

De estos resultados se puede apreciar lo siguiente:

- La masa volumétrica de los diferentes tipos de rocas oscila en un pequeño rango de 2,46 a 2,74 g/cm³, al igual que la densidad de 2,58 a 2,81 g/cm³.
- La humedad de las rocas es relativamente baja y nunca llega a un 3 %.
- La porosidad abierta y total es pequeña, teniendo la peridotita la mayor porosidad con 5,32 %.
- La relación entre los valores de la resistencia a compresión determinada con muestras regulares y la resistencia a tracción oscila alrededor de 9.
- La relación entre los valores de resistencia obtenidos con muestras irregulares y regulares oscila entre 0,21 y 0,23.

- Los valores de la resistencia de la roca obtenida en general se corresponden con los de la literatura.

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos se puede apreciar que las rocas estudiadas tienen una fortaleza, que como promedio oscila entre 3 y 5, una pequeña porosidad y baja humedad.

Los resultados obtenidos de los ensayos de las diferentes propiedades de las rocas estudiadas son confiables, ya que incluso para las determinaciones hechas con muestras irregulares se obtienen coeficientes de variación que están dentro del rango permisible para este tipo de trabajo.

CDU: 669.053.2.622.795.06

ESTUDIO DE LA OCLUSIÓN DEL OXÍGENO EN LA PARTE METÁLICA DEL SINTER DE NICARO

Lic. Eduardo L. Pérez C. ; C.Dr. Rafael López C. ; Lic. Geonel Rodríguez G. ; Lic. Angel Gutierrez C. ; Lic. Ciro Curvelo R. ; Universidad de La Habana.

RESUMEN

Se llevó a cabo el estudio del fenómeno de la oclusión del oxígeno en el proceso de obtención del sinter de Nicaro. Se analizaron muestras con tamaño de partícula < 45 μm, y muestras templadas partiendo de condiciones de equilibrio termodinámico a temperaturas de 1 273, 1 533, 1 563 y 1 633 K; así como una muestra de sinter sometida a un proceso de flotación donde se aisló la parte metálica de este compuesto. En el presente trabajo se describe el dispositivo diseñado para el templado de las muestras.

Fue analizada una muestra sintética de Ni - NiO en proporción 7:1 semejante a la que se encuentran estos elementos en el sinter. La naturaleza del primer efecto observado en los termogramas de TRP se explicó, y se demostró el alto contenido de oxígeno ocluido, presente en la fase metálica del sinter.

ABSTRACT

The study of the oxygen occlusion phenomena in the obtention of Nicaro's sinter was carried out.

Samples quenched after thermodynamical equilibrium conditions at 1 273, 1 533, 1 563 and 1 633 K with grain size (< 45 μm) were analyzed. The equipment for quenching is described. A specially mixed Ni-NiO sample with 7:1 proportion similar to that existing in the sinter of these elements was also investigated. Other sample submitted to a flotation process which allowed the separation of the metallic part to sinter was also analyzed.

The nature of the first effect observed in the TRP thermograms was explained and the presence of high content of occluded oxygen in the metal phase of sinter was demonstrated.

El Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa oferta Estudios de Postgrado para los egresados universitarios en especialidades de Geología, Minas y Metalurgia.

En el período correspondiente a enero-junio de 1989 se impartirán los siguientes estudios de postgrado:

- Planificación y proyección de los trabajos de prospección geológica
- Explotación subterránea
- Laboreo de excavaciones subterráneas
- Topografía
- Introducción de la Petrología
- Preparación Mecánica de los minerales lateríticos

Cualquier información que necesite dirijase a:

Dpto de Postgrado
ISMN
Las Coloradas
Moa Holguín
Telf. 6-6548

INTRODUCCION

Es conocida la importancia de este producto industrial para nuestro país. No obstante representar una fuente de divisas aparecen muy pocos datos reportados en la literatura científica acerca de las propiedades físico-químicas de este producto, tanto desde el punto de vista termodinámico como cinético y estructural.

El presente trabajo abarca un aspecto importante de este producto, relacionado con la oclusión de oxígeno en la fase metálica durante el proceso final de sinterización que tiene lugar en la fábrica. Este fenómeno ha sido estudiado por varias técnicas y tanto su importancia como su naturaleza hacen del mismo un fenómeno complejo, imposible de abarcar en un solo reporte científico.

Debido a que un parámetro importante en la fabricación de aceros es la concentración de oxígeno en su estructura, y debido a que el sinter es utilizado en la obtención de estos materiales los autores han tratado de investigar la naturaleza de este elemento en dicho producto; partiendo del hecho de que el sinter de Nicaro presenta propiedades magnéticas más acentuadas que otros sinters obtenidos por otras vías.

Una técnica muy selectiva a los diferentes grados de reducibilidad de un compuesto es la termorreducción programada [1], esta es relativamente joven, pero cada vez más se abre paso en la investigación de la química del estado sólido.

La reducción es medida controlando el consumo de hidrógeno, cuando se incrementa la temperatura de la muestra a una velocidad constante.

De esta forma aparecen uno o más picos de reducción a diferentes temperaturas, y así, de una manera sencilla se obtiene el espectro de reducción. En la literatura científica aparecen excelentes reportes acerca de las aplicaciones

y utilidades de esta técnica [7], sin embargo resulta difícil comparar los espectros de TRP obtenidos por diferentes investigadores, debido a que las condiciones experimentales difieren considerablemente en cuanto a la concentración de hidrógeno de la mezcla reductora, la velocidad de flujo de la misma, tamaño de partícula de la muestra, así como en la historia térmica de la misma [4].

Estos factores por separado no afectan el perfil del espectro, pero es posible que las condiciones óptimas varíen bruscamente de una sustancia a otra, atendiendo a las diferencias de reducibilidad de los materiales investigados. Generalmente la información obtenida de un espectro de TRP es mayormente cualitativa. Una aproximación cuantitativa es difícil debido a la complejidad del proceso de reducción del óxido en todo su volumen, donde pueden tener lugar diferentes mecanismos de reducción [5].

Otra gran ventaja de esta técnica radica en el hecho de que, además de su alta sensibilidad no depende de ninguna otra propiedad específica de la sustancia a investigar, sólo exige que la misma sea capaz de reducirse [4].

Basándonos en las posibilidades del TRP resulta claro que, si en la fase metálica del sinter (entiéndase por esta la parte que comprende al níquel conjuntamente con las impurezas metálicas a él asociadas) existe una cantidad de oxígeno ocluido, el efecto correspondiente a la reducción del mismo debe aparecer a temperaturas diferentes a la reducción que tendrá lugar para el NiO, el cual constituye la parte oxidada de este producto. Preferiblemente es razonable suponer que los efectos de conversión de hidrógeno correspondientes al oxígeno ocluido aparezcan a temperaturas inferiores a los del óxido de níquel, al menos por el hecho de que el mismo debe encontrarse menos fuertemente retenido que el oxígeno que participa en el enlace Ni - O.

Suponer que existe oxígeno ocluido en el sinter no es sorprendente, pues partiendo del hecho de que las fases mayoritarias de este producto son el Ni y el NiO, y considerando que las temperaturas de sinterización en el proceso fabril son elevadas es lógico suponer una reacción al estado sólido entre ambos, con la consiguiente migración de los aniones oxígeno hacia el interior de la estructura del níquel. Un estudio detallado del sistema Ni - NiO, y específicamente de la migración del oxígeno con ayuda de marcadores fue realizada por B. M. Shedrin y otros, en este trabajo se ve claramente la variación con el tiempo de la frontera que indica la migración de este elemento hacia el interior de la capa de níquel metálico.

DESARROLLO

Tal y como se mencionó en la introducción del presente trabajo, las técnicas utilizadas fueron la difracción de rayos x y la termorreducción programada.

El trabajo se desarrolló siguiendo la siguiente lógica: primeramente se seleccionaron varias muestras de diferentes partidas de sinter y se pulverizaron hasta obtener un tamaño de partícula muy pequeño ($< 45 \mu\text{m}$). Estas muestras se sometieron a un procedimiento de homogenización de tamaño de grano, por la conocida técnica de cuarteo, para asegurar precisamente esa dimensión del grano.

Con el objetivo de discriminar la naturaleza del oxígeno ocluido se seleccionaron además muestras de NiO polvillo, provenientes de la descomposición del carbonato básico amoniacal del mismo proceso fabril.

Además, es lógico suponer que a elevadas temperaturas pueda ocurrir una desorción de este oxígeno, por lo que también se escogieron muestras templadas a 1 273, 1 523, 1 563 y 1 633 K. Estudios colaterales por otras técnicas demuestran que realmente existe una desorción lenta de este oxígeno,

este tema sin embargo será tratado en un reporte aparte. Es por esa razón que se han escogido estas temperaturas para mostrar gráficamente los diferentes perfiles de TRP para todas las muestras estudiadas.

El esquema del equipo de TRP utilizado se muestra en la figura 1. El templado de las muestras se llevó a cabo en un equipo diseñado al efecto, el cual permitió realizar dicha operación en condiciones de equilibrio termodinámico. En la figura 2 se muestra dicho equipo.

La condición de equilibrio termodinámico se comprueba por estabilidad de la fuerza electromotriz generada, debido al gradiente del potencial químico del oxígeno a ambos lados del electrolito sólido de $0,85 \text{ ZrO}_2 - 0,15 \text{ CaO}$ que se utiliza.

El principio del trabajo de estos electrolitos será descrito en [8].

Una vez que la temperatura deseada se alcanzó el equilibrio termodinámico, se procedió al templado rápido de la muestra. La velocidad de esta operación fue tal que permitió el enfriamiento de la muestra desde temperaturas del orden de 1 633 K hasta la ambiente en el transcurso de 3 seg. De esta forma fue posible obtener una "huella digital" de la muestra en condiciones de equilibrio termodinámico.

Las condiciones experimentales fueron en todos los casos las siguientes:

Composición de la mezcla reductora:
70 % H - 30 % Ar.

Velocidad lineal de calentamiento:
10 K/min (0,16 K/s).

Termopar de medición:
Pt - Rh - Pt - 13 x

Sensibilidad: 10 mV

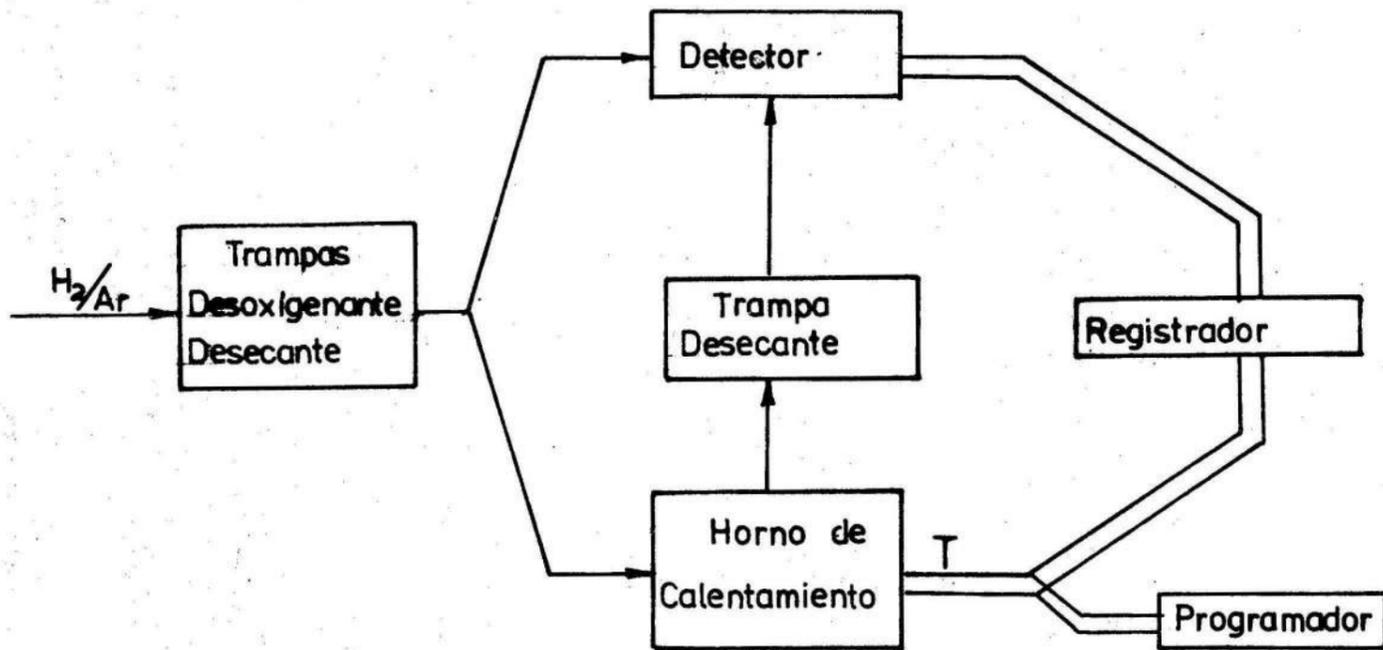


Figura 1 Esquema del equipo de TRP utilizado.

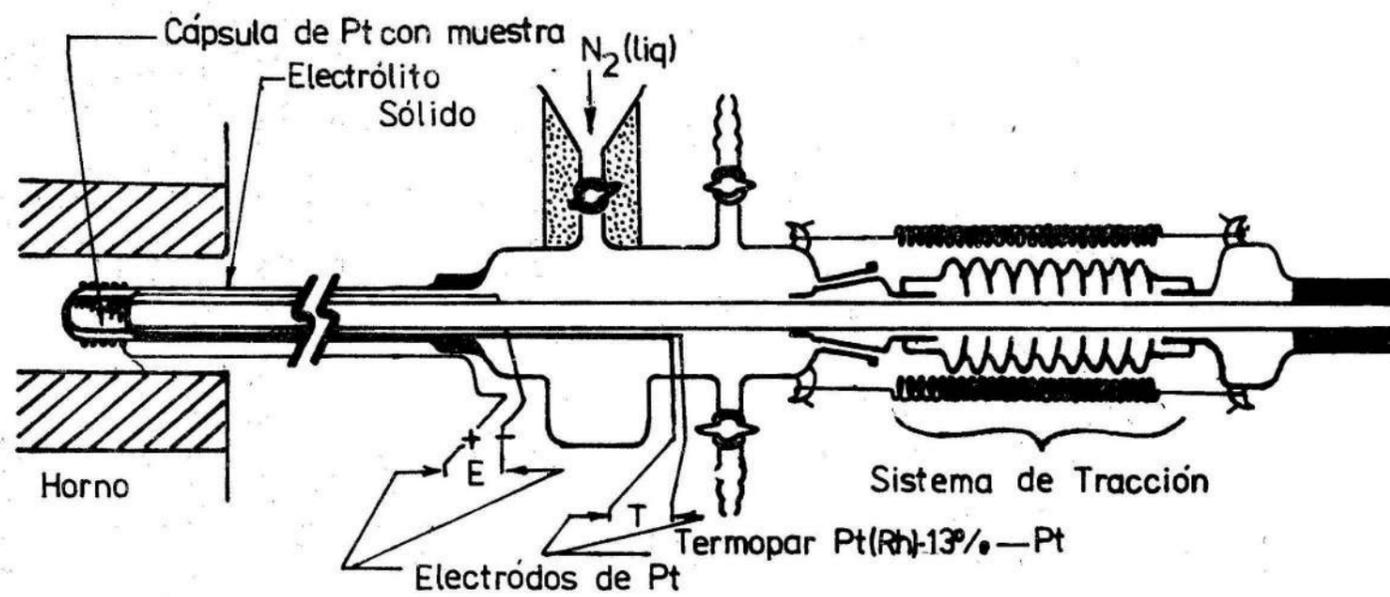


Figura 2 Equipo para templado de muestras con electrolito sólido de $ZrO_2 \cdot 15\% CaO$

Las condiciones experimentales utilizadas para difracción de rayos x fueron idénticas para todas las muestras, con el objetivo de facilitar la interpretación cualitativa del análisis de fases presentes en el sinter.

En la tabla 1 aparecen las condiciones utilizadas para los registros fotográficos y difractométricos.

Tabla 1 Condiciones experimentales utilizadas en las mediciones difractométricas y fotográficas

| | Método difractométrico | Método fotográfico |
|------------------------|------------------------|--------------------|
| Longitud de onda | K Cu 1,541 78 | K Fe 1,937 28 |
| rango | 3 x 10 | - |
| constante de tiempo | 1 s | - |
| velocidad de barrido | 22 min | - |
| voltaje de fuente (kV) | 40 | 40 |
| corriente de lámpara | 33 mA | 33 mA |
| colimador (mm) | juego de colimadores | 0,8 |

Por difracción de rayos x fueron analizadas, al igual que por TRP, las muestras del sinter con tamaño de grano $< 45 \mu\text{m}$, el sinter templado a 1 273, 1 563 y 1 633 K, además se obtuvo el difractograma de una muestra de Ni - NiO en proporción 7:1 (semejante a la proporción en que se encuentran estos elementos en el sinter); la cual fue estudiada con el objetivo de ver la influencia de las impurezas presentes en el sinter en el proceso de sinterización.

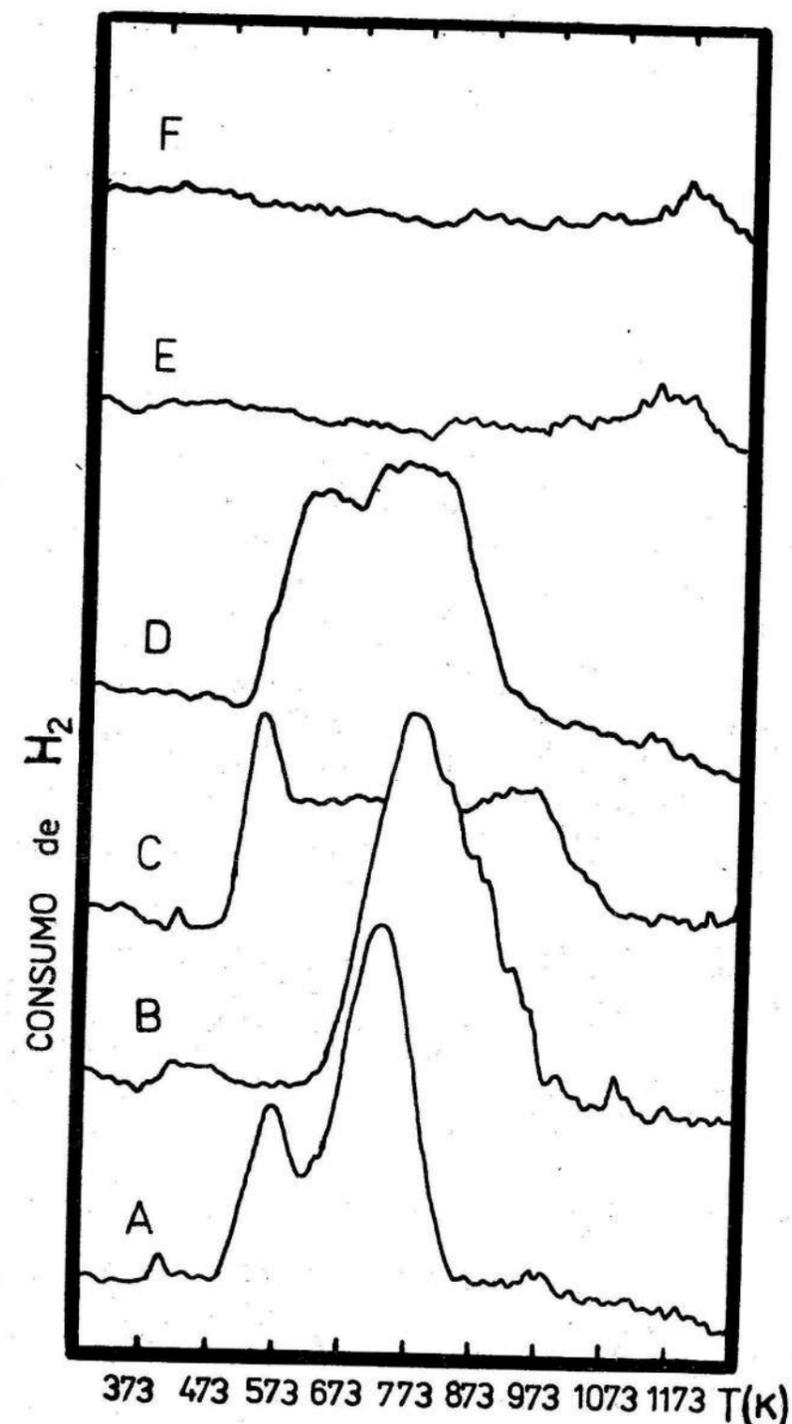
Se estudió además una muestra sometida a un proceso de flotación, el cual permitió separar la parte metálica (Ni con sus impurezas) de la parte oxidada (NiO y sus impurezas). Una descripción detallada de este método podrá encontrarse en una próxima publicación.

RESULTADOS

Los termogramas de TRP (figura 3) de las muestras a las cuales se hace referencia en el desarrollo demuestran la presencia de una fase reducible, adicional a la del NiO presente en el sinter. La muestra utilizada para realizar el análisis cuantitativo fue la del sinter con tamaño de grano $< 45 \mu\text{m}$. Esta fue seleccionada con el objetivo de

garantizar una mayor superficie de contacto entre la mezcla reductora y la sustancia en estudio.

En el trabajo se procedió a hacer una aproximación cuantitativa del cálculo de las fases reducibles presentes en las diferentes muestras teniendo en cuenta las inconveniencias inherentes al método, en cuanto al aspecto cuantitativo se refiere, a lo cual se hizo referencia en la introducción de este trabajo. No obstante lo anteriormente señalado, esta aproximación es suficiente para dilucidar la naturaleza de las fases de interés. Las condiciones de velocidad de flujo, por ciento de hidrógeno en argón de la mezcla reductora, forma del portamuestras así como su control y secado fueron escogidas basándonos en los trabajos más serios publicados al respecto a nuestra disposición [1 - 3].



Figuras 3 Termogramas de TRP de las muestras: A. Sinter con tamaño de grano $< 45 \mu\text{m}$; B. NiO procedente de la calcinación del carbonato básico de níquel; C. Sinter sometido un proceso de flotación; D. Sinter templado a 1 273 K; E. Sinter templado a 1 563 K; F. Sinter templado a 1 633 K.

Reproduciendo experimentos reportados para compuestos ampliamente estudiados, por ejemplo V_2O_5 , se logró una magnífica concordancia con los resultados obtenidos por otros investigadores. Teniendo en cuenta todo esto, se realizaron los cálculos cuyos resultados se presentan en la tabla 2.

reportados en la literatura para la reducción del NiO. Observando además el por ciento obtenido de la fase oxidada bajo esta consideración, se ve que no hay concordancia con los datos reportados por la fábrica "Cmde René Ramos Latour" para el por ciento de NiO que debe estar entre 10 - 15 %.

Tabla 2 Aproximación cuantitativa del cálculo de abundancia de fases oxidadas por TRP

| Fase | Consumo de H % | % de sustancia que se reduce (si se asume como: |
|-------------|----------------|---|
| desconocida | 21,9 | 3,2 (NiO) 0,68 (O disuelto) |
| NiO | 78,0 | 10,7 |

En la identificación de las fases oxidadas se valoraron varias posibilidades. El cálculo del por ciento de abundancia de la fase correspondiente al primer efecto del termograma de TRP dió como resultado un valor de 3,2 % considerando que la misma era NiO.

Por lo anteriormente expuesto se deduce que esta fase "oxidada" no puede corresponder a este producto. Considerando que este primer efecto corresponde a oxígeno disuelto en el sinter se obtiene un valor de 0,68 % de este elemento, tal y como se puede ver en la tabla 2.

En la tabla 3 se muestran las temperaturas de reducción para las muestras analizadas. Como puede observarse, la temperatura a la cual ocurre la reducción (temperatura del inicio del efecto) es de 503 K, lo que no se corresponde con los datos

El segundo efecto del mismo termograma tiene lugar a la temperatura correspondiente a la reportada por la literatura para la reducción del NiO [6]. El por ciento de abundancia calculado fue de 10,67, valor este que se

Tabla 3 Temperaturas de aparición en los efectos para las muestras estudiadas por TRP

| Muestra | T (i) | T (pico) | T (f) | T (i) | T (pico) | T (f) |
|---------------------|-------|----------|-------|-------|----------|-------|
| sinter < 45 μ m | 503 | 569 | 629 | 629 | 719 | 850 |
| sinter 1 273 K | 563 | 693 | 753 | 753 | 803 | 953 |
| sinter flotado | 475 | 541 | 567 | - | - | - |
| sinter 1 563 K | - | - | - | 903 | 958 | 1 008 |
| sinter 1 633 K | - | - | - | 993 | 1 003 | 1 128 |
| NiO polvillo | - | - | - | 603 | 806 | 1 013 |

Donde:

T (i) - temperatura de inicio del efecto
T (pico) - temperatura máxima de conversión
T (f) - temperatura final del efecto

encuentra en el entorno reportado por la planta para el NiO en el sinter.

El análisis del termograma del NiO proveniente de la descomposición del carbonato básico amoniacal arroja un valor de 74,9 % del mismo, lo que no coincide con los datos de la planta que son de 94 - 98 %. Esta diferencia se explica por la cantidad de muestras utilizadas en el registro (0,0546 g) que no es la adecuada para el cálculo cuantitativo por esta técnica. El objetivo fundamental de este experimento fue comprobar que la fase desconocida (primer efecto) observada para la muestra de sinter con tamaño de partícula < 45 μ m, no estaba presente en el NiO proveniente del proceso fabril. Con dicho registro queda demostrado que la fase desconocida debe formarse durante el proceso de sinterización del NiO. En el análisis del termograma de la muestra templada a 1 273 se observan dos picos cuyas temperaturas de inicio, máximo y final se muestran en la tabla 3.

De la figura 3 se deduce que el primero de los dos picos se solapa con el segundo y sus intensidades prácticamente coinciden. Esto puede estar relacionado con que, en esta muestra ocurre un proceso de disolución parcial de las dos fases del sinter entre sí con la formación de la anteriormente llamada fase desconocida, lo que provoca un incremento de su intensidad relativa respecto a la del NiO, y una disminución del efecto correspondiente a esta última.

El análisis de la muestra de sinter templado a 1 273 K puede hacer pensar, que el templado de las muestras a temperaturas superiores a este valor podría conllevar al aumento del primer efecto y a la disminución del segundo. En realidad esto no ocurre así.

Analizando los termogramas de las muestras templadas a 1 563 y 1 633 K se ve tan solo una pequeña reducción a temperaturas muy superiores a los efectos observados en las muestras ya analizadas.

Esto puede explicarse como el resultado de la disolución casi total de las fases mayoritarias del sinter entre sí, con la disolución simultánea del oxígeno disuelto a esta temperatura.

Con el objetivo de demostrar la presencia de oxígeno disuelto en la fase metálica se analizó la muestra de sinter sometida al proceso de flotación.

En la figura 3 se observa que el primer efecto encontrado en las muestras de sinter con tamaño de grano < 45 μ m y la muestra templada a 1 273 K se mantiene, lo que revela el hecho de que este efecto está asociado con la parte metálica de este compuesto. Como puede notarse los efectos aparecen desplazados, lo cual se explica por el hecho de que el tamaño de grano de las muestras flotadas fue mucho mayor de 45 μ m, lo cual es un factor que influye notablemente en la posición e intensidad de los efectos en los registros de TRP, tal y como se comentó en la introducción. En este caso nuestro objetivo sólo fue demostrar que el oxígeno se encuentra disuelto precisamente en el Ni con sus impurezas.

Una información valiosa y decisiva en este caso la brinda la difracción de rayos x.

Los resultados obtenidos por esta técnica se muestran en las tablas 4 y 9.

De la comparación con los patrones de Ni y NiO (tablas 4 y 9) se observa un comportamiento similar en todas las muestras, pudiendo asegurarse que la aparente variación de la distancia interplanos es insignificante por lo que sólo existe variación en la abundancia relativa de la fase NiO respecto a la del Ni, la cual varía según las condiciones experimentales.

En la figura 4 se muestran los difractogramas de todas las muestras estudiadas.

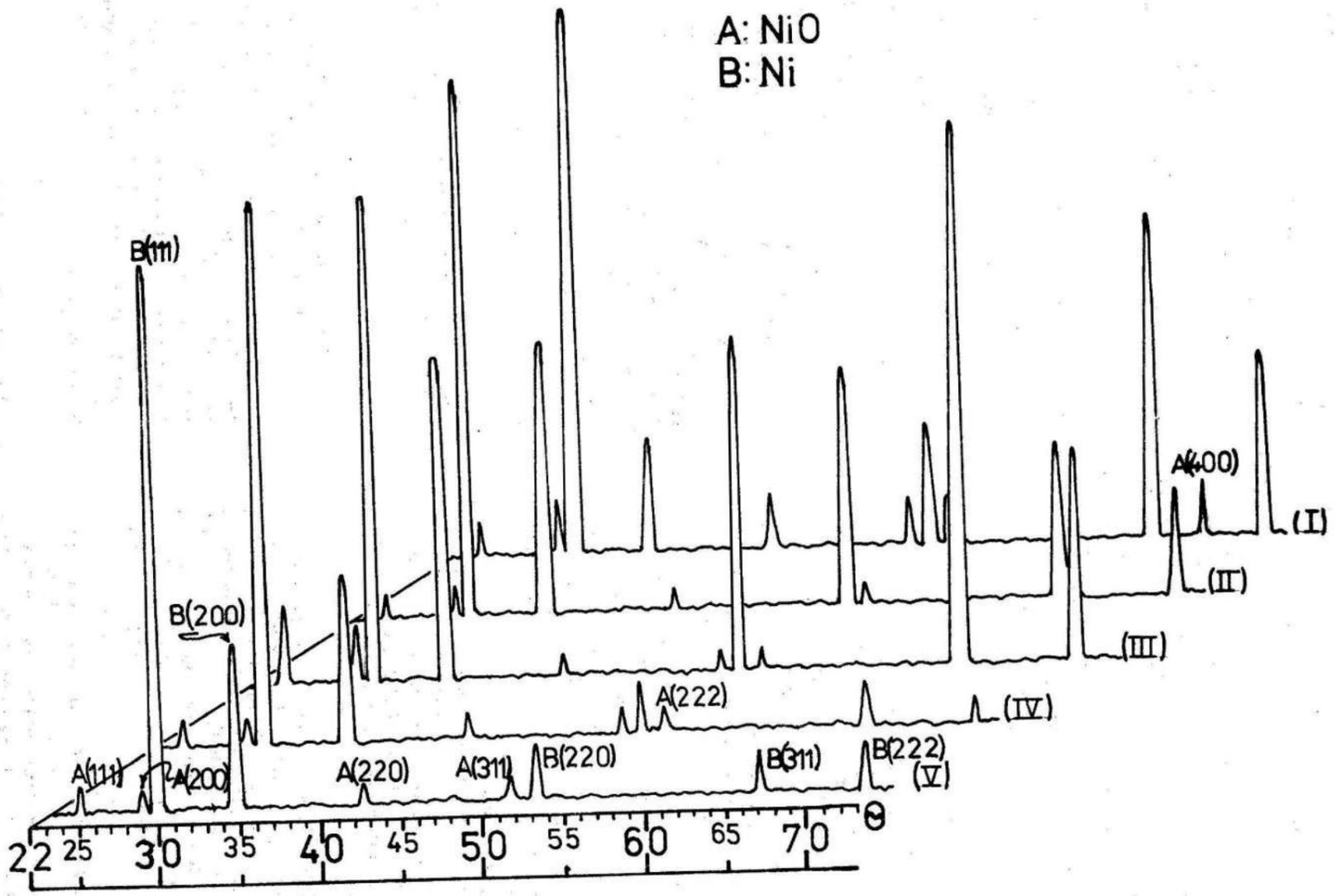


Figura 4 Difractogramas de las muestras:
 I. Ni-NiO 1 523 K ; II. Sinter flotado; III. Sinter 1 273 K ; IV. Sinter 1 563 K ;
 V. Sinter 1 633 K .

Tabla 4 Patrón de difracción ASTM del Ni y NiO

| | d | Int. relat. | hkl |
|-----|-------|-------------|-----|
| Ni | 2,034 | 100 | 111 |
| | 1,762 | 42 | 200 |
| | 1,246 | 21 | 220 |
| | 1,062 | 20 | 311 |
| | 1,017 | 7 | 222 |
| NiO | 2,410 | 91 | 111 |
| | 2,088 | 100 | 200 |
| | 1,047 | 57 | 220 |
| | 1,259 | 16 | 311 |
| | 1,206 | 13 | 222 |
| | 1,044 | 8 | 400 |

Tabla 5 Patrón de difracción del sistema Ni/NiO (puro templado a 1 523 K

| | Angulo | d | d | Int. relat. |
|-----|--------|-------|---------|-------------|
| NiO | 24,16 | 2,366 | 0,005 | 6 |
| | 28,04 | 2,05 | 0,003 | 10 |
| | 41,36 | 1,466 | 0,001 | 10 |
| | 50,54 | 1,254 | 0,000 9 | 9 |
| | 53,67 | 1,202 | 0,000 8 | 9 |
| | 68,19 | 1,043 | 0,000 3 | 10 |
| Ni | 28,87 | 2,01 | 0,003 | 100 |
| | 33,78 | 1,742 | 0,002 | 20 |
| | 51,27 | 1,242 | 0,000 8 | 20 |
| | 65,96 | 1,061 | 0,000 4 | 60 |
| | 72,35 | 1,016 | 0,000 3 | 35 |

Tabla 6 Patrón de difracción del sinter templado a 1 273 K

| | Angulo | d | d | Int. relat. |
|------------------|--------|-------|---------|-------------|
| Fase NiO | 24,10 | 2,372 | 0,005 | 15 |
| | 28,07 | 2,058 | 0,003 | 10 |
| | 41,18 | 1,471 | 0,001 | 5 |
| | 50,39 | 1,257 | 0,000 9 | < 5 |
| | 53,49 | 1,205 | 0,000 8 | < 5 |
| | - | - | - | - |
| Fase metálica Ni | 28,98 | 1,998 | 0,003 | 90 |
| | 33,76 | 1,743 | 0,002 | 60 |
| | 51,27 | 1,242 | 0,000 8 | 60 |
| | 65,80 | 1,062 | 0,000 5 | 100 |
| | 72,22 | 1,017 | 0,000 3 | 40 |

Tabla 7 Patrón de difracción del sinter templado a 1 563 K

| | Angulo | d | d | Int. relat. |
|------------------|--------|-------|---------|-------------|
| Fase NiO | 24,04 | 2,377 | 0,005 | < 5 |
| | 28,01 | 2,062 | 2,062 | < 5 |
| | 41,18 | 1,471 | 0,001 | < 5 |
| | 50,24 | 1,260 | 0,009 | < < 5 |
| | 53,53 | 1,204 | 0,008 | < < 5 |
| | - | - | - | - |
| Fase metálica Ni | 28,82 | 2,010 | 0,003 | 100 |
| | 33,64 | 1,748 | 0,002 | 30 |
| | 51,27 | 1,241 | 0,000 8 | 10 |
| | 66,26 | 1,058 | 0,000 4 | 10 |
| | 72,36 | 1,016 | 0,000 3 | < 5 |

Tabla 8 Patrón de difracción del sinter templado a 1 633 K

| | Angulo | d | d | Int. rela. |
|------------------|--------|-------|--------|------------|
| Fase NiO | 23,68 | 2,412 | 0,005 | < 5 |
| | 27,63 | 2,088 | 0,003 | < 5 |
| | 40,69 | 1,485 | 0,0015 | < 5 |
| | 49,76 | 1,269 | 0,0009 | < 5 |
| | - | - | - | - |
| | - | - | - | - |
| Fase metálica Ni | 28,41 | 2,036 | 0,003 | 100 |
| | 33,29 | 1,764 | 0,002 | 30 |
| | 50,66 | 1,252 | 0,0008 | 10 |
| | 65,11 | 1,068 | 0,0004 | 8 |
| | 71,61 | 1,021 | 0,0003 | 9 |

Tabla 9 Patrón de difracción del sinter flotado

| | Angulo | d | d | Int. rela. |
|------------------|--------|-------|--------|------------|
| Fase NiO | 23,86 | 2,394 | 0,005 | < 5 |
| | 27,80 | 2,076 | 0,003 | < 5 |
| | 41,14 | 1,472 | 0,001 | < 5 |
| | - | - | - | - |
| | 53,57 | 1,204 | 0,0008 | < < 5 |
| | - | - | - | - |
| Fase metálica Ni | 28,71 | 2,01 | 0,003 | 100 |
| | 33,46 | 1,757 | 0,002 | 50 |
| | 51,19 | 1,243 | 0,0008 | 45 |
| | 65,59 | 1,064 | 0,0005 | 30 |
| | 72,20 | 1,017 | 0,0003 | 20 |

Para la muestra templada a 1 633 K prácticamente la fase de NiO desaparece. Un comportamiento similar ocurre con la muestra templada a 1 563 K, donde también desaparece la fase de NiO. Por el contrario la muestra templada a 1 273 K presenta un cuadro diferente, aquí aparecen más nítidas las líneas fundamentales correspondientes al NiO.

Tal y como era de esperar en la muestra del sinter flotado desaparecen prácticamente las líneas correspondientes a la fase de NiO, lo que demuestra la eficacia del proceso de separación de la parte metálica de la del NiO por el proceso de flotación.

La muestra de la mezcla de Ni - NiO templado a 1 523 K, que se preparó con Ni carbonílico P.A. y NiO proveniente de la calcinación del carbonato básico de níquel purificado (libre de sulfatos) revela la presencia de ambas fases tanto del Ni como la del NiO.

La desaparición casi completa del patrón de difracción del NiO para las muestras templadas a 1 533 y 1 633 K no es explicable por una reducción de esta fase debido a la presencia de un agente reductor en el equipo de templado (figura 2), que de hecho no existe y que de existir, en consecuencia debía aumentar la intensidad relativa de las líneas correspondientes al patrón de difracción del Ni en el sinter, sin embargo estas últimas más bien disminuyen un poco por lo que se descarta dicha posibilidad.

Teniendo en cuenta los resultados de TRP se infiere que este fenómeno es sólo explicable por un proceso de disolución mutua entre el Ni y el NiO, con la posterior disorción del oxígeno.

En los resultados fotográficos se obtuvieron otras líneas muy poco intensas que no correspondían a ninguna de las fases presentes en el sinter, y se comprobó que eran procedentes de los patrones de difracción del Ni y NiO con la radiación $K\beta$ del Fe.

CONCLUSIONES

1. Se demuestra que existe un contenido relativamente alto de oxígeno disuelto en la fase metálica del sinter, la cual esta compuesta por el Ni y sus impurezas.
2. Los difractogramas de las muestras estudiadas a 1 273, 1 523 y 1 633 K dan una idea exacta de como desaparece la fase de NiO durante la reacción, al estado sólido entre esta fase y la del Ni metálico, dando lugar a la disolución del oxígeno en esta última.
3. Se observó la desaparición del primer efecto (oxígeno disuelto) a partir de 1 563 K tal y como lo muestran los termogramas de TRP, lo cual fortalece el criterio de la disorción del oxígeno a partir de esta temperatura.

REFERENCIAS

1. BOSCH, H. y OTROS: "Factors influencing the temperature-programmed reduction profiles of vanadium pentoxide". Journal Chemical Society. Faraday Trans. Vol. 80, No. 1, p. 2479-2488, 1984.
2. CHIEN, S. ; HASIAN-WEN HUANG and KUANG-LIEHLU: "Temperature programmed reduction profiles for supported iron, nickel and bimetallic catalysts". Bulleting Int. Chemical Academia Sinica. Vol. 32, p. 9-17, 1985.
3. DAMIANI, D. ; E. D. PEREZ M. and A. J. ROUCO: "SiO supported Ru-Cu catalysts: A TRP study". Journal of catalysts. Vol. 101, p. 162-168, 1986.

4. GENTRY, S. ; N. W. HURST and A. JONES: "Study of the promoting of transition metals on the reduction of cupric oxide by temperature programmed reduction". Journal of the Chemical Society. Faraday Transactions. Vol. 77, No. 1, p. 603-619, 1981.
5. GENTRY, S. ; N. W. HURST and A. JONES: "Temperature programmed reduction of cooper ions in zeolites". Journal of the Chemical Society. Faraday Transactions, Vol. 75, No. 1, p. 1688-1699, 1979.
6. HURST, N.; S. J. GENTRY and A. JONES: "Temperature program - red". Cat. Rev. Sci. Eng. Vol. 24, No. 2, p. 233-309, 1982.
7. KYNKOWSKI, J. : "Temperature-programmed reduction (TRP) of Co-Ni/Al₂O₃ catalysts". React. Kinet. Catal. Lett., Vol. 30, No. 1, p. 33-39, 1986.
8. LLOPIZ, J. C. y OTROS: "Contribución a la normación del consumo de antracita en la producción del sinter de Nicaro por medio de celdas con electrolitos sólidos del tipo 0,85 ZrO₂ - 0,15 CaO. Minería Y Geología. No. 2, p. 105-112, 1985.
9. ROBERTSON, S. D. y OTROS: "Determination of reducibility and identification of alloying in cooper-nickel on silica catalysts by temperature programmed reduction". Journal of catalysts. p. 242-431, 1975.
10. SHEDRIN, B. M. y OTROS: Disociación térmica de los óxidos de níquel. Moscú, Academia de Ciencias de la URSS, 1973.
11. WINNERS, O. J. ; P. ARNOLD and J. A. NOULIJN: "Determination of the reduction mechanism by the temperature-programmed reduction: Application to small Fe₂O₃ particles". Journal of Physical Chemistry. Vol. 90, p. 1331-1337, 1986.