

verifican la exactitud de la metodología empleada.

Del estudio realizado se deriva, que se debe exigir en el caso de utilizar moto-tamoras, que no se apliquen cordones de soldadura en el tambor, y que además, no se le quite el casco protector de goma.

El trabajo evidencia la necesidad de aplicar la metodología empleada durante la explotación y proyección de nuevas instalaciones.

Los resultados, muestran la necesidad de utilizar bandas de 400 mm

para los transportadores, motores con potencia en correspondencia con la necesaria para el equipo accionado y protecciones eléctricas adecuadas.

La aplicación de los sistemas de mantenimiento y reparaciones aumenta considerablemente la vida útil de los equipos y disminuye las pérdidas de energía. Se hace necesario hacer éstos más sistemáticos cuando los equipos trabajan en condiciones muy difíciles (humedad, suciedad, agentes químicos, etc).

#### REFERENCIAS

1. ANDREIEV S., E. y OTROS : Trituración, desmenuzamiento y cribado de minerales. Moscú, Editorial Mir, 1980
2. KOSTENKO, M. : Máquinas eléctricas. Tomo II, La Habana, Ed. Pueblo y Educación, 1968
3. MALIUK S. : Factor de potencia en la producción. Santiago de Cuba, Editorial Oriente, 1980
4. PORTORREAL S., V. : "Manual de operaciones de los molinos 739 40 de la empresa Industrias de Materiales de Moa" Trabajo de diploma, ISMM, 1983
5. SMRKOVSKY, E. : Equipos portuarios de transporte, La Habana, Ed. Pueblo y Educación, 1980

CDU : 534. 423

#### APLICACION DEL MICROANALISIS ESPECTRAL LASER AL ESTUDIO DE LOS PRECIPITADOS DE SULFURO DE NI + CO

Lic. Allan Pierre C., Instituto Superior Minero Metalúrgico

#### RESUMEN

Se presenta un estudio de la variación de concentración en las impurezas fundamentales de las capas de los precipitados anormales de sulfuro de Ni + Co (balines), formados en la autoclave de precipitación de sulfuros de la planta niquelífera de Moa, con ayuda del microanalizador láser LMA-10. Además se muestran aspectos específicos del manejo del microanalizador en la evaporación y excitación de este tipo de materiales.

#### ABSTRACT

An study of the composition variability of the fundamentals impurities in layers of the abnormal Ni + Co sulphur precipitates, forming in the autoclave of the Moa niqueliferous plant, with help of an laser microanalyzer LMA-10 is suggest.

La formación de diferentes tipos de precipitados indeseables durante una de las operaciones finales de la producción de concentrado de sulfuro de Ni + Co, con la ayuda de  $H_2S$  a temperatura y presión elevadas, ha sido estudiada por diferentes autores. Encontrándose que estos precipitados, son de dos tipos fundamentales: costras que se forman en las paredes del reactor y cuerpos sólidos en forma de esfera de diámetro de 1 - 4 cm (balines). Estos cuerpos poseen igual composición química y estructura cristalina que la fase sólida principal producto de la reacción (pulpa) [ 8 ]. Además la existencia de tres formas diferentes de precipitados, balines, costras y pulpa, está provocada por la diferente naturaleza de los centros de cristalización ya sea homogénea o heterogénea. La existencia de zonas en el reactor donde la solución se mueve muy lentamente provoca el surgimiento de cristales grandes que se convierten en centros potenciales de formación de balines que se quedan en el fondo del reactor y no pueden ser movidos por los flujos verticales de la solución hasta el nivel superior.

El estudio posterior de las características granulométricas ha mostrado que los concentrados con contenido pequeño de Cu son microcristalinos, y los de alto contenido de Cu macrocristalinos, de aquí se deduce que en realidad sólo el Cu se precipita por el mecanismo homogéneo y las partículas dispersas formadas por CuS absorben el  $H_2S$  y las canti-

dades principales de Ni, Co y Zn se precipitan sobre estas, según el mecanismo heterogéneo [ 7 ] .

La comparación del contenido de Cu en los concentrados y la costra confirma la idea mencionada sobre el mecanismo de formación del concentrado y de la costra: los dos se precipitan del licor, del cual primero se precipitó una parte considerable del Cu, pero el concentrado se precipita sobre las partículas de sulfuro de cobre y por eso es 1,5-2 veces más rico en Cu que la costra.

A causa de la solubilidad bastante alta del sulfuro de hierro sólo el paso lento del proceso de cristalización del sulfuro de Ni+Co permite que un mayor número de iones  $Fe^{2+}$  ocupen el lugar de  $Ni^{2+}$  y  $Co^{2+}$  en la estructura cristalina creciente, por lo cual la presencia de un alto contenido de hierro significa un proceso más lento de cristalización.

Las posibilidades del conocido principio del microanálisis espectral con láser [ 2 ], consistente en enfocar un rayo láser con vista a evaporar y excitar pequeñas cantidades de sustancias para su ulterior análisis con registro fotográfico, permite hacer un estudio de la distribución de los elementos químicos en microtramos de una sección pulida de la muestra u objeto analizado. Esta técnica nos permitirá hacer un estudio de la distribución del Cu y el Fe que son dos de las impurezas fundamentales en los concentrados de sulfuro de Ni + Co y por ende

aquellos con posibilidades mayores de excitación mediante el láser.

Es de esperar que en cumplimiento de las hipótesis de los trabajos antes mencionados exista un alto contenido de Cu en el centro de los balines producto del proceso de cristalización heterogénea propuesto por Sobol, y se debe esperar también que el contenido de Fe en las capas alternas del balín sea mayor que en su centro, lo cual denotaría un lento proceso de crecimiento del cristal [ 8 ] .

#### Parte Experimental

La preparación de las muestras se realizó mediante un corte transversal de 2-3 cm de diámetro a varios balines, y puliendo mecánicamente con polvo de esmeril hasta conseguir un acabado superficial adecuado, cuidando que el corte y el pulido se hicieran de manera tal que permitieran la mejor observación de la estructura de capas del balín y de su centro de cristalización.

Para obtener datos sobre la distribución de los elementos de interés en los microtramos de la sección pulida de los balines se usó el microscopio láser para microanálisis espectral LMA-10 de la VEB Carl Zeiss Jena que se caracteriza por la reproducción de la energía y potencia de salida del láser, así como la integración de un "Q swicht" pasivo y la posibilidad de disparar la chispa auxiliar desde fuera y retardarla respecto al impulso láser [ 3 ]. Para la fotografía de los espectrogramas se usó el espectrógra-

pectrogramas se usó el espectrógrafo con prisma de cuarzo Q-24, como óptica enfocadora un condensador  $f = 80$  mm, el ancho de la hendidura de entrada fue de 20  $\mu m$  y altura de las líneas de 3 mm, además se usaron placas espectrales ORWO WU-3 y el revelador KODAK D-19.

En la elección de los parámetros del láser se trabajó teniendo en cuenta los datos de explotación del equipo suministrados por el fabricante [ 1 ]. Como ya hemos señalado gracias a la posibilidad de encendido externo se puede elegir la tensión de excitación independientemente de la separación entre los electrodos, en nuestro caso con una tensión de sólo 3,5 kV se produciría la descarga de la chispa auxiliar, el encendido externo nos permite aumentar esta tensión hasta 5,5 kV, ya que en la medida que aumenta la tensión crecen considerablemente las intensidades de las líneas de los espectrogramas, una de las razones de este aumento es que la tensión entra con  $U^2$  como factor en el cálculo de la energía de excitación. Además se logró un aumento adicional en la intensidad de los espectrogramas retardando el tiempo del encendido externo de descarga frente al encendido de la lámpara de destellos, los mejores resultados se obtuvieron retardando el tiempo alrededor de 700  $\mu s$ .

La introducción de un accesorio "Q swicht" significa una ampliación de las posibilidades de aplicación en el caso de las muestras de fácil evaporación, por ejemplo los sulfu-

ros, los que en el régimen sin "Q swicht" presentan muchas veces cráteres profundos y no medibles [ 5 ]. En el régimen a con "Q swicht" la posibilidad de variar el espesor de la capa conlleva a las relaciones diámetro/ profundidad deseada, los cráteres típicos logrados con el uso de un objetivo catadrióptico 40 x 0,50 y escalón de la cubeta 2 arrojan un diámetro promedio de 170 m y una profundidad de 75 m .

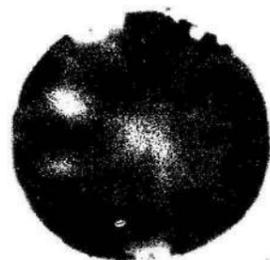


Fig. 1 Cráter típico (100 %)

Además como parámetros adicionales se usó el diafragma que corresponde un diámetro de 40 mm en el plano-objeto, en la batería de condensadores se trabajó con 1 200  $\mu$ F y una tensión de 1 kV estabilizada en la lámpara de destello.

Con estas condiciones instrumentales se realizaron una serie de disparos láser a lo largo del perfil longitudinal de la sección pulida, excitando las zonas de interés (fig. 2).

Como función indicadora de la concentración de los elementos a anali

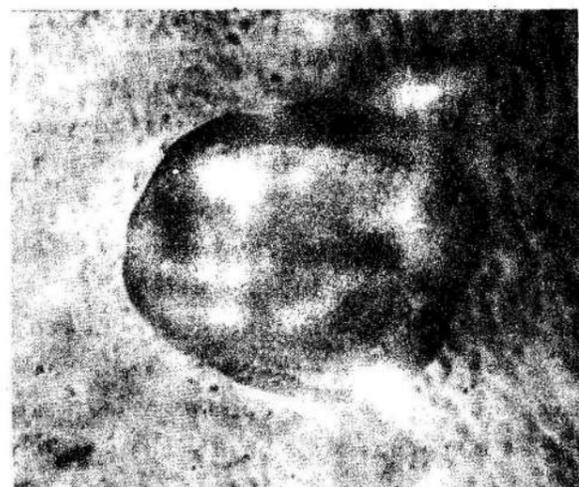


Fig. 2 Perfil longitudinal (50 %)

zar se usó  $S = S_{anal} - s_{ref}$  [ 4 ], tomándose como elemento de referencia el níquel ya que su concentración mayoritaria y estable hace que la intensidad de sus líneas se alteren poco por los cambios de concentración que pueden ocurrir, siendo en todo caso la magnitud medida una función relativa respecto a la concentración de Ni. En la tabla 1 se muestran los pares de líneas homólogas escogidas.

La fotometría se realizó con un microdensitómetro MD-100, obteniéndose ennegrecimientos medibles para las líneas escogidas. Se obtuvieron las curvas cualitativas del comportamiento del contenido de los elementos de interés en el perfil longitudinal del balín, la calibración necesaria para determinar los valores cuantitativos en éste caso no estaba justificada [ 6 ].

En todos los balines analizados se obtuvo un comportamiento similar de la relación Cu-Fe. En la figura 3 se puede apreciar como varía el con

TABLA 1

Línea (nm)	Intensidad	Pot. exit. lin. (eV)	Pot. exit. elem. (eV)
Cu 324,7	2 000 R	3,82	7,72
Ni 345,8	50	3,80	7,63
Fe 259,9	1 000	4,77	7,86
Ni 301,2	125	4,54	7,63

tenido de Cu y Fe en el perfil longitudinal escogido dentro de la sección pulida de uno de los balines. Hay aumento en la señal del Fe al aumentar la distancia desde el centro del balín, resultado este esperado como consecuencia de ocurrir el crecimiento de los cristales de

forma lenta como se señala en [ 8 ] no así el comportamiento del contenido de Cu que no guarda relación con la hipótesis planteada en [ 7 ] acerca del mecanismo de cristalización heterogénea a partir de los cristales de sulfuro de cobre, precipitados de forma espontánea.

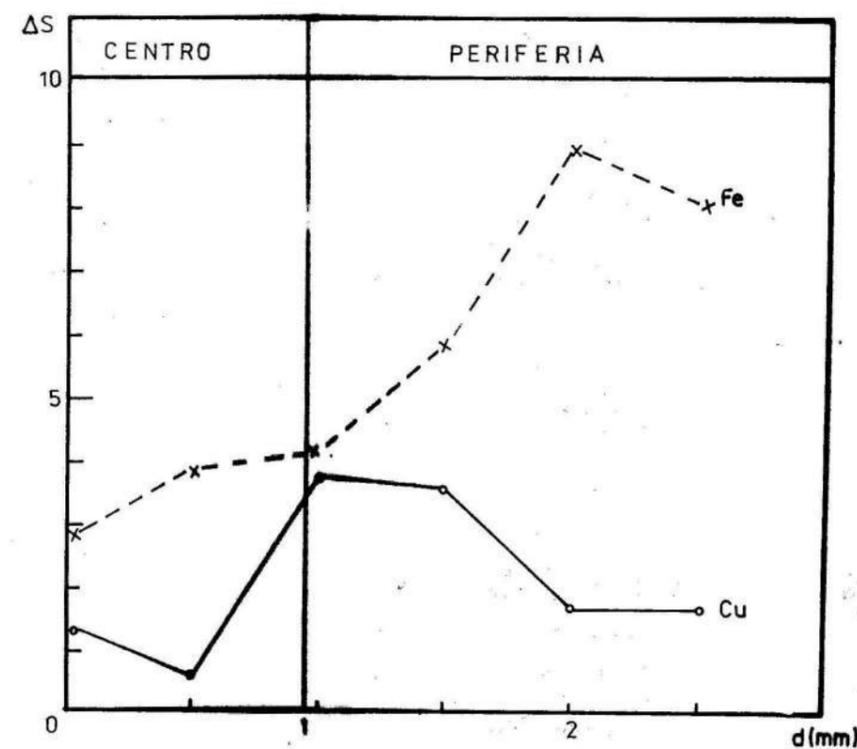


Fig. 3 Variación del contenido de Fe y Cu

## CONCLUSIONES

Se muestran las posibilidades del microscopio láser para microanálisis espectral LMA-10 en determinaciones cualitativas en muestras de sulfuro de Ni + Co.

Se comprueba que el contenido de Fe aumenta del centro a la periferia del balín reforzando la hipótesis que el crecimiento de estos proce -

sos de cristalización es lento, así mismo también se comprueba que el contenido de Cu no aumenta desde la periferia hacia el centro del balín lo que parece indicar que en la formación de los balines no opera el mecanismo de cristalización heterogénea sobre los centros de cristalización de SCu.

SIRVANSE SUSCRIBIRME A LA REVISTA

ADJUNTO CHEQUE POR VALOR DE: \_\_\_\_\_

NOMBRES Y APELLIDOS \_\_\_\_\_

DIRECCION \_\_\_\_\_

CIUDAD \_\_\_\_\_

PAIS \_\_\_\_\_

### FORMAS DE PAGO.

El pago de las suscripciones es por anticipado y puede realizarse a través de cheque bancario, en cualquier moneda libremente convertible. Los precios están indicados en dólares USA para mayor facilidad al momento de efectuar las conversiones correspondientes a las diferentes monedas.

### FORMAS DE ENVIO

Con el fin de que todas las ediciones de nuestras publicaciones lleguen con mayor rapidez y seguridad, realizamos todos los envíos por Correo Aéreo Certificado, cuyos gastos se encuentran incluidos en los precios de las suscripciones anuales que aparecen en nuestras listas de precios.

DIRIJASE A:



**Ediciones Cubanas**

EMPRESA DE COMERCIO EXTERIOR DE PUBLICACIONES

Publicidad y Promoción  
Obispo No. 461 — Apartado 605  
Ciudad de La Habana. CUBA

ACEPTAMOS CANJE EN GENERAL  
WE ACCEPT EXCHANGE IN GENERAL

DIRIGIR LA CORRESPONDENCIA A:  
PLEASE ADDRESS CORRESPONDENCE:

CENTRO DE INFORMACION CIENTIFICO-TECNICO  
ISMM MOA  
PROV. HOLGUIN  
CUBA.