

PRECIPITACION DE LOS SULFUROS DE NIQUEL Y COBALTO A PARTIR DE SOLUCIONES CARBONATO AMONIACALES SINTETICAS

PRECIPITATION OF SULPHIDES FROM SYNTHETIC CARBONATE-AMMONIACAL SOLUTIONS

MIGUEL GARRIDO RODRIGUEZ
EULICER FERNANDEZ MARESMA
OMAR LOBAINA ODUARDO
NEICIS CAPOTE FLORES

E-mail: mgarrido@ismm.edu.cu
Instituto Superior Minero Metalúrgico
Instituto Superior Minero Metalúrgico
Centro de Investigaciones de las Lateritas
Centro de Investigaciones de las Lateritas

RESUMEN: Se estudió la eficiencia de la precipitación selectiva del Co a partir de soluciones carbonato amoniacaes sintéticas utilizando como agentes precipitantes el hidrógeno sulfuro de amonio y el hidrógeno sulfuro de sodio. El estudio realizado permitió identificar los factores de mayor influencia en el desarrollo de las reacciones de precipitación de cobalto y de níquel, determinar los modelos estadísticos matemáticos que caracterizan las reacciones de precipitación del cobalto y comparar la eficiencia de precipitación de ambos agentes precipitantes.

Palabras clave: precipitación, sulfuro, níquel, cobalto, modelos estadísticos.

ABSTRACT: Studied is the efficiency of selective precipitation of cobalt from synthetic carbonate ammoniacal solutions using as precipitation agents for ammonium hydrogen sulphide and sodium hydrogen sulphide, being determined the most adequate conditions of precipitation. The analysis done permit to identify the factors that influence the development of the reactions of nickel and cobalt precipitation. Obtaining are the mathematical static models that characterize the reactions of precipitation of cobalt, and compare the precipitation influence of each precipitant agents.

Key words: precipitation, sulphides, nickel, cobalt, statistic models.

INTRODUCCIÓN

En la tecnología de lixiviación carbonato amoniacal de las menas lateríticas, aplicada en las industria cubana del níquel, la precipitación de cobalto en forma de sulfuros constituye una de las etapas del proceso tecnológico, la cual se caracteriza por una baja eficiencia de la precipitación de cobalto y una alta relación níquel /cobalto en el sulfuro mixto.

Hasta el momento, las investigaciones sobre la precipitación del cobalto a partir de soluciones carbonato amoniacaes, se han realizado con soluciones industriales (Capote, 1996; Suárez 1998 y Garrido, 2000), en las cuales están presentes otros cationes metálicos, tales como: cobre, hierro, magnesio, cinc, etc., lo que no permite el análisis del comportamiento del níquel y el cobalto por separado durante la precipitación.

El objetivo de este trabajo es determinar las condiciones experimentales que permitan incrementar la eficien-

cia de la precipitación selectiva del Co a partir de soluciones carbonato amoniacaes sintéticas empleando como agentes precipitantes el hidrógeno sulfuro de amonio y el hidrógeno sulfuro de sodio.

METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN

La investigación se desarrolló a escala de laboratorio utilizando soluciones sintéticas de cobalto, de níquel y de ambos metales, obtenidas a partir del carbonato básico de cobalto y del carbonato básico de níquel. La composición química de los carbonatos se muestra en la tabla 1.

La experimentación se realizó basada en la planificación matemática de experimentos utilizando el método factorial completo (Mitrofanov y otros, 1974), y las variables de entrada fueron: agitación (X_1), relación másica agente precipitante/metal (X_2) y temperatura (X_3). Estas variables se seleccionaron a partir de los parámetros controlados de forma industrial y del análisis de investigaciones realizadas con anterioridad (Garrido, 2000). Los

TABLA 1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS CARBONATOS										
Muestras	Elementos (%)									
	Ni	Fe	Co	Cu	Ca	Na	H ₂ O	Zn	Mn	Mg
Carbonato de cobalto	0,112	0,080	49,5	0,005	0,027	0,221	2,8	0,017	0,006	0,02
Carbonato de níquel	46	0,005	---	0,005	---	---	---	0,005	0,005	0,005

niveles de experimentación seleccionados se muestran en la tabla 2. Como variables de salida se tomaron los porcentajes de precipitación de níquel y de cobalto, respectivamente. Además se analizó el comportamiento del pH de la solución carbonato amoniacal en cada uno de los experimentos llevados a cabo.

A partir de la planificación matemática se ensayó el comportamiento de la precipitación de ambos metales, de forma individual y conjunta, frente a cada agente precipitante.

TABLA 2. NIVELES DE LAS VARIABLES DE ENTRADA EN EL DISEÑO EXPERIMENTAL		
Variabes	Nivel máximo	Nivel mínimo
Agitación	1000 rpm	900 rpm
Relación másica	1,9	1,3
Temperatura	325 K	315 K

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Precipitación con hidrógeno sulfuro de amonio

Cobalto

En los resultados de la precipitación del cobalto (Fig. 1) se aprecian valores que oscilan entre 66,67 y 99,91 %. Los valores de precipitación superiores a 98 % se obtienen para los experimentos en los cuales se mantuvo la relación másica agente precipitante/cobalto en el nivel máximo y la temperatura en el nivel mínimo.

Según estos resultados, la eficiencia de precipitación depende sólo de la relación másica (agente precipitante/cobalto) y de la temperatura, al no observarse cambios significativos en los valores de precipitación cuando se varió la agitación. Se pudo comprobar que el pH de la solución carbonato amoniacal, mantiene un valor prácticamente constante durante el proceso de precipitación. El mejor resultado se obtuvo en el experimento 2, en el que se alcanzó 99,91 % de precipitación del cobalto para las condiciones siguientes:

Nivel máximo de agitación: 1 000 r.p.m.

Nivel máximo de relación másica (agente precipitante / cobalto): 1,9.

Nivel mínimo de temperatura: 315 K.

El análisis de regresión de los resultados experimentales permitió determinar el modelo estadístico matemático que relaciona la variable de salida (porcentaje de precipitación de cobalto) con las variables de entrada (agitación, relación másica agente precipitante/cobalto y temperatura). El modelo estadístico matemático obtenido es el siguiente:

$$\%Co = 87,33 + 0,5175X_1 + 11,88X_2 - 4,457X_3 - 0,3925X_1X_2 - 0,5175 X_1X_3 + 4,1775X_2X_3 + 0,2375 X_1X_2 X_3$$

Se puede apreciar que las variables más significativas son la relación másica agente precipitante/cobalto y la temperatura, mientras que la interacción de mayor significación es la relación másica agente precipitante/cobalto/temperatura. Estos resultados experimentales corroboran los obtenidos en investigaciones anteriores desarrolladas en el Instituto Superior Minero Metalúrgico y en el Centro de Investigación de las Lateritas (Garrido y Slix, 2000; Garrido y otros, 2000) usando soluciones carbonato amoniacales industriales y realizando la precipitación en condiciones similares a las fabriles.

Níquel

Los resultados de la precipitación del níquel (Fig. 2) muestran valores entre 8,40 y 14,73 %. Teniendo en cuenta que el objetivo de esta etapa es la precipitación selectiva del cobalto, se busca la precipitación mínima del níquel,

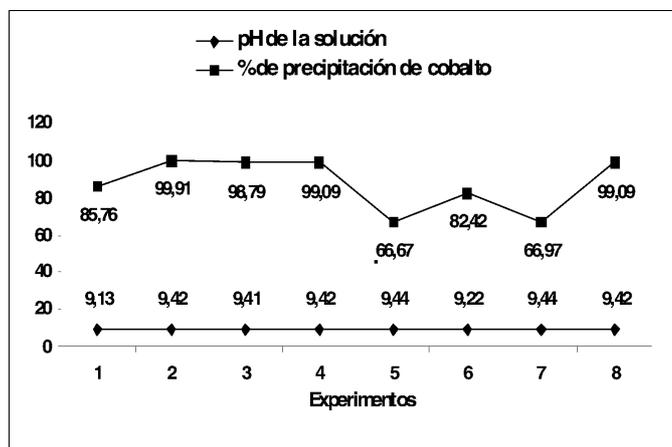


Fig. 1. Precipitación de cobalto. Agente precipitante: el hidrogeno sulfuro de amonio.

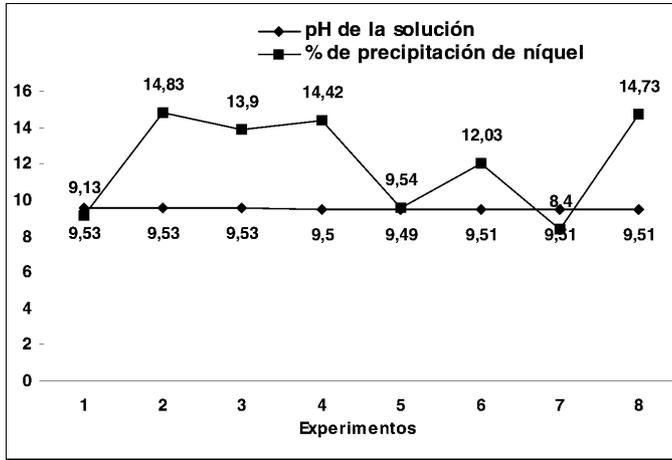


Fig. 2. Precipitación de níquel. Agente precipitante: el hidrogeno sulfuro de amonio.

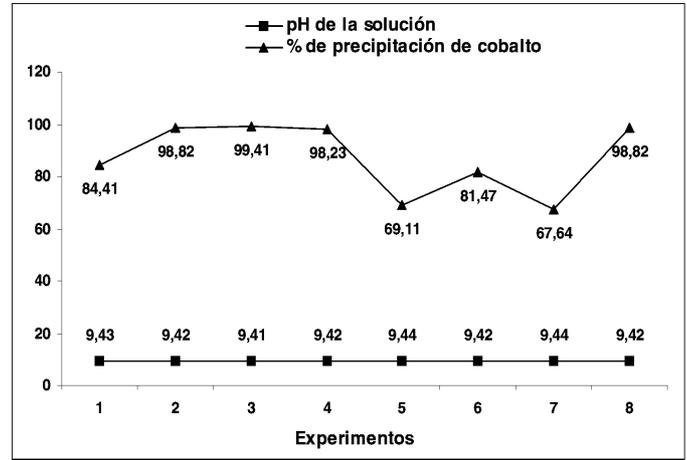


Fig. 3. Precipitación de cobalto. Agente precipitante: el hidrogeno sulfuro de sodio.

la cual se logra en el experimento 7 para las condiciones experimentales siguientes:

Nivel máximo de agitación: 1 000 r.p.m.

Nivel mínimo de relación másica (agente precipitante / cobalto): 1,5.

Nivel máximo de temperatura: 325 K.

En este caso, el pH de la solución carbonato amoniacal también mantiene un valor prácticamente constante durante el proceso de precipitación.

Cobalto y níquel

Los resultados obtenidos al precipitar la solución contentiva de ambos metales (tabla 3), muestran que es posible incrementar la precipitación selectiva del cobalto mediante la adecuación de los parámetros tec-

nológicos del proceso. En el experimento 2 se obtiene el mejor resultado con 89,47 % de precipitación de cobalto y 15,89 % de precipitación de níquel con relación másica níquel/cobalto en el licor carbonato amoniacal de 202,50, superior a la obtenida en la práctica industrial. Las condiciones experimentales que dieron lugar a estos valores de precipitación son las siguientes:

Nivel máximo de agitación: 1 000 r.p.m.

Nivel máximo de relación másica (agente precipitante / cobalto): 1,9.

Nivel mínimo de temperatura: 315 K.

Se pudo comprobar, además, que el pH de la solución amoniacal, independientemente de las condiciones

Exp	pH		Concentraciones (g/L)				Relación	% de precipitación	
	Inicial	Final	Iniciales		Finales			Ni	Co
Nº	Inicial	Final	c(Ni)	c(Co)	c(Ni)	c(Co)	Ni/Co	Ni	Co
1	9,53	9,53	9,64	0,38	8,42	0,042	200,46	12,66	88,95
2	9,53	9,51	9,64	0,38	8,10	0,040	202,50	15,98	89,47
3	9,53	9,53	9,64	0,38	8,13	0,130	62,25	15,66	65,79
4	9,53	9,51	9,64	0,38	8,20	0,053	154,72	14,94	87,89
5	9,53	9,53	9,64	0,38	8,78	0,149	58,93	8,92	60,79
6	9,53	9,50	9,64	0,38	8,50	0,139	61,15	11,83	63,42
7	9,53	9,51	9,64	0,38	8,76	0,141	62,12	9,13	62,89
8	9,53	9,49	9,64	0,38	8,11	0,046	176,30	15,87	86,05

experimentales, no sufre variaciones significativas, actuando la solución carbonato amoniacal como una solución buffer.

Precipitación con hidrógeno sulfuro de sodio

Cobalto

Los resultados obtenidos con el uso de este agente precipitante se indican en la figura 3. Los porcentajes de precipitación del cobalto tienen un comportamiento similar a los logrados cuando se usa el hidrógeno sulfuro de amonio como agente precipitante, pues se alcanzan precipitaciones entre 67,64 y 99,41 %. La mayor precipitación de cobalto se obtuvo para la máxima relación másica agente precipitante/cobalto y la temperatura mínima.

El mejor resultado experimental (99,41 %) de precipitación del cobalto se obtuvo para las condiciones:

Nivel máximo de agitación: 1 000 r.p.m.

Nivel máximo de relación másica (agente precipitante / cobalto): 1,9.

Nivel máximo de temperatura: 325 K.

Es significativo que el pH de la solución carbonato amoniacal no sufre variaciones en el proceso de precipitación.

El análisis de regresión de los resultados experimentales permitió determinar el modelo estadístico matemático que relaciona el porcentaje de precipitación de cobalto con la agitación, la relación másica agente precipitante/metal y la temperatura. El modelo estadístico matemático obtenido es el siguiente:

$$\%Co = 87,23 + 0,34 X_1 + 11,58 X_2 - 3,637 X_3 - 0,32X_1X_2 - 0,407 X_1X_3 + 3,591X_2X_3 + 0,666 X_1X_2 X_3$$

En este caso las variables de entrada más significativas son la relación másica agente precipitante/cobalto, la temperatura y la agitación, de modo tal, que el incremento de la precipitación del cobalto ocurre con el aumento de la relación másica agente precipitante/cobalto y con la disminución de la temperatura. La interacción de mayor significación es la relación másica agente precipitante/cobalto y la temperatura.

Níquel

Los porcentajes de precipitación del níquel se muestran en la figura 4. El mejor resultado se logra en el experimento 5, en el cual se alcanza la precipitación mínima (6,74 %) para las condiciones:

Nivel mínimo de agitación: 900 r.p.m.

Nivel mínimo de relación másica (agente precipitante/ níquel): 1,5.

Nivel máximo de temperatura: 325 K.

Cobalto y níquel

Los resultados de la precipitación del níquel y el cobalto en la solución mixta (tabla 4), muestran valores de precipitación del cobalto entre 55 y 90 % y alcanzan la máxima eficiencia de precipitación en el experimento 2 con 89,71 % de precipitación del Co; 15,66 % de precipitación del Ni y relación másica níquel/cobalto de 232,29, la cual es también superior a la obtenida industrialmente. Las condiciones experimentales que originaron estos valores óptimos fueron:

Nivel máximo de agitación: 1 000 r.p.m.

Nivel máximo de relación másica (agente precipitante/ cobalto): 1,9.

Nivel mínimo de temperatura: 315 K.

En esta experiencia el pH tampoco sufre variaciones, lo que permite decir que frente a ambos agentes

TABLA 4. PRECIPITACIÓN DE NÍQUEL Y COBALTO EN LA SOLUCIÓN MIXTA UTILIZANDO HIDRÓGENO SULFURO DE SODIO

Exp	pH		Concentraciones (g/L)				Relación	% de precipitación	
			Iniciales		Finales				
Nº	Inicial	Final	c(Ni)	c(Co)	c(Ni)	c(Co)	Ni/Co	Ni	Co
1	9,53	9,53	9,64	0,34	8,73	0,106	82,36	9,44	68,82
2	9,53	9,51	9,64	0,34	8,13	0,035	232,29	15,66	89,71
3	9,53	9,53	9,64	0,34	8,15	0,042	194,29	15,46	87,65
4	9,53	9,51	9,64	0,34	8,21	0,048	171,04	14,83	85,88
5	9,53	9,53	9,64	0,34	8,75	0,158	55,38	9,23	53,53
6	9,53	9,5	9,64	0,34	8,78	0,141	62,26	8,92	58,53
7	9,53	9,51	9,64	0,34	8,64	0,153	56,47	10,37	55,00
8	9,53	9,49	9,64	0,34	8,40	0,052	161,54	12,86	84,71

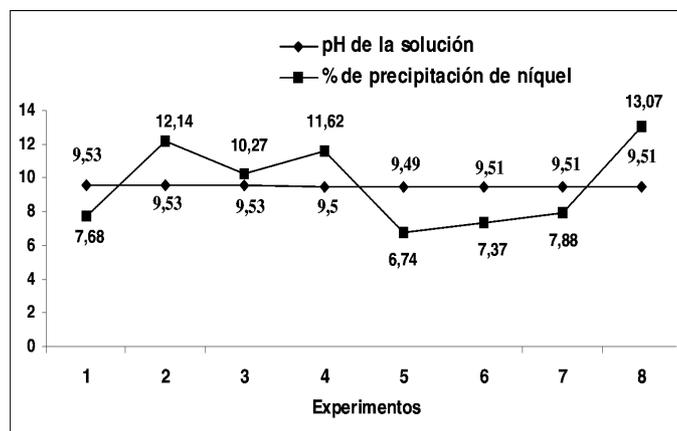


Fig. 4. Precipitación de níquel. Agente precipitante: el hidrógeno sulfuro de sodio.

precipitantes la solución se comporta como una solución buffer.

Al comparar los valores de precipitación de cobalto y de níquel obtenidos tanto en las soluciones monometálicas como en la solución mixta, se puede afirmar que es posible emplear indistintamente cualquiera de los dos agentes precipitantes, pues ambos presentan similar eficiencia de precipitación. Por otra parte, los modelos estadísticos matemáticos corroboran la influencia de las variables de entrada en la precipitación del níquel y el cobalto a partir de las soluciones carbonato amoniacales, y son la relación másica agente precipitante/metal y la temperatura, las variables de mayor significación en la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto.

Estos resultados ponen de manifiesto que el control de los parámetros experimentales permite incrementar la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto, pudiéndose obtener valores superiores a 98 % a partir de soluciones sintéticas de carbonato de cobalto y superiores a 85 % al emplear soluciones sintéticas mixtas de cobalto y níquel. En este último caso es posible lograr

relaciones Ni/Co superiores a 200 en la solución resultante de la precipitación. Vale decir que este valor supera el alcanzado hasta el momento en la práctica industrial.

CONCLUSIONES

1. La relación másica agente precipitante/metal y la temperatura son las variables de mayor significación en la eficiencia de la precipitación selectiva del cobalto.
2. La mayor precipitación de Co en las condiciones experimentales analizadas, se obtiene para la relación másica agente precipitante/metal de 1,9 y temperatura de 315 K.
3. El hidrógeno sulfuro de amonio y el hidrógeno sulfuro de sodio presentan la misma efectividad en la precipitación selectiva del cobalto.
4. La solución carbonato amoniacal es una solución buffer.

BIBLIOGRAFÍA

- CAPOTE, N.: "Caracterización del proceso de precipitación-oxidación de sulfuros mixtos obtenidos a partir de licores carbonatos amoniacales". Tesis de Maestría. Universidad de Oriente, Fac. de Ciencias Naturales y Matemáticas, Departamento de Química, 1996.
- GARRIDO, M.: "Precipitación de sulfuros a partir de soluciones amoniacales". Tesis de Maestría. ISMM, Departamento de Química, 2000.
- GARRIDO, M. Y M. SLIX: "Precipitación de sulfuros a partir de soluciones carbonato amoniacales". Trabajo de Diploma. ISMM, Departamento de Química, 2000.
- GARRIDO, M., O LOBAINA Y E. GONZÁLEZ: "Precipitación de sulfuros (níquel y cobalto) a partir de soluciones sintéticas". Trabajo de Diploma. ISMM, Departamento de Química, 2000.
- MITROFANOV, S. I., L. A. BARSKY Y V. D. SAMYGIN: Análisis de la capacidad de enriquecimiento de los minerales, Ed. Mir, Moscú, 1974.
- SUÁREZ, A.: "Análisis del proceso de precipitación de sulfuros a partir de los licores carbonato amoniacales". Tesis de Maestría. Universidad de Oriente, Fac. de Ciencias Naturales y Matemáticas, Departamento de Química, 1998.