estable. Las 2 resistencias instaladas pueden trabajar a la vez o una sola. Capacidad de los hornos: 2 botellas.

Motorreductor

Tipo: ZG5/0 KMRB 56 G 6 THI/7 (fabricación alemana). Velocidad de rotación: 0,96 r.p.m. Tensión: 225 – 440 V. Potencia: 0,12 kW.

Termopar Cr – Al (Cromel – Alumel)

Tipo: XA (fabricación rusa). Largo: 310 mm. Diámetro: 10 mm.

Registadores de temperatura

Tipo: KCP2 – 25 (fabricación rusa). Tensión: 220 V. Frecuencia: 60 Hz. Temperatura máxima de registro: 900 °C. Velocidad del papel: 20 mm/h.

TABLA 3 DETERMINACIÓN PRELIMINAR DEL TIEMPO DE EQUILIBRIO DE LA LIXIVIACIÓN PARA 760 °C Y 10 MIN DE RETENCIÓN DEL MINERAL

Tiempo, h	Nia	Nic	Fea	Fec	Nic/Nia	Fea/Fec	F*G	N(t)
0	1,58	1,580	36,85	36,85	1	1	1	0
1	1,58	0,467	36,85	41,9	0,2956	0,87947	0,2599	0,7401
1,5	1,58	0,373	36,85	41,8	0,2361	0,88158	0,2081	0,7919
1,75	1,58	0,35	36,85	41,7	0,2215	0,88369	0,1958	0,8042
2	1,58	0,331	36,85	42,3	0,2095	0,87116	0,1825	0,8175
2,25	1,58	0,334	36,85	42	0,2114	0,87738	0,1855	0,8145
2,5	1,58	0,35	36,85	42	0,2215	0,87738	0,1944	0,8056
2,75	1,58	0,347	36,85	42	0,2196	0,87738	0,1927	0,8073
3	1,58	0,385	36,85	41,8	0,2437	0,88158	0,2148	0,7852

Reactores de lixiviación

Se fabricaron en Moa en los talleres de la Unidad Presupuestada Inversionista (UPI) Las Camariocas. Capacidad: 1,6 dm³. Cantidad de tabiques: 4. Forma: cilíndrica. Agitador mecánico

Tipo: MR – 25 (fabricación alemana). Tensión: 220 V. Frecuencia: 50/60 Hz. Potencia: 0,1 kW. Veloc. min: 50 r.p.m. Veloc. máx. 2 500 r.p.m.

Botellas

Se fabricaron en la UPI Las Camariocas. Material de fabricación: Acero termoresistente. Capacidad: 140 g.

Espectrómetro de absorción atómica

Tipo: UNICAM 929.

Acople a computadora CELL con Software SOLAAR Windows.

MÉTODOS

De acuerdo con las características de los instrumentos, se recomienda variar la temperatura en intervalos no me-

nores a 15-20 °C. La desviación real de la temperatura de reducción se calcula en el papel del registrador. La velocidad de calentamiento hasta el momento que se alcanza la temperatura de reducción se confirma por la inclinación del registro gráfico.

Para disminuir la magnitud de los posibles errores por concepto de oxidación del mineral reducido en la botella durante su enfriamiento con agua, se aplicó masilla refractaria en caliente en las uniones por las cuales pudiera penetrar el aire o el agua al contraerse el metal durante su enfriamiento brusco. Por tales razones, antes de rociarle agua a la botella, se aprieta la tapa de la boca para que selle el espacio entre la rosca y la tapa.

El modo habitual de cuantificar el error sistemático es por estadística, lo que significa un número de repeticiones experimentales bajo condiciones semejantes. Por la limitación de la masa de mineral, será imposible realizar la cantidad requerida para satisfacer en todos los aspectos los objetivos propuestos. Para compensar dicha

TABLA 4. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE EQUILIBRIO DE LA LIXIVIACIÓN PARA 760 °C Y 10 MIN DE RETENCIÓN DEL MINERAL

Tiempo, h	Coa	Coc	Fea	Fec	Coc/Coa	Fea/Fec	F*G	N(t)
0	0,1	0,1	36,85	36,85	1	1	1	0
1	0,1	0,047	36,85	41,9	0,47	0,8795	0,4134	0,58665
1,5	0,1	0,047	36,85	41,8	0,47	0,8816	0,4143	0,58566
1,75	0,1	0,048	36,85	41,7	0,48	0,8837	0,4242	0,57583
2	0,1	0,046	36,85	42,3	0,46	0,8712	0,4007	0,59927
2,25	0,1	0,044	36,85	42	0,44	0,8774	0,386	0,61395
2,5	0,1	0,049	36,85	42	0,49	0,8774	0,4299	0,57008
2,75	0,1	0,048	36,85	42	0,48	0,8774	0,4211	0,57886
3	0,1	0,048	36,85	41,8	0,48	0,8816	0,4232	0,57684

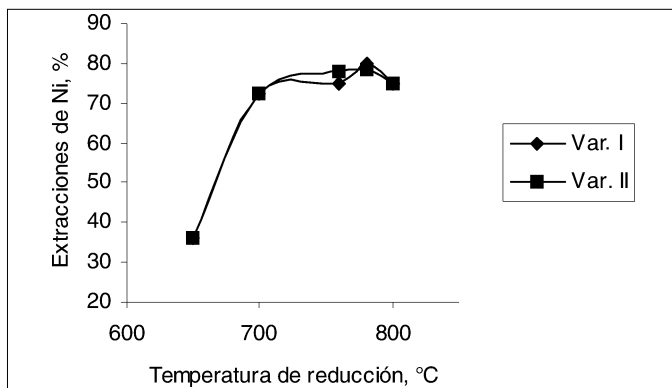


Fig.1. Pronostico de temperatura optima de reduccion de Ni.

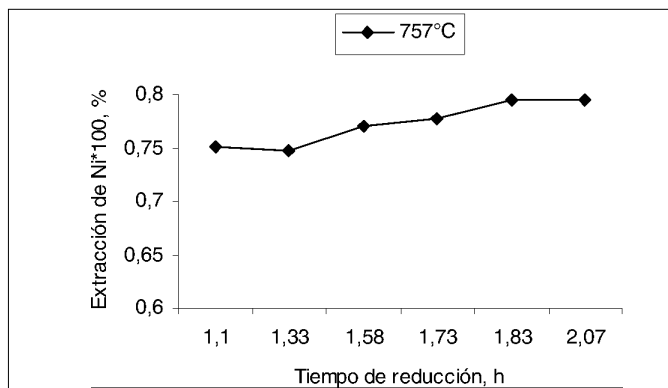


Fig.3. Tiempo de equilibrio de la reduccion del Ni.

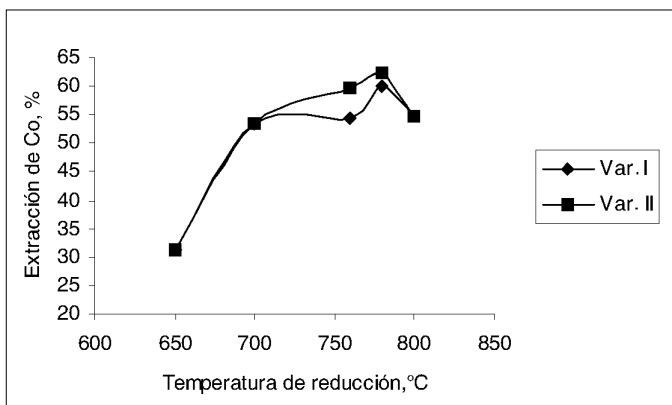


Fig.2. Pronostico de temperatura optima de reduccion del Co.

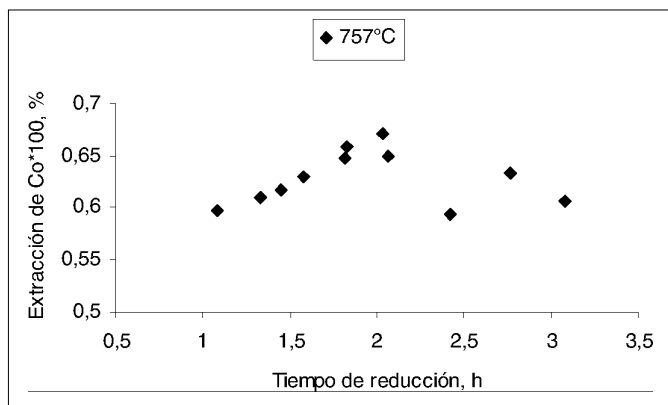


Fig.4. Cinetica de la reduccion del Co.

insuficiencia se emplea el balance material de Ni y Co por las fases sólida y líquida, que refleja el error total, incluyendo el de los instrumentos y equipos de medición.

Las condiciones experimentales fijadas por pruebas preliminares y por selección previa resultaron las siguientes:

- Petróleo aditivo (PA) = 3% en peso de mineral.
 - Velocidad de calentamiento = 5,6 °C/ min.
 - Frecuencia de rotación del agitador = 500 r.p.m.
 - Flujo de aire promedio = 37 - 40 l/h.
 - Relación másica líquido - sólido (L/S) = 10/1.
 - Concentración de amoníaco total promedio 85 ± 1 g/l.
 - Relación de concentración total NH₃ / CO₂ = 1,54 - 1,6.
- Seguidamente se describe la metodología general adaptada a estas condiciones experimentales.

Determinación preliminar del tiempo de equilibrio de la lixiviación

1. Se selecciona la temperatura de 760 °C, con un tiempo de retención de 10 min para las 8 botellas con 140 g de mineral cada una. Se realiza la lixiviación estándar de la siguiente forma: botella 1 (1h); botella 2 (1,5 h); botella 3 (1,75 h); botella 4 (2 h); botella 5 (2,25 h); botella 6 (2,5 h); botella 7 (2,75 h); botella 8 (3 h). Se filtran las muestras y se envía la fase líquida al análisis de Ni y Co por absorción atómica y la fase sólida lavada para determinar Ni, Fe y Co totales (Tablas 3 y 4).

Determinación de la temperatura óptima de reducción y su tiempo de equilibrio

2. Para pronosticar las temperaturas óptimas potenciales se reduce el mineral en 5 botellas hasta llegar a las temperaturas 650; 700; 760; 780; 800 °C (una temperatura por botella). Los mejores resultados se repiten (var. II, figs. 1 y 2).
3. Determinar el tiempo de equilibrio de la reducción a las temperaturas más probables (760 y 780 °C) y a la temperatura superior (800 °C).
4. La temperatura óptima de reducción se determina gráficamente por los valores del extractable máximo a cada temperatura experimentada en el aspecto 3, correspondiente a su tiempo de equilibrio, más los extractables logrados a las temperaturas iniciales de 650 y 700 °C en el aspecto 2.

La lixiviación de todas las botellas se realizó hasta el tiempo de equilibrio obtenido en el aspecto 1. Los resultados se representan en las figuras 1, 2, 3, 4, 5 y 6.

DETERMINACIÓN DE LAS MÁXIMAS EXTRACCIONES DE NI Y CO EN LA ZONA DE EQUILIBRIO DE LA LIXIVIACIÓN PARA LAS CONDICIONES ÓPTIMAS DE REDUCCIÓN

1. Después de confirmada la temperatura óptima y su tiempo de retención, es necesario obtener la curva cinética promedio de la lixiviación estándar por la fase sólida, tal como se procedió en el aspecto 1.

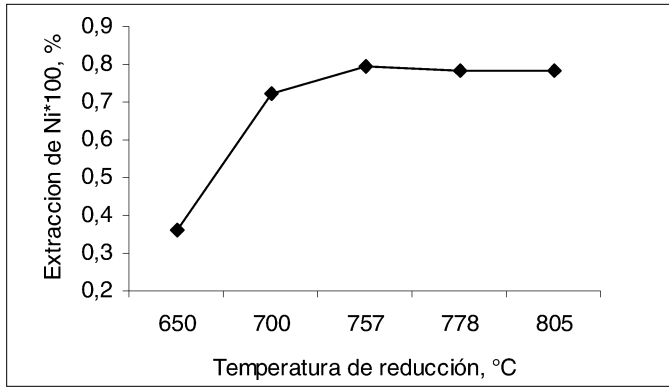


Fig. 5. Determinacion de la temperatura optima de reduccion del Ni.

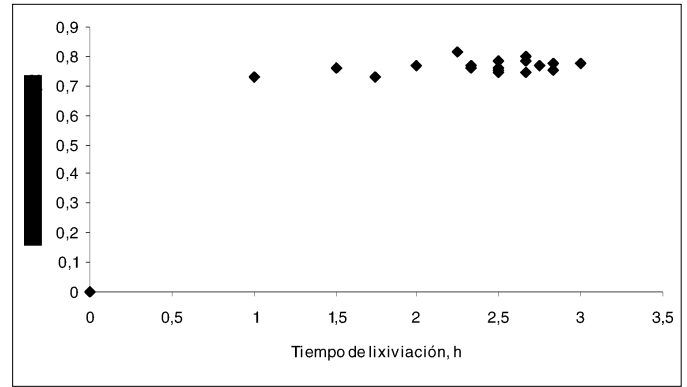


Fig. 7. Cinetica de la lixiviacion carbonato-amoniacal del Co.

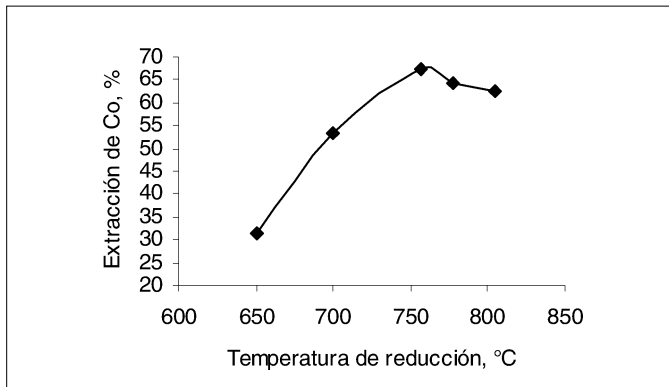


Fig. 6. Determinacion de la temperatura optima para la reduccion del Co.

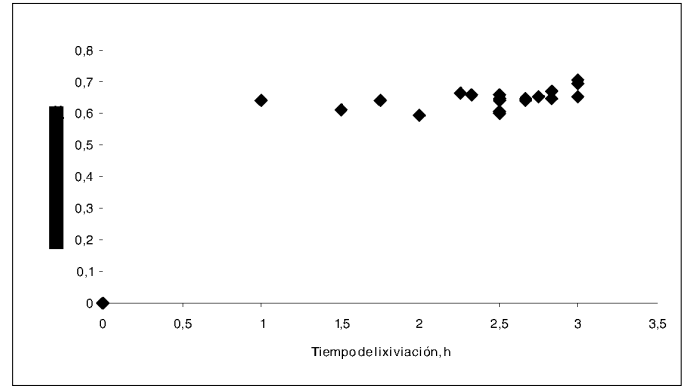


Fig. 8. Cinetica de la lixiviacion carbonato-amoniacal del Ni.

2. Para comprobar el nivel de extractable y darle la confiabilidad estadística para ajustar la curva de equilibrio en las zonas de máximas extracciones de Ni, se realizaron las repeticiones posibles.

Los resultados del procedimiento empleado se reflejan en las tablas 5, 6, 7, 8 y 9 y en las figuras 7 y 8.

Para el cálculo de los extractables de Ni y Co se empleó la fórmula utilizada en las empresas productoras. Por ejemplo, para el Ni:

$$N(t) = \{1 - [(Ni_c/Ni_a) * (Fe_a/Fec)]\} * 100, \%$$

donde:

Ni_c y Fe_c son los contenidos de Fe y Ni en la cola que queda después de la lixiviación del mineral reducido, en fracciones de unidades;

Ni_a y Fe_a son los contenidos de Fe y Ni en la mena alimentada a la operación de reducción. Se toma de la certificación de la muestra tecnológica (ver tabla 2), cuyos valores promedios (en %), incluyendo al Co, después de aplicado la prueba Q son: Ni = 1,58; Co = 0,1; Fe = 36,85.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las operaciones experimentales incluidas en el presente estudio demuestran una considerable cantidad de posibles errores, los cuales se relacionan a continuación:

1. Pesar el mineral crudo, el petróleo aditivo, el mineral reducido y los recipientes de cristal en la balanza analítica.

2. Administrar la velocidad de calentamiento.
3. Mantener la temperatura de reducción durante un determinado tiempo de permanencia del mineral en la botella.
4. Desmontaje de la botella con mineral reducido: parar la rotación, sacar el termopar del interior de la botella, tapar la botella bajo corriente de Argón.
5. Pérdida de mineral reducido adherido a las paredes de la botella al trasladarse el mismo hacia el recipiente de cristal para su pesaje.
6. Oxidación parcial de Ni y Co del mineral reducido durante su enfriamiento y traslado para la operación de lixiviación.
7. Medición de volumen de licor para la lixiviación.
8. Administración del tiempo de lixiviación.
9. Control del flujo de aire durante largo tiempo.
10. Filtración del licor que se envía al laboratorio, sobre todo, cuando el contenido de hierro es apreciable.
11. Lavado de la cola obtenida.
12. Marcha analítica manual en las determinaciones previstas.

Todos estos errores pueden ser agrupados en graves y sistemáticos. Los graves son de fácil determinación; por lo general, los resultados que superan con creces la magnitud del resto de la data, son considerados errores graves, sin descuidar que existe un grupo de ellos que se discriminan utilizando la prueba Q. La detección de los sistemáticos es un poco más compleja, casi siempre están asociados a errores humanos y problemas de calibración.

TABLA 5. BALANCE DE NI POR LICOR Y SÓLIDO. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS										
Tiempo	Nia	M1	MNi	N(t)	MNi3	CNi	VL	MNiL3	Desv. relativa	
h	%	g	g		g	g/l	lit.	g	g	%
0	1,58	140	2,212	0	0	0	0	0	0	0
1	1,58	140	2,212	0,73	1,6148	1,31	1,15	1,5065	0,1083	4,8942
1,5	1,58	140	2,212	0,76	1,6811	1,35	1,135	1,5323	0,1489	6,7301
1,75	1,58	140	2,212	0,728	1,6103	1,39	1,131	1,5721	0,0382	1,729
2	1,58	140	2,212	0,766	1,6944	1,42	1,135	1,6117	0,0827	3,7383
2,25	1,58	140	2,212	0,815	1,8028	1,54	1,156	1,7802	0,0225	1,019
2,5	1,58	140	2,212	0,742	1,6413	1,39	1,161	1,6138	0,0275	1,2439
2,75	1,58	140	2,212	0,765	1,6922	1,46	1,153	1,6834	0,0088	0,3978
3	1,58	140	2,212	0,812	1,7961	1,53	1,139	1,7427	0,0535	2,4175
REPETICIONES										
2,33	1,58	140	2,212	0,763	1,6878	1,38	1,151	1,5884	0,0994	4,4926
2,33	1,58	140	2,212	0,762	1,6855	1,36	1,139	1,549	0,1365	6,1711
2,33	1,58	140	2,212	0,768	1,6988	1,42	1,148	1,6302	0,0687	3,1038
2,33	1,58	140	2,212	0,83	1,836	1,54	1,154	1,7772	0,0588	2,6582
2,33	1,58	140	2,212	0,758	1,6767	1,41	1,121	1,5806	0,0961	4,3439
Promedio				0,7762	1,717	1,422	1,1426	1,6251	0,0919	
Desv. estándar				0,03029	0,067	0,07014	0,0133	0,0898	0,0304	
Coef. variac. %				3,90174	3,9017	4,93268	1,1654	5,5263		
2,5	1,58	140	2,212	0,761	1,6833	1,43	1,141	1,6316	0,0517	2,3373
2,5	1,58	140	2,212	0,755	1,6701	1,45	1,14	1,653	0,0171	0,7712
2,5	1,58	140	2,212	0,783	1,732	1,48	1,141	1,6887	0,0433	1,9582
2,5	1,58	140	2,212	0,807	1,7851	1,41	1,161	1,637	0,1481	6,6941
2,5	1,58	140	2,212	0,742	1,6413	1,39	1,161	1,6138	0,0275	1,2439
Promedio				0,7696	1,7024	1,432	1,1488	1,6448	0,0575	
Desv. estándar				0,02563	0,0567	0,03493	0,0111	0,0282	0,0524	
Coef. variac. %				3,33006	3,3301	2,43914	0,9701	1,7165		
2,67	1,58	140	2,212	0,802	1,774	1,46	1,178	1,7199	0,0541	2,4477
2,67	1,58	140	2,212	0,783	1,732	1,46	1,166	1,7024	0,0296	1,3398
2,67	1,58	140	2,212	0,741	1,6391	1,4	1,162	1,6268	0,0123	0,5557
2,67	1,58	140	2,212	0,728	1,6103	1,43	1,153	1,6488	-0,038	-1,7384
Promedio				0,7635	1,6889	1,4375	1,1648	1,6745	0,0144	
Desv. estándar				0,03478	0,0769	0,02872	0,0104	0,0439	0,0392	
Coef. variac. %				4,55537	4,5554	1,99811	0,8905	2,6195		
2,83	1,58	140	2,212	0,778	1,7209	1,54	1,148	1,7679	-0,047	-2,1241
2,83	1,58	140	2,212	0,775	1,7143	1,43	1,15	1,6445	0,0698	3,1555
2,83	1,58	140	2,212	0,753	1,6656	1,43	1,13	1,6159	0,0497	2,2485
Promedio				0,76867	1,7003	1,46667	1,1427	1,6761	0,0242	
Desv. estándar				0,01365	0,0302	0,06351	0,011	0,0808	0,0624	
Coef. variac. %				1,77585	1,7759	4,33013	0,964	4,82		
3	1,58	140	2,212	0,774	1,7121	1,42	1,128	1,6018	0,1103	4,9877
3	1,58	140	2,212	0,776	1,7165	1,51	1,155	1,7441	-0,028	-1,2449
3	1,58	140	2,212	0,812	1,7961	1,53	1,139	1,7427	0,0535	2,4175
Promedio				0,78733	1,7416	1,48667	1,1407	1,6962	0,0454	
Desv. estándar				0,02139	0,0473	0,05859	0,0136	0,0818	0,0693	
Coef. variac. %				2,71618	2,7162	3,94134	1,1903	4,82		

**TABLA 6. BALANCE DE CO POR LICOR Y SÓLIDO.
ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE LOS RESULTADOS**

Tiempo	Coa	M1	MCo	N(t)	MCoS3	CCo	VL	MCoL3	Desv. relativa	
h	%	g	g		g	g/l	lit.	g	g	%
0	0,1	140	0,14	0	0	0	0	0	0	0
1	0,1	140	0,14	0,644	0,09016	0,067	1,15	0,07705	0,0131	9,36429
1,5	0,1	140	0,14	0,611	0,08554	0,065	1,135	0,07378	0,0118	8,40357
1,75	0,1	140	0,14	0,642	0,08988	0,071	1,131	0,0803	0,0096	6,84214
2	0,1	140	0,14	0,595	0,0833	0,063	1,135	0,07151	0,0118	8,425
2,25	0,1	140	0,14	0,665	0,0931	0,073	1,156	0,08439	0,0087	6,22286
2,5	0,1	140	0,14	0,601	0,08414	0,068	1,161	0,07895	0,0052	3,70857
2,75	0,1	140	0,14	0,651	0,09114	0,072	1,153	0,08302	0,0081	5,80286
3	0,1	140	0,14	0,651	0,09114	0,069	1,139	0,07859	0,0125	8,96357
REPETICIONES										
2,33	0,1	140	0,14	0,661	0,09254	0,072	1,151	0,08287	0,0097	6,90571
2,33	0,1	140	0,14	0,659	0,09226	0,069	1,139	0,07859	0,0137	9,76357
2,33	0,1	140	0,14	0,661	0,09254	0,076	1,148	0,08725	0,0053	3,78
2,33	0,1	140	0,14	0,66	0,0924	0,071	1,154	0,08193	0,0105	7,47571
2,33	0,1	140	0,14	0,645	0,0903	0,075	1,121	0,08408	0,0062	4,44643
Promedio				0,6572	0,09201	0,0726	1,1426	0,08294		
Desv. estándar				0,0069	0,00096	0,0029	0,0133	0,00315		
Coef. variac. %				1,0454	1,04538	3,9683	1,1654	3,80193		
2,5	0,1	140	0,14	0,648	0,09072	0,075	1,141	0,08558	0,0051	3,675
2,5	0,1	140	0,14	0,656	0,09184	0,076	1,14	0,08664	0,0052	3,71429
2,5	0,1	140	0,14	0,604	0,08456	0,064	1,141	0,07302	0,0115	8,24
2,5	0,1	140	0,14	0,642	0,08988	0,061	1,161	0,07082	0,0191	13,6136
2,5	0,1	140	0,14	0,601	0,08414	0,068	1,161	0,07895	0,0052	3,70857
Promedio				0,6302	0,08823	0,0688	1,1488	0,079		
Desv. estándar				0,0258	0,00361	0,0066	0,0111	0,00715		
Coef. variac. %				4,0926	4,09259	9,6084	0,9701	9,04429		
2,67	0,1	140	0,14	0,643	0,09002	0,064	1,178	0,07539	0,0146	10,4486
2,67	0,1	140	0,14	0,569	0,07966	0,061	1,166	0,07113	0,0085	6,09571
2,67	0,1	140	0,14	0,574	0,08036	0,063	1,162	0,07321	0,0072	5,11
2,67	0,1	140	0,14	0,649	0,09086	0,065	1,153	0,07495	0,0159	11,3679
Promedio				0,6088	0,08523	0,0633	1,1648	0,07367		
Desv. estándar				0,0431	0,00604	0,0017	0,0104	0,00194		
Coef. variac. %				7,0851	7,08511	2,7001	0,8905	2,63198		
2,83	0,1	140	0,14	0,737	0,10318	0,069	1,148	0,07921	0,024	17,12
2,83	0,1	140	0,14	0,645	0,0903	0,072	1,15	0,0828	0,0075	5,35714
2,83	0,1	140	0,14	0,671	0,09394	0,067	1,13	0,07571	0,0182	13,0214
Promedio				0,6843	0,09581	0,0693	1,1427	0,07924		
Desv. estándar				0,0474	0,00664	0,0025	0,011	0,00355		
Coef. variac. %				6,9304	6,93041	3,6297	0,964	4,47382		
3	0,1	140	0,14	0,695	0,0973	0,066	1,128	0,07445	0,0229	16,3229
3	0,1	140	0,14	0,708	0,09912	0,065	1,155	0,07508	0,024	17,175
3	0,1	140	0,14	0,651	0,09114	0,069	1,139	0,07859	0,0125	8,96357
Promedio				0,6847	0,09585	0,0667	1,1407	0,07604		
Desv. estándar				0,0299	0,00418	0,0021	0,0136	0,00223		
Coef. variac. %				4,363	4,36299	3,1225	1,1903	2,93679		

TABLA 7. RESULTADOS DEL CÁLCULO DE LA PRUEBA Q PARA LAS REPETICIONES DE LA ENI									
Tiempo, h	No. orden	ENi	Q'	Q''	ENi Fin	MNiL	Q'	Q''	MNiLF
REPETICIONES									
2,33	1	0,758	0,0556		0,758	1,549	0,1404		1,549
2,33	2	0,762			0,762	1,581			1,581
2,33	3	0,763			0,763	1,588			1,588
2,33	4	0,768			0,768	1,63			1,63
2,33	5	0,83		0,86111		1,777		0,6447	
ENi promedio					0,7628				
MNiL promedio									1,587
2,5	1	0,742	0,2		0,742	1,614	0,2432		1,614
2,5	2	0,755			0,755	1,632			1,632
2,5	3	0,761			0,761	1,637			1,637
2,5	4	0,783			0,783	1,653			1,653
2,5	5	0,807		0,36923	0,807	1,688		0,473	1,688
ENi promedio					0,7696				
MNiL promedio									1,6448
2,67	1	0,728	0,1757		0,728	1,627	0,2366		1,627
2,67	2	0,741			0,741	1,649			1,649
2,67	3	0,783			0,783	1,702			1,702
2,67	4	0,802		0,25676	0,802	1,72		0,1935	1,72
ENi promedio					0,7635				
MNiL promedio									1,6745
2,83	1	0,753	0,88		0,753	1,616	0,1908		1,616
2,83	2	0,775			0,775	1,645			1,645
2,83	3	0,778		0,12	0,778	1,768		0,8092	1,768
ENi promedio					0,7687				
MNiL promedio									1,6763
3	1	0,774	0,0526		0,774	1,602	0,993		
3	2	0,776			0,776	1,743			1,743
3	3	0,812		0,94737		1,744		0,007	1,744
ENi promedio					0,775				
MNiL promedio									1,7435

Por demás, es de considerar la influencia de los errores casuales asociados a la imposibilidad de considerar en la investigación un grupo importante de variables incontrolables. Independientemente del tipo de error, es posible atenuar su influencia en los resultados de la investigación mediante el uso de las técnicas estadísticas.

Los 12 aspectos anteriores, más los propios del análisis químico instrumental, demuestran que el error debe compararse con el nivel de pruebas a escala de miniplanta y requiere de una buena preparación del personal que participa en las mismas; queda por ver cuánto representa en los casos del Ni y Co por separado.

RESULTADOS PARA EL NÍQUEL

Basados en el análisis hecho anteriormente sobre las fuentes de errores de la presente investigación, se fijó el valor de la desviación relativa general en 4 % para discriminar de forma estadística los datos experimentales.

Los bajos niveles de extracción de Ni, mostrados en la figura 7, muy por debajo de 85 %, aparejado a los ele-

vados valores de extracción de Co (Fig. 8), 68 % como promedio, indican la necesidad de profundizar en las particularidades mineralógicas de la mena.

Temperatura óptima de reducción del Ni y su tiempo de equilibrio

Los experimentos para pronosticar el intervalo de temperatura óptima indicaron, como se muestra en la figura 2, que la misma posee mayor probabilidad de encontrarse entre 760 y 780 °C. Al buscar el tiempo de equilibrio de la reducción a estas temperaturas, se demostró (Figs. 3 y 5) que la temperatura óptima es de 760 °C y su tiempo de equilibrio se encuentra entre 1,83 y 2,07 h, seleccionando por seguridad 1,94 h; este tiempo se compone de 1,07 h de calentamiento hasta la temperatura de 760 °C y 52 minutos (0,87 h) de reducción del mineral a dicha temperatura. No obstante los resultados positivos alcanzados, se podría mejorar la confiabilidad de los mismos si se incluye el estudio detallado del tiempo de equilibrio a las temperaturas de 700 y 760 °C, reproduciendo 3 veces cada tiempo durante el

TABLA 8. RESULTADOS DEL CÁLCULO DE LA PRUEBA Q PARA LAS REPETICIONES DE LA ECo									
Tiempo, h	No. orden	ECo	Q'	Q''	ECo Fin	MCoL	Q'	Q''	MCoLF
REPETICIONES									
2,33	1	0,645	0,875			0,079	0,6		0,079
2,33	2	0,659	0,5		0,659	0,082			0,082
2,33	3	0,66			0,66	0,083			0,083
2,33	4	0,661			0,661	0,084			0,084
2,33	5	0,661		0	0,661			0,2	
ENi promedio					0,66025				
MNiL promedio									0,082
2,5	1	0,601	0,055		0,601	0,071	0,125		0,071
2,5	2	0,604	0,691		0,604	0,073	0,375		0,073
2,5	3	0,642	0,109		0,642	0,079	0,4375		0,079
2,5	4	0,648			0,648	0,086	0,0625		0,086
2,5	5	0,656		0,1455	0,656	0,087		0,0625	0,087
ENi promedio					0,6302				
MNiL promedio									0,0792
2,67	1	0,569	0,063			0,071	0,5		0,071
2,67	2	0,574	0,863			0,073	0,5		0,073
2,67	3	0,643	0,925		0,643	0,075	0,5		0,079
2,67	4	0,649		0,075	0,649	0,075		0	0,086
ENi promedio					0,646				
MNiL promedio									0,0773
2,83	1	0,645	0,283		0,645	0,076	0,4286		0,076
2,83	2	0,671			0,671	0,079			0,079
2,83	3	0,737		0,7174	0,737	0,083		0,57143	0,083
ENi promedio					0,68433				
MNiL promedio									0,0793
3	1	0,651	0,772		0,651	0,075	0		0,075
3	2	0,695			0,695	0,075			0,075
3	3	0,708		0,2281	0,708	0,079		1	0,079
ENi promedio					0,68467				
MNiL promedio									0,0763

estudio cinético de la reducción para todas las temperaturas. Obviamente, esto es posible cuando la masa de mineral de la muestra tecnológica es suficiente.

Tiempo de equilibrio de la lixiviación carbonato-amoniaco del Ni

En las tablas 5 y 7 se refleja el procedimiento estadístico para seleccionar los datos para el análisis gráfico de la cinética de la lixiviación del Ni (ver Fig. 7). Las consideraciones estadísticas principales de los parámetros N(t) y MNiL para llegar a este resultado, fueron las siguientes:

- La prueba Q (Lurié, 1979) ayuda a eliminar los errores estadísticos graves por ambas fases, y se obtienen los valores promedios de extractable de Ni en cada tiempo de lixiviación.
- Cuando la desviación relativa esté por encima de 4 %, se eliminará el resultado de la fase sólida o líquida que posea mayor coeficiente de variación.
- De igual forma se procederá con las desviaciones negativas, comprobándose por las anomalías de

concentración de Ni, de volumen de licor (masa de mineral reducido) en relación con el resto de las repeticiones de su misma condición.

Los valores del coeficiente de variación para las repeticiones realizadas (ver tabla 5), son menores a 4,6 % para las extracciones, calculadas por la fase sólida N(t) y solamente es superior a 5 % en la masa de Ni, calculada por la fase líquida MNiL, para el tiempo de lixiviación de 2,33 h. Estos resultados indican la homogeneidad de los datos antes de limpiarlos.

La cinética del proceso (Fig. 7) demuestra que el equilibrio se alcanza a partir de las 2,5 h de lixiviación con un nivel promedio de 77 % de extracción para las condiciones dadas.

RESULTADOS PARA EL COBALTO

La desviación relativa producto del balance material de Co a diferencia del Ni estuvo mayoritariamente entre 5 y 9 % con una apreciable cantidad de valores entre 10 y 17 % (ver tabla 6), lo que no permitió definir un por ciento de

TABLA 9. CINÉTICA DE LA LIXIVIACIÓN CARBONATO AMONICAL DEL Co A PARTIR DE MINERALES REDUCIDOS								
Tiempo, h	Coa	Coc	Fea	Fec	Coc/Coa	Fea/Fec	F*G	N(t)
0	0,1	0,1	36,85	36,85	1	1	1	0
1	0,1	0,04	36,85	41,4	0,4	0,8901	0,356	0,64396
1,5	0,1	0,044	36,85	41,7	0,44	0,8837	0,3888	0,61118
1,75	0,1	0,04	36,85	41,2	0,4	0,8944	0,3578	0,64223
2	0,1	0,046	36,85	41,9	0,46	0,8795	0,4046	0,59544
2,25	0,1	0,038	36,85	41,8	0,38	0,8816	0,335	0,665
2,33	0,1	0,038	36,85	41,3	0,38	0,8923	0,3391	0,66094
2,33	0,1	0,038	36,85	41,1	0,38	0,8966	0,3407	0,65929
2,33	0,1	0,038	36,85	41,3	0,38	0,8923	0,3391	0,66094
2,33	0,1	0,038	36,85	41,2	0,38	0,8944	0,3399	0,66012
2,5	0,1	0,04	36,85	41,9	0,4	0,8795	0,3518	0,64821
2,5	0,1	0,039	36,85	41,8	0,39	0,8816	0,3438	0,65618
2,5	0,1	0,045	36,85	41,9	0,45	0,8795	0,3958	0,60424
2,5	0,1	0,041	36,85	42,2	0,41	0,8732	0,358	0,64198
2,5	0,1	0,045	36,85	41,6	0,45	0,8858	0,3986	0,60138
2,67	0,1	0,041	36,85	42,3	0,41	0,8712	0,3572	0,64283
2,67	0,1	0,04	36,85	42	0,4	0,8774	0,351	0,64905
2,75	0,1	0,04	36,85	42,2	0,4	0,8732	0,3493	0,65071
2,83	0,1	0,04	36,85	41,5	0,4	0,888	0,3552	0,64482
2,83	0,1	0,037	36,85	41,5	0,37	0,888	0,3285	0,67146
3	0,1	0,035	36,85	42,3	0,35	0,8712	0,3049	0,69509
3	0,1	0,033	36,85	41,6	0,33	0,8858	0,2923	0,70768
3	0,1	0,04	36,85	42,2	0,4	0,8732	0,3493	0,65071

desviación relativa general en la fase de discriminación estadística de los datos experimentales. Dicha magnitud no está en correspondencia con la confiabilidad deseada. La causa principal de tales resultados, puede estar relacionada con la representatividad de la muestra, asociada a la masa mínima de mineral, la cual depende no solo del tamaño de los granos minerales, sino también del contenido de la especie metálica en la muestra, el carácter de las asociaciones mineralógicas y la heterogeneidad del contenido del metal en la mena. En las menas lateríticas la heterogeneidad de los principales elementos se da en la siguiente serie Ni<Fe<Co<SiO₂<MgO (Coello, 1993). De hecho, estos elementos son de considerable importancia en la definición de la escala del banco de pruebas.

Desde el punto de vista estadístico, al analizar las repeticiones en la tabla 6, sobresalen los altos valores del coeficiente de variación alrededor de 7 % para N(t) en los tiempos de lixiviación de 2,67 h; 2,83 h, y 9 % para MCoL en 2,5 h. Estos resultados confirman la falta de confiabilidad por la mayor heterogeneidad de los datos en 3 de las 5 series repetidas.

No obstante, los datos fueron seleccionados por los criterios siguientes:

- La prueba Q ayuda a eliminar los errores estadísticos más graves por ambas fases, obteniendo los valores promedio de extractable de Co en cada tiempo de lixiviación.
- En caso que los valores picos solitarios máximos no sean excluidos por la prueba Q, entonces se eliminan de los datos.

Los resultados de este análisis se muestran en las tablas 8 y 9. En la figura 8 se observa una tendencia a incrementar la extracción de Co a partir de 2,83 h, por lo que no podemos asegurar que se alcanzó el equilibrio para este metal en la lixiviación estándar. Este resultado confirma la necesidad de investigar al Co como objetivo principal para buscar soluciones y compromisos que permitan dar las recomendaciones adecuadas para las futuras pruebas a mayor escala.

CONCLUSIONES DEL CASO DE ESTUDIO

1. Para los parámetros tecnológicos fijados, se alcanza 77 % de extractable de Ni como promedio estadístico en las condiciones de equilibrio siguientes: temperatura promedio de reducción: 757 °C con un tiempo de reducción de 1,94 h y un tiempo de lixiviación mínimo de 2,5 h.

2. Los resultados de extracciones de Co no son confiables. No obstante, para las condiciones de equilibrio del Ni se obtienen elevadas extracciones promedios entre 63 % y 68 %.

CONSIDERACIONES METODOLÓGICAS

- La escala del banco de pruebas resultó pequeña para evaluar Co por construirse basada en la experiencia de trabajo en la Planta Piloto de Nicaro y el Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM). Esto demuestra la necesidad de determinar la masa mínima de mineral mezclado (LB + SB) que garantice la confiabilidad de los resultados para Co y defina la escala del banco de pruebas con vista a construir las instalaciones con suficiente reserva de capacidad.
- La masa total de muestra tecnológica preparada fue insuficiente por no conocer de antemano la metodología de investigación para la evaluación de ambos metales, considerando la reserva para compensar las pérdidas.
- Estos tipos de banco de pruebas no poseen semejanza dinámica en relación con los equipos industriales, por lo cual no se puede confundir la cinética obtenida para determinar el tiempo a partir del cual se alcanza el equilibrio del proceso con la cinética real industrial, por lo que el propósito de la investigación se restringe a evaluar potencialidades de eficiencia metalúrgica por cada uno de los metales útiles en las condiciones seleccionadas. Esto significa realizar muchos experimentos para diferentes variables y repetirlos. Además, el gran número de operaciones manuales que contribuyen a incrementar el error, conduce a pensar en cambiar el concepto de la instalación experimental bajo los principios siguientes:
 1. Mayor escala que garantice un volumen de pulpa no menor a 30 dm³ de pulpa en los turboaireadores (turbos).
 2. Diseñar los turbos garantizando la semejanza hidrodinámica para obtener directamente la cinética aproximada de la extracción de cada metal.
 3. Continuidad del proceso a escala de miniplanta con un mayor grado de mecanización y automatización para reducir el nivel de error y el tiempo de pruebas tecnológicas. El reto está en la creación de un sistema de reducción capaz de garantizar dicha continuidad. Si se lograra tal miniplanta, disminuirían considerablemente los costos de investigaciones, tanto para un proyecto de inversión como para el perfeccionamiento de la lixiviación al introducir cualquier cambio, incluyendo la investigación de otros componentes útiles presentes en la laterita con contenidos más bajos que el Co.

Estas consideraciones están íntimamente relacionadas; la definición de la medida de cada parámetro depende de la maestría conceptual de la estrategia de

investigación vinculada a los objetivos que se desean alcanzar.

CONCLUSIONES

1. La masa de muestra unitaria y total de una investigación con mena laterítica, en la que el Co es tan importante como el Ni, la define la estrategia de investigación diseñada por un experto para cumplir con los objetivos previstos.
2. La escala de la instalación experimental la define la masa unitaria necesaria de muestra tecnológica para Co para darle la confiabilidad deseada. La polémica está en construirla periódica o continua a tamaño de miniplanta, la que debe ser resuelta por la disminución de los costos de las investigaciones y su uso multipropósito.

BIBLIOGRAFÍA

- COELLO, A.: "Perfeccionamiento de la tecnología de molienda de las menas lateríticas en la fábrica de Punta Gorda". Tesis de Doctorado, 150 pp., Universidad Técnica de San Petersburgo, Rusia, 1993.
- GRIGORIEVA, K. I., G. N. DOBROJOTOV Y A. R. CHANG: "Solubilidad del Níquel y Cobalto (II) en medios carbonato-amoniacaes", *Izv. Vuzov. Tsvetnaya Metallurgia*, 1 :37-41, 1987 (en ruso).
- LURIE, Y. Y.: *Manual de química analítica*, Ed. Química, Moscú, 1979.
- REID J. G.: "Some observations of roasting, leaching, and washing characteristics of Greenvale lateritic ore, in *Hydrometallurgy, Research, Development and Plant Practice*", pp. 109-120, AIME, New York, 1982.
- TAYLOR, A.: *Process Selection*, in *Nickel/ Cobalt Laterites Seminar. The How-To's of Project Development*. Melbourne, Australia, May 4 - 5, 1995.
- VALDÉS, C. P. Y C. E. RODRÍGUEZ: "Montaje del Banco de Prueba de la UPI Las Camariocas para los procesos de Reducción y Lixiviación". Trabajo de Diploma, Departamento de Metalurgia, ISMM, Moa, 1997.

SIGNIFICADO DE LAS ABREVIATURAS EMPLEADAS

- LB y SB: mena en laterita de balance y serpentina blanda respectivamente.
- F*G: producto de la multiplicación de las columnas F y G en la hoja de cálculo EXCEL, correspondiente a la tabla editada.
- M1: masa de muestra de mena.
- MNi, MCo : masa de níquel y cobalto en la muestra de mena.
- MNiS3, MCoS3 : masa de Ni y Co extraída del sólido 3
- CNi, CCo : concentraciones de Ni y Co en el licor producto de la lixiviación.
- VL : volumen de licor añadido a la muestra de mena reducida.
- MNiL3, MCoL3 : masa de Ni y Co en el licor producto de la lixiviación, correspondiente al sólido lixiviado 3.
- ENi , ECo : extracciones de Ni y Co, homólogas a N(t) en las tablas. Cuando llevan al final, por ejemplo (ENi Fin), estos valores se representan en las figuras.