

to en estos casos están entre 12-37 %  
El contenido de sílice en las muestras de ocre inestructurales es inferior al 5 % (sólo en un caso es superior a 10 %) por lo que la cantidad de silicatos presentes es muy pequeña. Es probable la presencia de sílice amorfa en esta zona del

perfil laterítico, lo que se confirma con la extracción de  $\text{SiO}_2$  entre 30-60 % en la mezcla cloruro amoniacal. El citrato diabásico de amonio extrae la casi totalidad del resto de la sílice presente en las muestras.

### CONCLUSIONES

Se comprobó experimentalmente mediante el análisis químico de fases, en muestras de ocre inestructurales, el papel de la goethita como portador principal de níquel en la zona de los ocre inestructurales.

Se comprobó la presencia de una cantidad muy pequeña de hierro amorfo (1-2 %).

La cantidad de níquel asociada a fases amorfas de hierro, manganeso, y silicatos (Ni extraído en  $(\text{NH}_4)_2\text{Cit}$  < 25 %) tiene importancia secundaria.

ria con respecto al níquel asociado a la goethita.

En citrato diabásico de amonio se extrae el manganeso en 3 niveles de extracción: 15 - 20 % ; 40 - 60 % ; 80 - 90 % que a estos valores corresponde la cantidad de cobalto que se extrae en este disolvente (superior a 60 %). Ello pudiera indicar una diferencia en la cristalinidad de los minerales de manganeso en la corteza de intemperismo ferroniquelífera.

### REFERENCIAS

1. BANGUELA, Z. : Determinación del hierro amorfo presente en minerales lateríticos. Trabajo de Diploma. Universidad de La Habana, 1982
2. COLLAZO G., J. : Fazovii Jimicheskii analiz nikelovij serpentinitovo-okisnij rud kori vivetrivania kubi. Tesis de Candidatura. Univ. Estatal Moscú, 1980
3. CORDEIRO N., C. : Análisis químico de fases en meras lateríticas oxidadas de la corteza de intemperismo de Cuba. Tesis de candidatura. Universidad de La Habana, La Habana, 1981
4. DOMINGUEZ, F. : Evaluación de la presencia de fases amorfas de hierro en óxidos de hierro hidratados. Trabajo de Diploma. Universidad de La Habana, La Habana, 1980
5. LANDA, E. R., GAST, R. G. : "Evaluation of crystallinity in hydrated ferric oxides". *Clays and clay minerals* No. 21, p. 121-130, 1973
6. PAWLUK, S. : "Measurement of crystalline and amorphous iron removal in Soils". *Can. J. Soil Sci.* No. 52, p. 119-123, 1972

CDU: 542.943

### REDUCCION CONJUNTA

DE

### OXIDOS DE HIERRO Y NIQUEL EN CONDICIONES NO ISOTERMICAS

Ing. Jesús Ortiz B., Centro de Investigaciones Siderúrgicas, C. Dr. Vera Vacilevna L., Ing. Vladimir Alekandrovich K., Instituto de Acero y Aleaciones de Moscú, Ing. Antonio Muñoz M., Instituto Superior Minero Metalúrgico

### RESUMEN

En el trabajo se obtuvieron las regularidades cinéticas de la reducción conjunta del óxido de níquel y la magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) con carbono e hidrógeno en condiciones no isotérmicas.

Se muestra que a medida que se aumenta la cantidad de óxido de níquel en la mezcla con la magnetita, el proceso se traslada hacia el intervalo de menores temperaturas a pesar de la formación de ferrita de níquel ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) como composición transitoria.

### ABSTRACT

In the present work the kinetic regularities of the combined reduction of nickel oxide and magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) with carbon and hydrogen under non-isothermal conditions are established.

Thus showing that the process moves to the lower temperature interval, as the amount of nickel oxide in mixture with magnetite increases; in spite of the formation of nickel ferrite ( $\text{NiFe}_2\text{O}_4$ ) as transient composition.

El estudio del proceso de reducción en condiciones no isotérmicas resulta de sumo interés, tanto desde el punto de vista teórico como práctico, debido a que la mayoría de los procesos físico-químicos en agregados metalúrgicos se realizan en condiciones donde las temperaturas cambian constantemente.

El presente artículo tiene como objetivo indicar la influencia que ocasiona el óxido de níquel en el mecanismo, y la cinética del proceso de reducción de la magnetita ( $Fe_3O_4$ ).

Se utilizaron los siguientes materiales en la realización de los experimentos, óxido de níquel técnico con una pureza de 99,9 %, concentrado de hierro de Santiago de Cuba (del sector chiquita rica), con un contenido de hierro total de 67,9 %. Como reductores se emplearon carbono e hidrógeno con un 99,99 % de pureza, respectivamente. Los experimentos de reducción con carbono se desarrollaron en una atmósfera inerte.

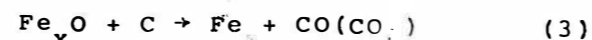
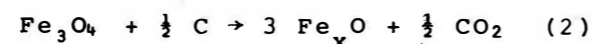
Los experimentos se desarrollaron en el equipo de análisis termogravimétrico "Di Pont 1 090". Su precisión en la determinación del peso es de  $10^{-6}$  g, en la temperatura de  $\pm 0,5$  °C en el intervalo desde 0 °C hasta 1 200 °C. La velocidad de calentamiento se puede variar a velocidades de 5; 10; 15; 25 y 50 °/min.

En los experimentos realizados la velocidad de calentamiento alcanzó 10°/min, linealmente, en el intervalo comprendido entre los 25 °C hasta 1 100 °C.

**Reducción con carbono.** La cantidad de carbono necesaria para la reducción del óxido de níquel fue calculada por la ecuación:



en el caso de la magnetita por las ecuaciones



Se redujo la magnetita y el óxido de níquel por separado y se mezclaron en diferentes proporciones que fueron 25 % NiO, 75 %  $Fe_3O_4$ , 50 % NiO 50 %  $Fe_3O_4$ , con un alto grado de homogenización.

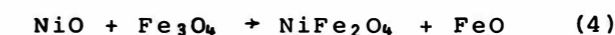
La reducción de la magnetita con carbono comienza a los 570 °C (figura 1 curva 1), a los 810 °C alcanza su mayor velocidad de reducción la que es igual a 10,6 mg/min g, su grado de reducción a los 1 100 °C es de 90 % (gráfico 2 curva 1).

El comienzo de la reducción del óxido de níquel en el régimen de calentamiento lineal comienza a los 510 °C, la velocidad de reducción cambia lentamente hasta los 680 °C, más tarde aumenta rápidamente alcanzando un valor máximo de 579,0 mg/min g a los 790 °C (figura 2 curva 1). El proceso ocurre rápidamente debido a un fenómeno de autocatálisis originado por la fase de níquel metálico que se va formando [1]. El grado de reducción para el NiO al finalizar el experimento es de 100 % (figura 2 curva 3).

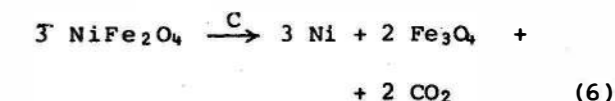
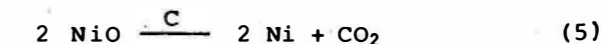
La reducción de las mezclas mecánicas constituidas por 25 % NiO 75 %  $Fe_3O_4$ , 50 % NiO, 50 %  $Fe_3O_4$  ocurren

en dos etapas, existen dos máximos en las curvas de la figura 1. De acuerdo con los datos del análisis de fases de rayos x, cuando calentamos las mezclas mecánicas constituidas por NiO- $Fe_3O_4$ , antes de la temperatura en que comienza la reducción ocurre una reacción entre las fases sólidas de estos óxidos, formándose ferrita de níquel  $NiFe_2O_4$ , la cual a su vez forma una disolución sólida con la magnetita [2].

La ferrita de níquel se forma por la reacción:



En la primera etapa, ocurren paralelamente las reacciones:



Mediante el análisis de fases de rayos x determinamos el surgimiento de

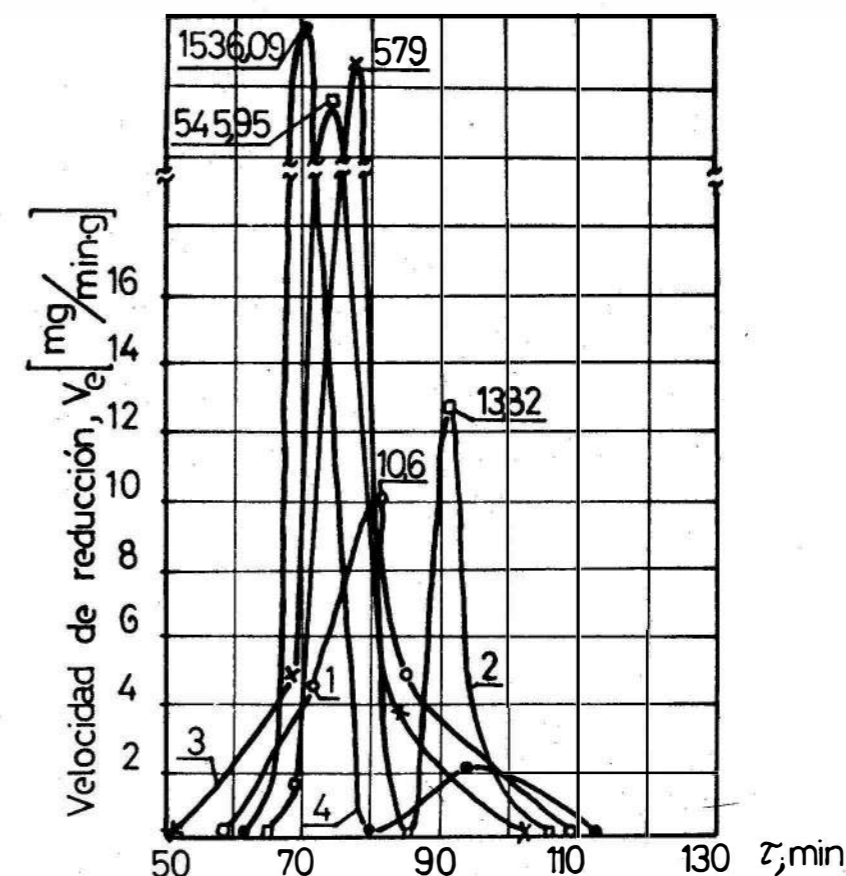
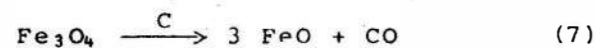


Fig. 1 Velocidad específica de la reducción en función del tiempo (velocidad de calentamiento 10°/min) para la reducción con carbono.

1. 100 %  $Fe_3O_4$  (Concentrado de Santiago) o-o-o-o
2. 25 % NiO 75 %  $Fe_3O_4$  □ □ □
3. 100 % NiO x-x-x
4. 50 % NiO 50 %  $Fe_3O_4$  o-o-o-o

la reacción (6) al calentarse dicha mezcla de óxidos.

La segunda etapa corresponde a la reducción de la magnetita por las reacciones.



La fase de níquel metálico existe también sobre temperaturas superiores a los 460 °C, según el análisis de rayos x, el producto que se obtiene lo forman las fases de hierro y níquel metálicos, los cuales forman entre ellos una serie de soluciones sólidas  $[\text{Ni}_x, \text{Fe}_y]$  por la reacción.



esto lo demostró el análisis de rayos x y el análisis termomagnético, respectivamente.

Si analizamos la cinética de las curvas obtenidas podemos observar, como a medida en que añadimos NiO en la mezcla ocurre con más rapidez la reducción en la primera etapa y a más bajas temperaturas, como se observa en las figuras 1 y 2

En la segunda etapa se observa que a medida que existe mayor cantidad de óxido de hierro en la mezcla el proceso se efectúa con mayor velocidad, aunque prácticamente a una misma temperatura de reducción.

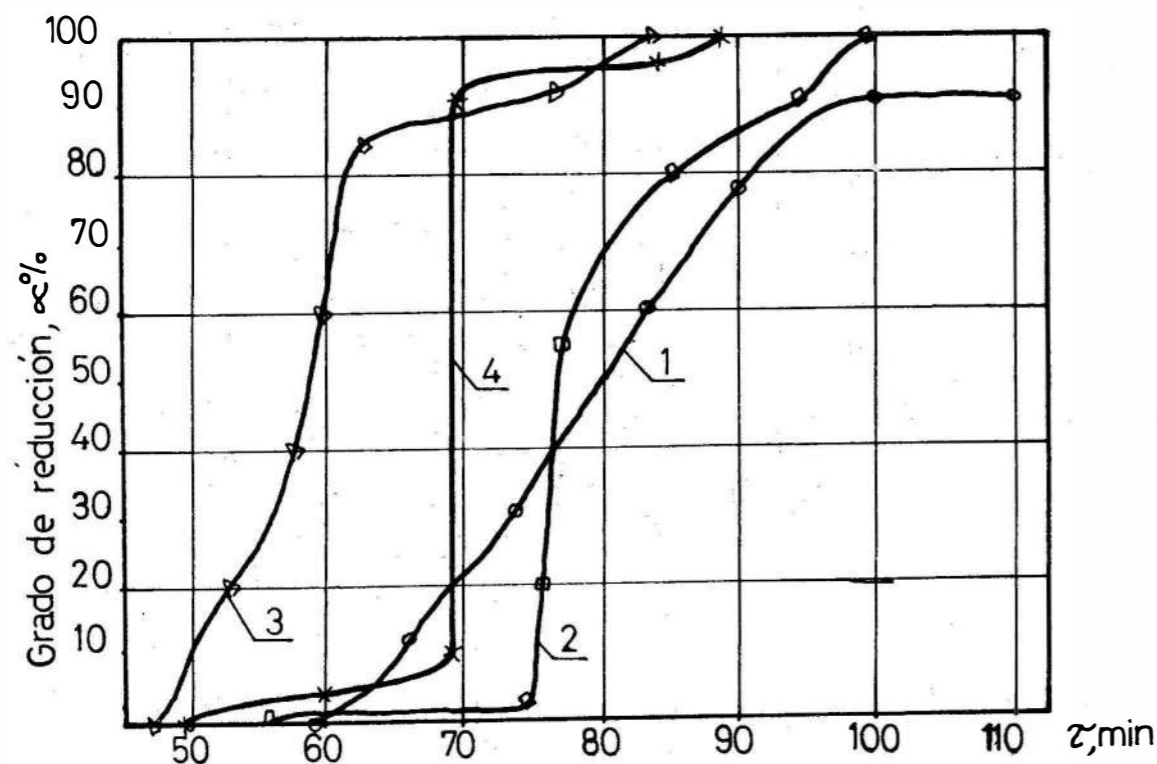


Fig. 2 Grado de reducción en función del tiempo (velocidad de calentamiento 10<sup>0</sup>/min) para la reducción con carbono.

1. 100 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Concentrado de Santiago) ○-○-○
2. 25 % NiO 75 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> □-□-□-□
3. 50 % NiO 50 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> △-△-△-△
4. 100 % NiO X-X-X-X

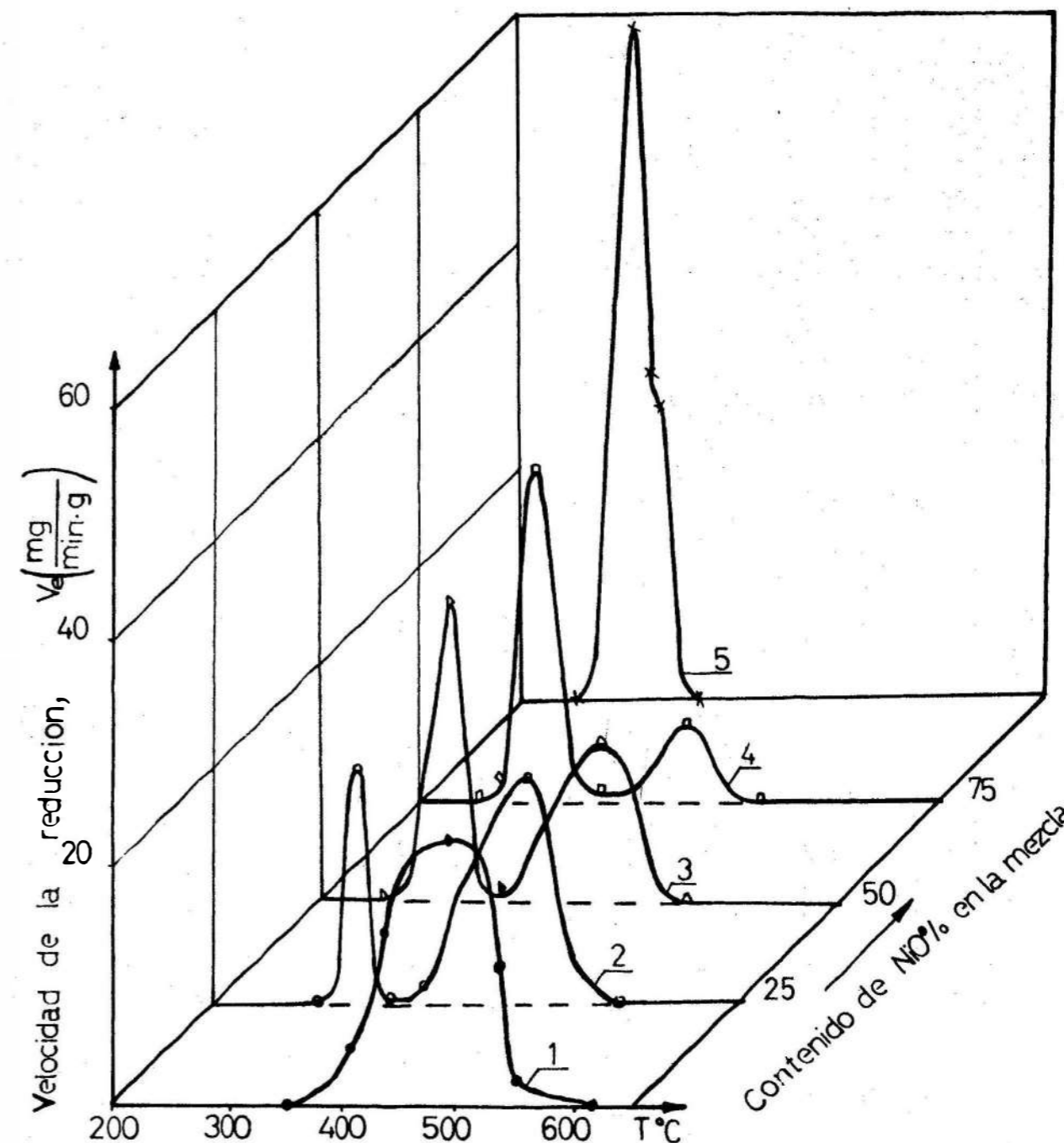


Fig. 3 Velocidad específica de reducción en función de la temperatura para la reducción con hidrógeno.

1. 100 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Concentrado de Santiago) .-.-. .
2. 25 % NiO 75 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ○-○-○
3. 50 % NiO 50 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> △-△-△
4. 75 % NiO 25 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> □-□-□
5. 100 % NiO X-X-X

#### Reducción con hidrógeno

Se redujo la magnetita y el óxido de níquel por separado, y las mezclas de los mismos en diferentes propor-

ciones las cuales fueron 25 % NiO, 75 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; 50 % NiO, 50 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>; 75 % NiO; 25 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

A una temperatura de 350 °C la magnetita comienza a reducirse (figura 3 curva 1) alcanzando una velocidad máxima de reducción de 22 mg/min.g a los 490 °C, a una temperatura superior a los 550 °C la variación de peso del óxido disminuye y la completa reducción se produce a los 675 °C cuando es de un 100 % figura 4 curva 1.

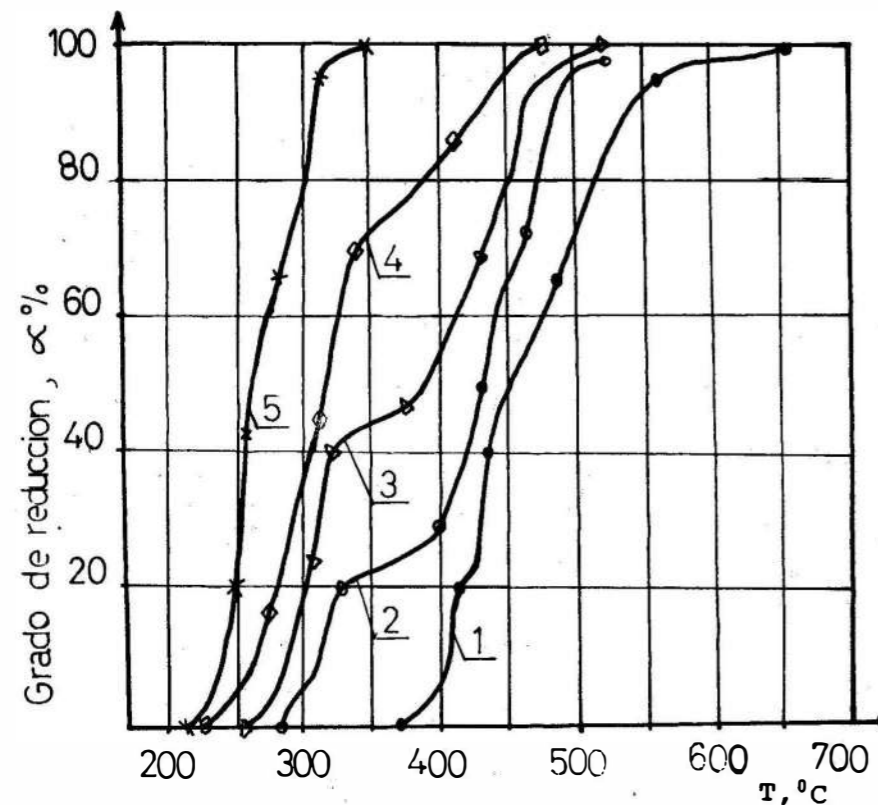


Fig. 4 Grado de reducción en función de la temperatura para la reducción con hidrógeno.

1. 100 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Con centrado de Santiago) ---
2. 25 % NiO 75 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> O-O-O
3. 50 % NiO 50 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Δ-Δ-Δ
4. 75 % NiO 25 % Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> □-□-□
5. 100 % NiO X-X-X

La velocidad máxima de reducción del óxido de níquel es de 59,5 mg/min.g a una temperatura de 300 °C (figura 3 curva 5), el grado de reducción al finalizar el experimento es de 100 % (figura 4 curva 5) respectivamente. Como se puede observar en las figuras 3 y 4 curvas 2, 3, 4 la reducción de las mezclas mecánicas de NiO y Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> con hidrógeno se produce en dos etapas, primer y segundo aumento de la velocidad respectivamente.

Según el análisis de rayos x efec-

tuado al producto de la reducción de estas mezclas, a diferentes temperaturas, obtuvimos que en la primera etapa ocurre la reducción del óxido de níquel y la ferrita de níquel, y en la segunda etapa la reducción de la magnetita y la formación de soluciones sólidas constituidas por hierro y níquel metálicos [Ni<sub>x</sub>, Fe<sub>y</sub>]

Se observa que a medida que aumenta la cantidad de óxido de níquel en la mezcla, con la magnetita, la posición del primer máximo prácticamente no cambia (figura 3), y el intervalo de las curvas correspondientes a la reducción de la magnetita se traslada a una región de menores temperaturas, con relación a la reducción de la magnetita sin mezclar.

Si comparamos la cinética de reducción con carbono y con hidrógeno respectivamente, podemos observar que los procesos son análogos, o sea,

se producen en dos etapas, además de poseer en el proceso de reducción la fase transitoria NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

#### CONCLUSION

Los resultados obtenidos demuestran que a pesar de la formación de ferrita de níquel (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), como fase transitoria en el proceso de reducción de las mezclas de NiO-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, a medida que aumenta el óxido de níquel el proceso se desarrolla a temperaturas más bajas, este fenómeno probablemente esté relacionado con la formación, de acuerdo con el dia-

grama de estado Fe-Ni, composiciones sólidas entre los productos de las reacciones hierro y níquel metálicos por la reacción (9).

#### REFERENCIAS

1. TUMAREV A., C., y OTROS : Procesos de reducción en la producción de ferroaleaciones. Editorial Metalurgia, Moscú, 1977. (en ruso)
2. TRETIAKOV D., Y. : Termodinámica de las ferritas. Editorial Química, Moscú, 1967, (en ruso)

## REVISTA MINERIA Y GEOLOGIA

### SOLICITUD DE SUSCRIPCION

NOMBRE \_\_\_\_\_

DIRECCIÓN \_\_\_\_\_  
 \_\_\_\_\_

GIRO POSTAL (MN \$ 4.50) \_\_\_\_\_

Instituto Superior Minero Metalúrgico.  
Las Coloradas Moa