

CDU: 549.091.5 (729.1)

ESTUDIO FASICO DE UNA MUESTRA DE MINERALES DE HIERRO DE LA MINA "LA CALDERA" A DIFERENTES TEMPERATURAS EN MEDIO REDUCTOR

C.Dr. Rafael Quintana P. Universidad Central de Las Villas. Lic. Manuel Acosta A. Universidad Central de Las Villas

RESUMEN

Se realiza un estudio roentgenofásico comparativo de las fases mineralógicas de una muestra de hierro perteneciente a la mina "La Caldera" (provincia de Cienfuegos), tratada a diferentes temperaturas en una atmósfera de hidrógeno seco. Las fases mineralógicas presentes en los tratamientos térmicos brindan la posibilidad de valorar esta roca como materia prima para la producción de catalizadores, que se puedan emplear en la síntesis de amoníaco.

ABSTRACT

This work describes a comparative roentgenographic study of the mineralogical phases of an iron sample from "La Caldera" mine (Cienfuegos Province, Cuba) treated at different temperature gradients, in a dry-hydrogen atmosphere. The mineralogical phases present in thermal treatments make possible considering this rock as a raw material for the production of catalysts that can be used in the synthesis of ammonia.

INTRODUCCION

La existencia en nuestro país de yacimientos en los que se encuentran incluidos metales de importancia económica [6] como el Fe, Ni y otros, generan esta investigación cuyo objetivo es el análisis

fásico cualitativo de una muestra de la mina "La Caldera", tanto en su estado original, como después de haber sido sometida a tratamientos térmicos a diferentes temperaturas en atmósfera dinámica continua de hidrógeno seco.

Parte Experimental

El mineral fue triturado hasta obtener un polvo de 400 (MESH) del cual se tomaron siete muestras de masas aproximadamente iguales tratadas térmicamente (Tabla I) determinándose la variación relativa

de masa. La muestra No.1 no fue sometida a este tratamiento; las muestras 2, 3, 4, 5, 6 y 7 fueron colocadas en barquillas de porcelana en el interior de un tubo de cuarzo insertado en un horno tubular (Best Nr 1552/3, Strohlein & Co. R.D.A).

TABLA I. VARIACION RELATIVA DE LA MASA DURANTE EL TRATAMIENTO TERMICO

Muestra No.	Temperatura K(°C)	Masa Inicial	Variación relativa de masa %
2	473 (200)	0,062	0,64
3	573 (300)	0,033	2,10
4	673 (400)	0,054	2,47
5	773 (500)	0,045	2,43
6	873 (600)	0,044	2,66
7	973 (700)	0,046	2,26

Se estableció en todos los casos un flujo constante de hidrógeno seco con una presión parcial de 50 mm de agua, por encima de la presión atmosférica.

Cada muestra fue sometida en las condiciones anteriores a tratamiento térmico durante 2,5 h, a las temperaturas de 473 K, 573 K, 873 K y 973 K respectivamente. Las temperaturas fueron medidas con un termopar de Rodio-Platino-Rodio y su estabilidad en las condiciones del horno utilizado fueron + 5 K. Con todas las muestras se prepararon capilares de colodión de 0,8 mm de diámetro y se les expuso durante una hora con la radia-

ción de Cr K α en la cámara de Debye-Scherrer de 57,3 mm, utilizando un colimador de 0,8 mm. El régimen de trabajo del equipo TURM-61 (RDA) fue 40 KV y 10 mA. Se utilizó el método asimétrico de Straumanis y se aplicaron las correcciones por absorción y diámetro efectivo de la cámara [1, 2, 4].

Se determinaron las distancias interplanares correspondientes a las líneas de difracción en cada uno de los Debayogramas. Los resultados se presentan en el gráfico de la Fig. 1. En la que no aparecen las líneas correspondientes a la muestra No.6 que son similares a las de la No.7.

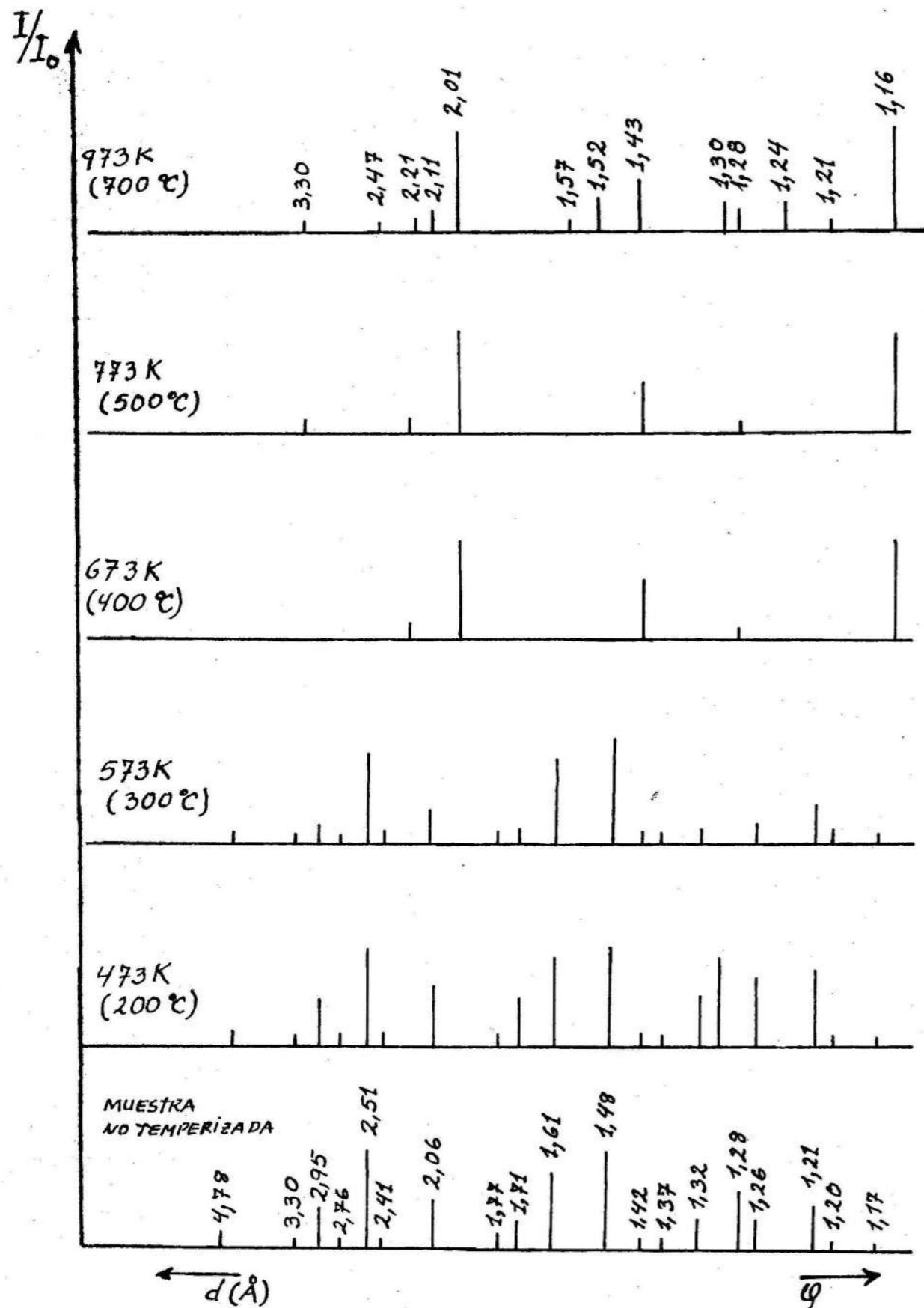


Fig.1: Esquema de los patrones de difracción de muestras tratadas a diferentes temperaturas en medio reductor (gas hidrógeno)

Discusión de los Resultados

Las relaciones estequiométricas obtenidas a partir de los datos de variación de masa, no permiten dilucidar los cambios de fase ocurridos, aunque confirman en todos los casos la pérdida de oxígeno de algunos de los óxidos incluidos en la muestra, lo que se corresponde con el análisis roentgenográfico que sigue.

En los patrones de difracción obtenidos (Fig.1) puede observarse una notable diferencia en dos rangos de temperatura, pues cambia marcadamente el número y aspecto de las líneas correspondientes a las muestras tratadas a 673 K o a temperaturas mayores, con relación a las muestras tratadas a temperaturas menores que la de la muestra original.

En el rango de temperaturas menores, en la muestra original, se observan líneas que están en correspondencia con las más significativas [5] de la magnetita, la maghemita y la ilmenita como son las de $2,51 \text{ \AA}$ de la maghemita y la de $2,53 \text{ \AA}$ de la magnetita. Puede ser descartada la presencia de la hematita por no aparecer su línea más intensa. Aparece también, en este rango la línea más intensa de la ilmenita ($2,75 \text{ \AA}$) [5] .

La magnetita y la maghemita presentan líneas de menor intensidad para la región de ángulos pequeños en la cual existen líneas alrededor de $4,70 \text{ \AA}$ y $2,95 \text{ \AA}$ características [1] de la maghemita,

se observa un envejecimiento o halo en el que no pudieron ser hechas mediciones, pero que puede ser atribuido a las mencionadas líneas, de manera que se evidencia la presencia de magnetita y maghemita en la muestra original, así como la posible presencia de ilmenita en menor proporción, ya que sus líneas características aparecen con pequeña intensidad.

Al aumentar la temperatura hasta 573 K se observa un cambio gradual no uniforme en la relación de intensidades de las diferentes líneas, especialmente al llegar a los 573 K en que desaparece el halo difuso que circunscribe a los ángulos menores, es decir, desaparecen las líneas menos intensas de la maghemita que no son comunes con la magnetita. De este análisis se puede afirmar, que si bien existen las fases magnetita y maghemita en coexistencia como componentes mayoritarios de la muestra, una de ellas, la maghemita es menos estable ante la reducción y se desplaza el "equilibrio" hacia la formación de magnetita.

Al pasar las temperaturas de 573 K a 673 K se produce un brusco cambio de fase evidenciado por la desaparición de un gran número de líneas y por los cambios de coloración, que pueden constituir un indicador sensible de los cambios de fase a menos que estén asociados a cambios en las magnitudes de las partículas [5] .

En este intervalo de temperaturas se observa un incremento notable

de la intensidad de las líneas 1,16 Å y 2,01 Å correspondientes al α -Fe [3], que no pueden ser confundidas con las de la magnetita y la maghemita por su aspecto e intensidad.

Esto confirma la reducción de los óxidos a hierro metálico que se evidenciaba desde los 573 K por el corrimiento de la línea de 1,17 Å hacia la de 1,16 Å.

Los posteriores incrementos de temperatura confirman lo anterior, ya que se intensifican las líneas

correspondientes al hierro metálico.

A las más altas temperaturas estudiadas, se observan también líneas características del β -Mn(2,10 Å y 1,237 Å), del α -Ti(1,24 Å y 1,275 Å) y del α -Mn(2,09 Å y 1,21 Å) [3].

La presencia de estas líneas puede ser explicada por la presencia de ilmenita en pequeña proporción en la muestra original estudiada, y también por la característica de la maghemita de incluir en su red diferentes elementos metálicos [6].

CONCLUSIONES

1. La muestra estudiada es rica en magnetita y maghemita con contenidos de otros óxidos en pequeñas proporciones.
2. La maghemita es inestable con relación a la magnetita en ambiente reductor, en contraposición con su inestabilidad respecto a la hematita en medio atmosférico.
3. La reducción de los óxidos de hierro a hierro metálico es prácticamente completa a temperaturas entre 673 K y 973 K.
4. La roca estudiada puede ser valorada como materia prima en la Industria Química, específicamente como posible catalizador de la síntesis del amoníaco.

REFERENCIAS

1. AZZAROFF, L.V. y M.J. BUERGUER: *The powder method*. New York, Mc Graw-Hill, 1958.
2. CULLITY, B.O.: *Elements of x-ray diffraction*. La Habana, Editora Revolucionaria, 1971.
3. GORELIK, S.S.: *Análisis roentgenográfico*. Moscú, Ed. Nedra, 1970 (En ruso).
4. POTIEJIN, B.: "Condiciones óptimas para la obtención de roentgenogramas de metales". Curso de rayos-x. Dpto. de Física, U.C., 1972.
5. ROGKBY, H.P.: *The x-ray identification and crystal structures of clay minerals*. Londres, Ed. G. Drown, 1961.
6. SOBOL, S.I.: "Composición mineralógica de lateritas de Moa y su influencia sobre los procesos de lixiviación de mineral por ácido sulfúrico en autoclaves" en *Revista Tecnológica*. No.6, p. 5-6, 1968.

CDU: 543.843:546.171:66.0 (729.1)

ESTUDIO DE LA INTENSIFICACION DE LA LIXIVIACION CARBONATO-AMONIAL Y SU INTRODUCCION EN LA PRACTICA

C.Dr. José Castellanos S. Ing. Germán Alvarez R. Tec. Aurora Picayo M., Tec. Idania González F. Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM)

RESUMEN

En el presente artículo se abordan aspectos tales como la proposición del mecanismo de lixiviación en soluciones carbonato-amoniacaes y la etapa cinética, que aparentemente limita la velocidad de disolución del níquel y cobalto. Se establecen y determinan las condiciones de intensificación del proceso de lixiviación. Con la inyección de CO₂ en la corriente de aire la extracción de níquel y cobalto se incrementa en un 5 % como mínimo, y se puede evitar la precipitación de sales de magnesio en reactores y tuberías lo cual disminuye la disolución del Fe²⁺.

Se mostró la posibilidad de intensificar la lixiviación en un reactor tubular con alta extracción relativa de los metales (95-100 % Ni y 100-120 % Co) en un tiempo de 40 a 80 seg.

La introducción de los resultados de las investigaciones en la práctica permite mejorar los índices técnico-económicos del proceso, aumentar la producción de níquel y cobalto en 1 200 y 1 260 t al año respectivamente en una planta como Nicaro y obtener un efecto económico mínimo de una magnitud de 9 mm pesos.

ABSTRACT

The present article deals with topics such as the proposal of the leaching process for ammonium-carbonate solutions and the kinetic stage, which seemingly limits dissolution of Nickel and Cobalt. Conditions for intensification of the leaching process were determined and established.

By injecting CO₂ into the air stream, it is possible not only to increase the recovery of Nickel and Cobalt by 5 percent, but also to prevent precipitation of Sodium salts inside piping and reactors, which reduces the dissolution of Fe²⁺.

It was shown the possibility of intensifying the leaching process in a tubular reactor, with a relative high extraction of metals (95-100 % Ni and 100-120 % Co) in a period of time from 40 to 80 seconds.

The implementation of the results of investigations allows improving the technical and economic parameters of the process, and increasing the Nickel and Cobalt output in 1 200 and 126 tons/year respectively, in a plant like "Nicaro", as well as obtaining a minimum economic effect of 9 mm pesos.