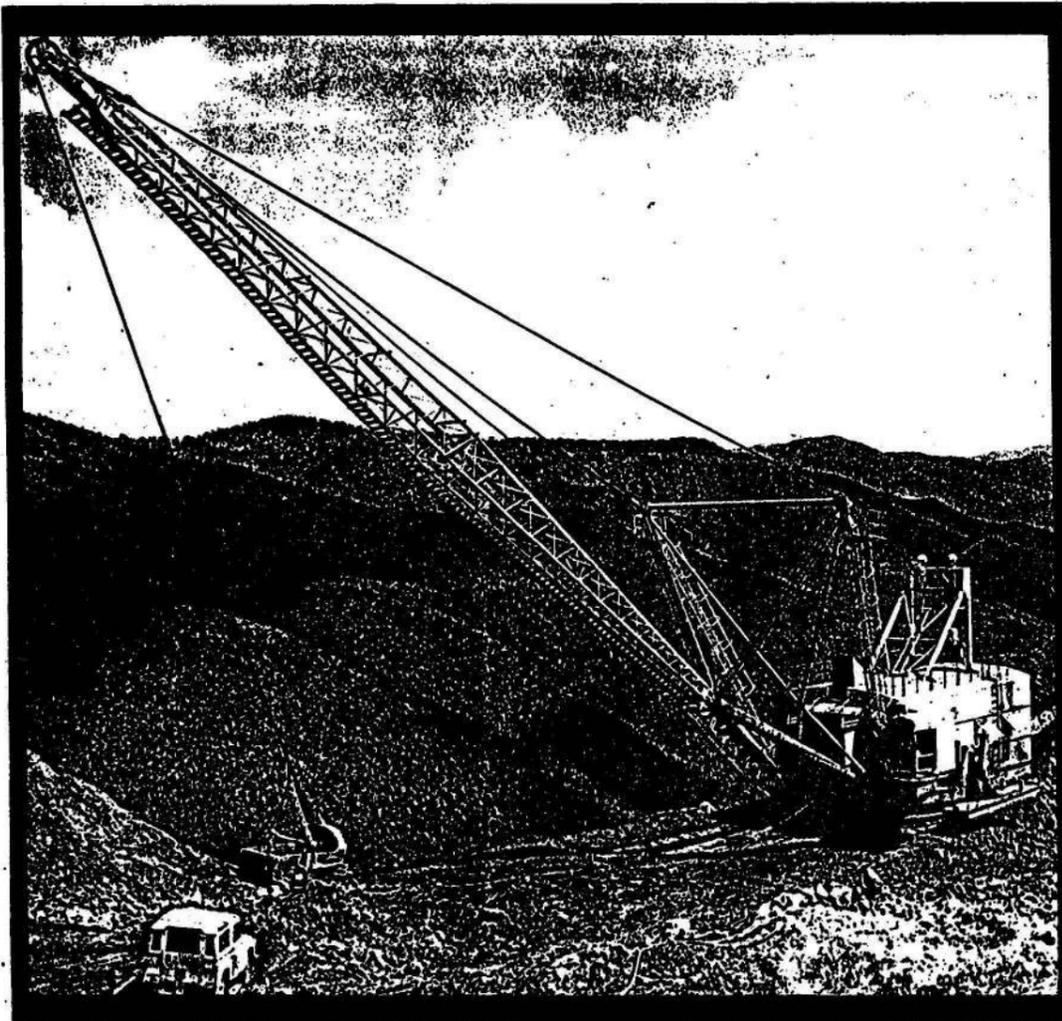


CUBANIQUEL
Empresa Cubana Exportadora de Minerales
y Metales

CUBANIQUEL
Cuban Mineral and Metal
Exporting Enterprise



SEPARACION SELECTIVA DE LOS COMPONENTES METALICOS CONTENIDOS EN LAS SOLUCIONES SULFATO AMONIACALES, PRODUCTO DE LA DISOLUCION DE LOS SULFUROS CON EL EXTRAYENTE ABF

Ing. Aurelio Valdés Monteagudo,
Téc. M. Armando Acebal Gómez,

Centro de Investigaciones para la Industria Metalúrgica

RESUMEN En el trabajo se comprobó a escala de banco, la tecnología de separación por extracción líquido-líquido del níquel y el cobre del cobalto y del zinc, contenidos en los licores sulfato amoniacales similares a los obtenidos en la disolución de los sulfuros mixtos, producidos en nuestras actuales empresas niquelíferas ("René Ramos Latour" y "Pedro Sotto Alba") con el extrayente experimental soviético ABF.

Previamente fueron determinadas las características extractivas del extrayente utilizado.

Se procesaron dos tipos de licores sulfato amoniacales, que se diferenciaron fundamentalmente en la relación níquel-cobalto y en el contenido de zinc, cobre y sulfato de amonio [1]. Los resultados obtenidos en el trabajo corroboraron los alcanzados a escala de laboratorio.

ABSTRACT In the work it was proved at a laboratory level, the technology of separation by extraction liquid-liquid of nickel and of copper from cobalt and from zinc, contained in the dissolution of the mixtures of sulphur, produced in our present nickel plants ("René Ramos Latour and Pedro Sotto Alba") with the Russian experimental extractor ABF. . Previously the extractive characteristics of the extractor used were determined.

Two tips of liquid ammonium sulphate were processed that were differentiated fundamentally in the nickel-cobalt and in the content of zinc, copper and ammonium sulphate.

INTRODUCCION

Una de las premisas fundamentales para el desarrollo de la rama minero metalúrgica en nuestro país es la diversificación de los productos del níquel (carbonatos, sulfuros, sinter, etc) de forma tal que se logren metales, sales de níquel y cobalto de gran calidad para poder

cubrir las demandas cada vez mayores de productos de mayor pureza.

La tecnología que aplica el intercambio iónico líquido-líquido bien pudiera ser una de las técnicas a utilizar para resolver las necesidades en lo que a separación de

metales se refiere, de nuestras actuales y futuras industrias niquelíferas.

Entre las ventajas que nos brinda esta nueva tecnología están bajos costos de producción, menor consumo energético así como una menor contaminación del medio.

En el presente trabajo se comprobó a escala de banco, la separación de los metales contenidos en los licores sulfato-amoniacaes similares a los obtenidos producto de la disolución de los sulfuros mixtos producidos en las empresas de Moa y Nicaro, mediante la utilización de solventes orgánicos del grupo de las oximas.

El objetivo fundamental del trabajo fue comprobar a esta escala los estudios realizados a nivel de laboratorio con anterioridad en nuestro centro [2] y obtener licores concentrados en cada uno de estos metales, con un nivel de impurezas por debajo del mínimo requerido, que nos permita producir metal y sales de óptima calidad a partir de los mismos.

En la determinación de la capacidad del extrayente ABF al 35 % se trabajó con una relación de volumen de fase acuosa/fase orgánica (F.A/F.O = 1) igual a la unidad, como fase acuosa se utilizó una solución sulfato amoniacal con la composición siguiente:

36,52 g/L Ni; 4,82 g/L Co; 0,91 g/L Zn y 98,6 g/L NH₃. Los tiempos de contacto y separación de las fases fueron 30 y 60 min respectivamente.

Esta determinación de capacidad se realizó por triplicado; en todas las pruebas se analizó níquel en ambas fases utilizando la espectrofotometría de absorción atómica.

El contenido de metales en la fase orgánica, se evaluó siempre después de la destrucción química de la misma. La capacidad alcanzada para el extrayente con esa concentración fue de 9,52 g/L de níquel.

En la determinación de la cinética de reacción entre las fases, se trabajó con una relación de volumen igual a la unidad (F.O/F.A = 1). Se utilizó la misma fase acuosa empleada anteriormente. Como fase orgánica se utilizó el extrayente al 35 % en peso en el diluyente orgánico. Todo el proceso se realizó en un reactor de vidrio de 1 000 mL de capacidad con baffles de acrílico colocados a 120° uno del otro. A cada una de las muestras tomadas se le determinó el contenido de níquel en ambas fases.

Como se observa en la Figura 6 existe una tendencia a la saturación de la fase orgánica en los primeros minutos de contacto.

Sin embargo, en el trabajo con el equipo mezclador-sedimentador este tiempo fue mucho mayor debido, fundamentalmente, a las relaciones de flujo tan grandes utilizadas en ambos procesos (extracción y reextracción).

En la construcción de la isoterma de extracción del níquel trabajamos con una solución sulfato amoniacal de pH 9,6 con la siguiente concentración 36,53 g/L Ni y 96,0 g/L de amoníaco. El extrayente se trabajó a la misma concentración, es decir 35 % en peso diluido en keroseno de aviación. Todas las operaciones fueron realizadas a temperatura ambiente.

La variación de la relación de fases se realizó de la forma siguiente: el volumen de la fase acuosa se mantuvo en un valor constante de 20 mL y el de la fase orgánica se varió entre 25 y 236 mL. Tratando de garantizar el equilibrio del sistema se tomaron 30 min como tiempo de contacto.

Seleccionando un 90 % de la capacidad total del extrayente como capacidad de trabajo (8,5 g/L Ni) se obtienen tres etapas de contacto para una concentración en la fase acuosa de 27,0 g/L Ni. Los resultados se muestran en la Figura 7.

ESTUDIO PRELIMINAR DE LAS PROPIEDADES EXTRACTIVAS DEL ABF

Esta parte del trabajo está orientada, fundamentalmente, a definir aspectos tales como la cinética de reacción, velocidad de separación de fases, y capacidad del extrayente experimental soviético ABF disuelto en keroseno. Así como la determinación del número de etapas a utilizar en los procesos de extracción y reextracción mediante la construcción de las isotermas respectivas.

Este trabajo de definición de las propiedades extractivas del extrayente fue necesario realizarlo debido a las características de producción del mismo, pues este extrayente aún no se encuentra en su etapa comercial, lo cual hace que su producción sea cíclica y existan marcadas diferencias entre un lote y el otro.

Además debido a las dificultades señaladas en el trabajo a nivel de laboratorio [2], se recomienda trabajar con una concentración del extrayente de un 20 % en peso en la fase orgánica, pues a mayores concentraciones se forman emulsiones no separables. Conociendo también las recomendaciones del fabricante de que es posible trabajar con una concentración de un 30 %, tanto en medio ácido como en medio básico, decidimos estudiar la concentración más adecuada del mismo tomando como criterio fundamental el tiempo de separación entre las fases.

El definir correctamente este aspecto fue uno de los factores de mayor interés en nuestro trabajo, pues aumentar la concentración de extrayente en la fase orgánica nos permitió trabajar con un menor volumen de la misma. Debemos tener en cuenta, también, que las altas concentraciones de metales en las fases acuosas de alimentación (40-60 g/L) nos obligan a trabajar con la mayor concentración posible de nuestro extrayente.

Se midió el tiempo de separación de fases, durante los procesos de extracción y reextracción a cinco concentraciones diferentes de fases orgánicas. Los valores promedio son promedios de 5 pruebas.

El procedimiento empleado consistió en la utilización de una probeta de 250 mL de capacidad con tapa esmerilada, a la cual le añadimos volúmenes iguales de fase acuosa y fase orgánica (de manera que ocupan las 2/3 partes del volumen de la misma).

Después de preparada la bureta se coloca en el agitador de bandeja en posición horizontal y se agita durante 15 min. Transcurrido ese tiempo se volteo rápidamente y se comienza a medir el tiempo de separación de las fases.

En las Figuras 1-5, se muestran los valores alcanzados para los dos procesos.

Los resultados obtenidos en las pruebas de separación de fases nos muestran la posibilidad de trabajar con concentraciones relativamente altas del extrayente en la fase orgánica, sin peligro alguno de formación de emulsiones no separables. Los tiempos de separación de

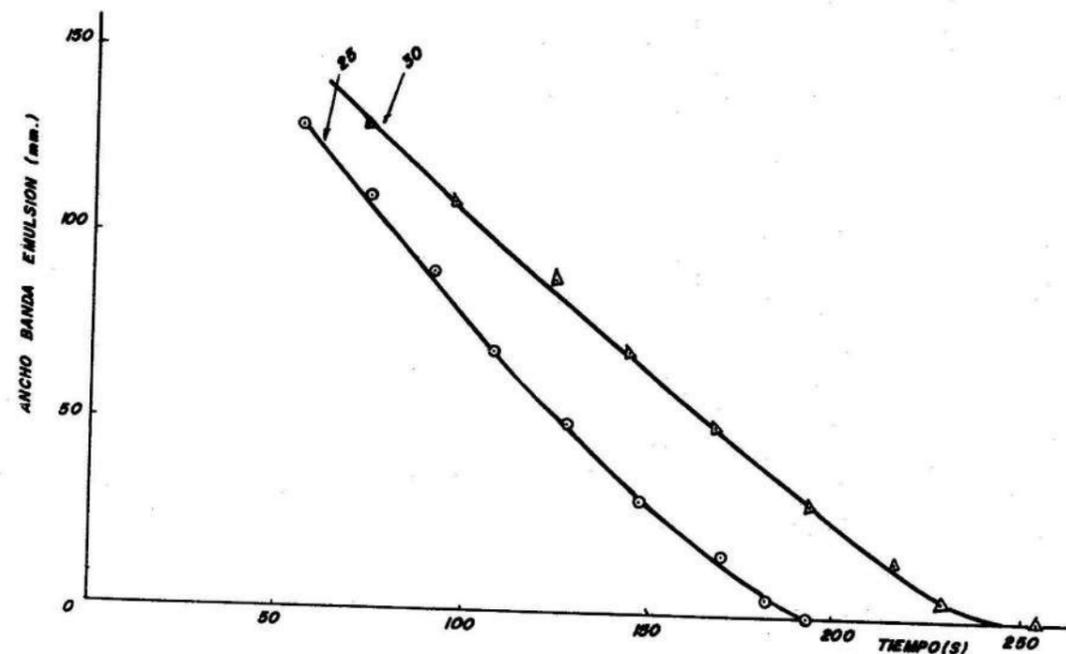


Figura 1 Tiempo de separación de fases. Proceso de extracción

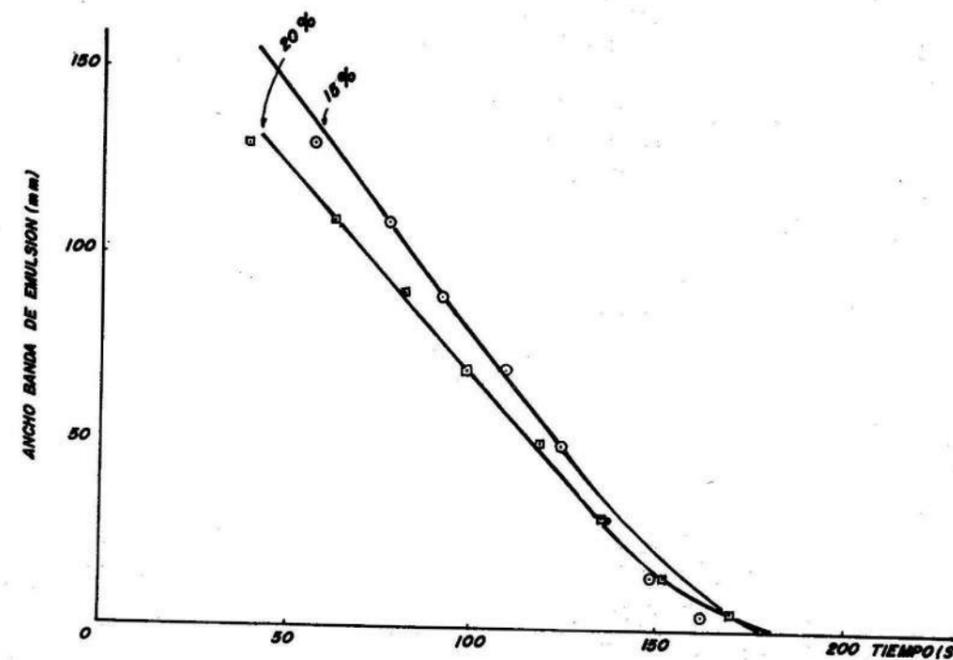


Figura 2 Tiempo de separación de fases. Proceso de extracción

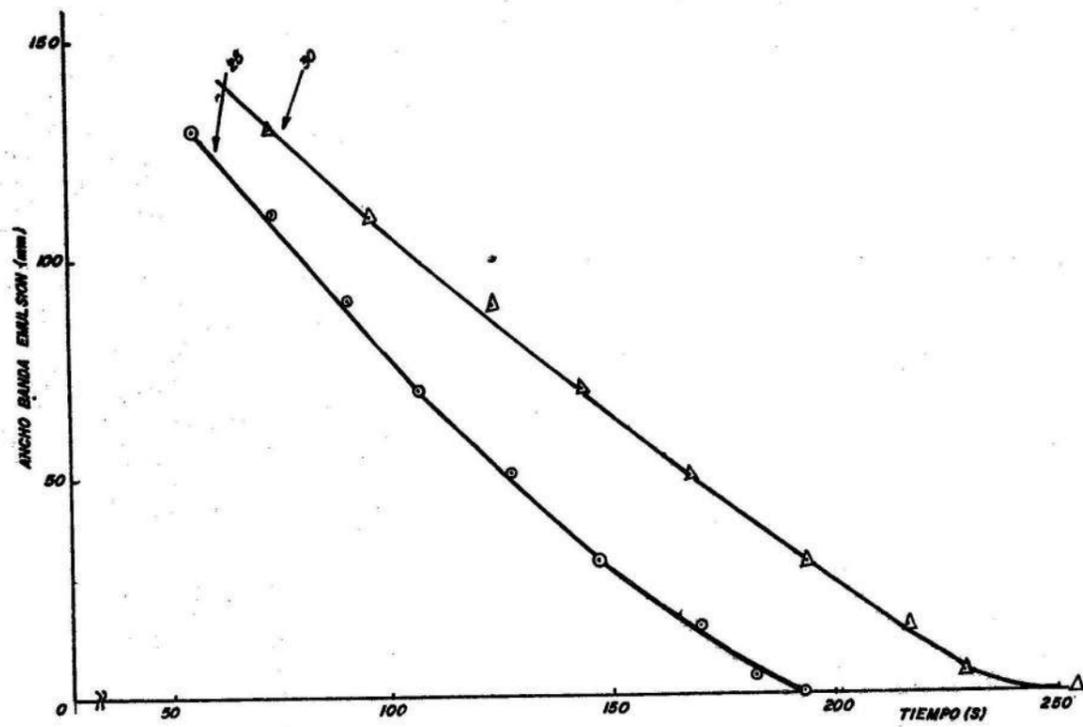


Figura 3 Tiempo de separación de fases. Proceso de extracción

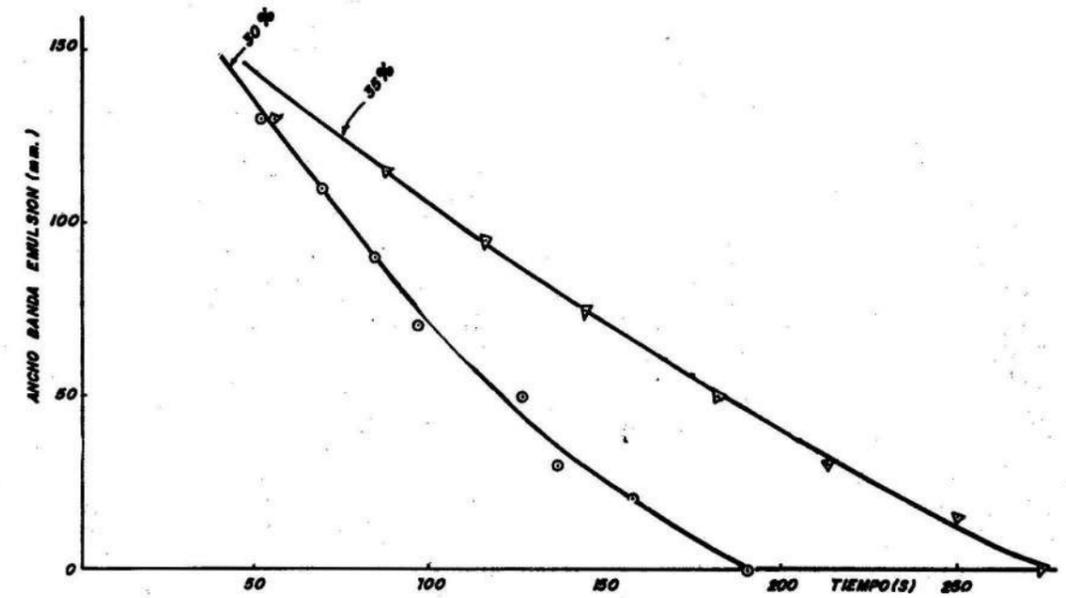


Figura 5 Tiempo de separación de fases. Proceso de reextracción

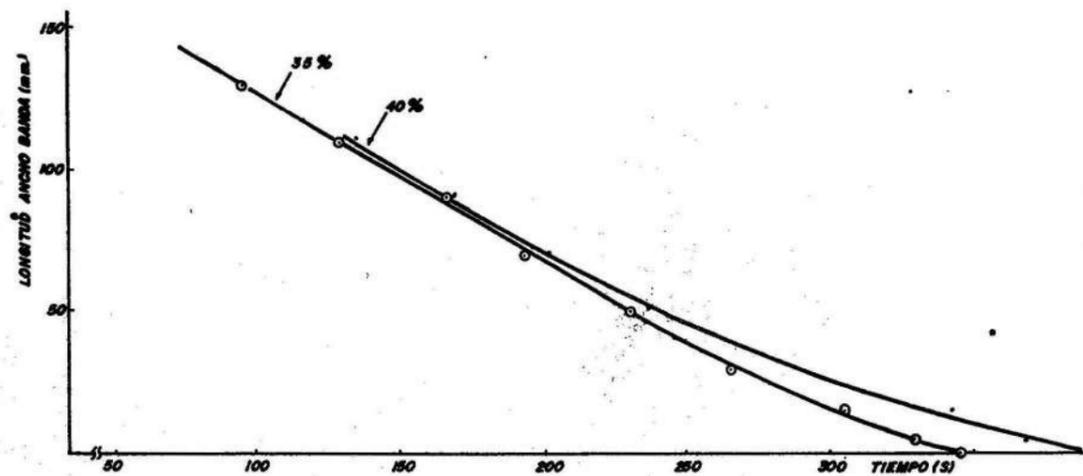


Figura 4 Tiempo de separación de fases. Proceso de extracción

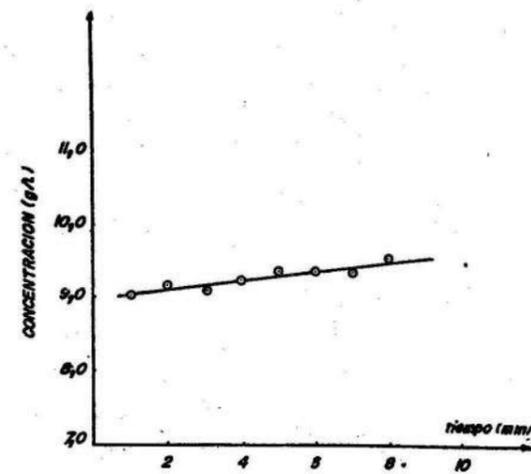


Figura 6 Determinación del tiempo de contacto

El esquema a contracorriente empleado en el trabajo de separación con el equipo mezclador-sedimentador constaba de tres operaciones: extracción, lavado y reextracción. Cada una de ellas con 4, 1 y 3 etapas respectivamente, ver Figura 8.

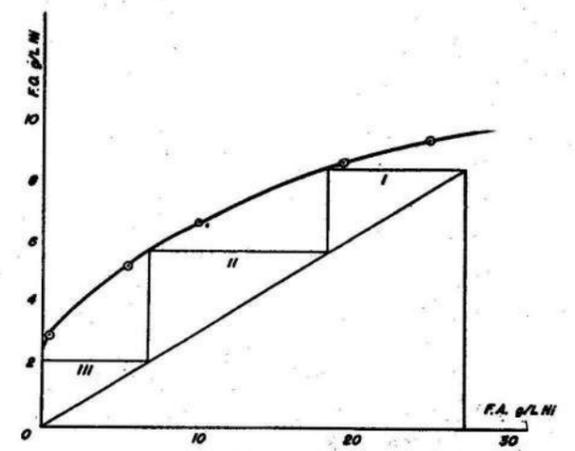


Figura 7 isoterma de extracción de Ni con ABF

Los materiales y reactivos utilizados en la preparación de los licores sulfato amoniacales de alimentación, son similares a los obtenidos en la disolución de sulfuros, esto se debe a que no disponíamos de una autoclave con la hermeticidad y capacidad necesaria (20-25) para disol-

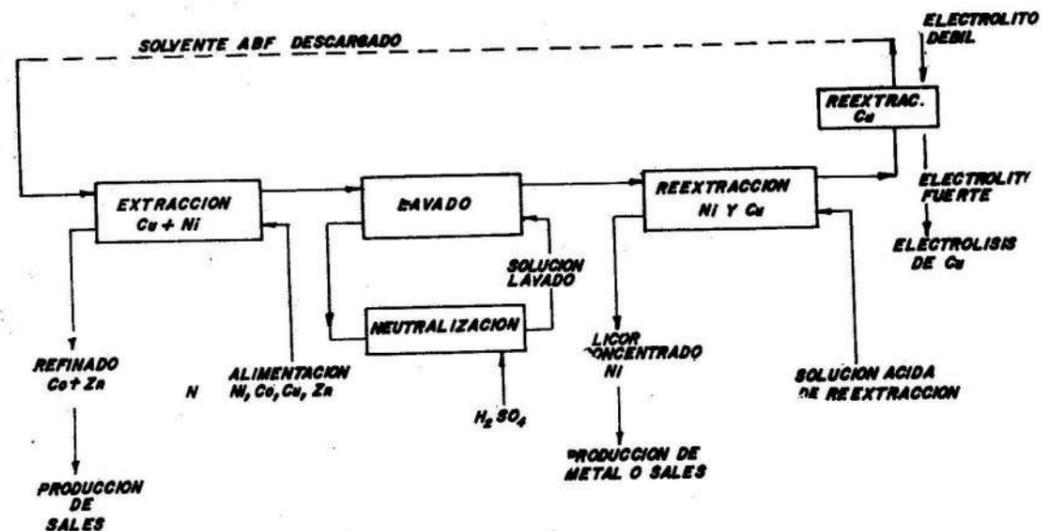


Figura 8 Esquema tecnológico del sistema a contracorriente empleado

ver los sulfuros reales de nuestras empresas niquelíferas. En la preparación de las soluciones de alimentación se siguió la misma metodología empleada en el trabajo de separación de metales con el extrayente LIX 64N [1].

Carbonato básico de níquel con la siguiente composición (en base seca):

Ni - 50,98 %
Cu - 0,008 %
Fe - 0,023 %
Mg - 0,29 %
Co - 0,067 %
Zn - 0,044 %
Mn - 0,013 %

La humedad reportada para esta sal de níquel fue de 59,5 %.

Extrayente experimental ABF disuelto al 35 % en peso en keroseno de aviación, su masa media fue de 0,866 kg.d^m³

Solución de reextracción: al igual que en trabajos anteriores con otros extrayentes, se utilizó ácido sulfúrico diluido de 200 g/L.

Solución de lavado: se empleó solución saturada de sulfato de amonio de 450 g/L con un pH inicial de 3,0 - 3,2 y pH de salida de la etapa de 6,5 - 7,0.

Solución de reextracción de cobre: el cobre acumulado en la fase orgánica se reextrajo con un electrolito débil de cobre (185 g/L H_2SO_4 ; 3,0 g/L Ni y 15 g/L Cu).

En su conjunto el equipo mezclador-sedimentador empleado para la separación líquido-líquido de los metales contenidos en los licores, el cual fue diseñado y construido en el CIPIMM [1] guarda gran similitud con los reportados en la literatura especializada, [3].

Todas las pruebas realizadas con el nuevo extrayente tuvieron una duración de 72 h cada una, esto se hizo con el objetivo de que las muestras tomadas fueran más representativas del sistema empleado.

En las corridas experimentales de separación de los metales con el extrayente ABF se utilizó como licor de alimentación una solución amoniacal con la composición siguiente:

34,8 g/L Ni; 11,6 g/L Co; 0,97 g/L Cu; 0,031 g/L Zn; 145 g/L NH_3 ; 240 g/L $(NH_4)_2SO_4$; con un pH de 9,8.

De acuerdo con las concentraciones de los metales, este licor es similar al obtenido en la disolución del sulfuro de Nicaro.

En la Tabla 1 se muestran los resultados promedios alcanzados para tres corridas experimentales, las cuales se realizaron en igualdad de condiciones.

Trabajamos con cuatro etapas de extracción, aunque en la práctica se evidenció que la última sirvió como una etapa de seguridad tal como se había planificado, pues basándonos en los resultados de la isoterma de extracción, solamente eran necesarias 3 etapas para alcanzar una completa separación del níquel contenido en el licor de alimentación.

SEPARACION EN LICORES SIMILARES A LOS OBTENIDOS EN LA DISOLUCION DE LOS SULFUROS PRECIPITADOS EN MEDIO ACIDO

En esta parte del trabajo se utilizó un licor amoniacal de alimentación con características similares al obtenido de la disolución del sulfuro mixto precipitado de un medio ácido.

La composición de esta solución fue la siguiente: 47,09 g/L Ni; 5,22 g/L Co; 0,06 g/L Cu; 0,86 g/L Zn y 101,3 g/L NH_3 .

Este licor de alimentación con un pH igual a 9,5 se puso en contacto con el solvente orgánico en un sistema a contracorriente, manteniendo una relación de volúmenes orgánico-acuoso igual a cinco ($V_o/V_a = 5$).

Como puede apreciarse de la Tabla 2 se alcanzaron resultados satisfactorios en la separación del níquel y el cobre del cobalto y el zinc.

El lavado de la fase orgánica con la sal de amonio no fue todo lo eficiente que esperábamos, pues, solamente logramos separar un 78 % del amoníaco coextraído en dicha fase, sin embargo no se observa variación significativa en los niveles de concentración de metales presentes en dicha fase después del lavado.

CONCLUSIONES

1. Se comprobó que con una concentración de 35 % en peso de ABF en el diluyente orgánico, se alcanza satisfactoria separación de fases, (5 - 6 min).
2. La capacidad máxima de la fase orgánica (en licores de 40 g/L Ni; 5 g/L Co y 100 g/L NH_3) con un 35 % en peso de ABF es de aproximadamente 9,5 g/L de cobre o níquel.
3. Se comprobó que es técnicamente factible la separación del níquel y el cobre contenidos en los licores sulfato amoniacales similares a los obtenidos

en la disolución de los sulfuros mixtos precipitados en ambos medios, del Co^{+++} y el Zn, utilizando para ello ABF al 35 %.

4. La separación de los metales extraídos por la fase orgánica níquel y cobre, se alcanza con un riguroso control del pH en las etapas de reextracción.

5. La reextracción del cobre acumulado en la fase orgánica se realiza eficientemente en una etapa independiente.

RECOMENDACIONES

1. Se debe profundizar en el estudio del lavado de la fase orgánica, cargada de manera de disminuir al máximo el amoníaco coextraído, pues los niveles de esta impureza en el licor concentrado de níquel son aún altos.

2. Corroborar mediante pruebas a esta misma escala, los resultados obtenidos, utilizando licores producto de la disolución de los sulfuros reales de nuestras empresas niquelíferas.

REFERENCIAS

1. GRANDA, O. y A. VALDES: "Separación de níquel y cobalto, cobre y zinc en un equipo mezclador-sedimentador de banco con el extrayente LIX 64 N". Reporte Técnico, CIPIMM, 1984.
2. GRANDA, O.: "Separación de Ni, Co y Cu con el extrayente ABF". Reporte Técnico 343, CIPIMM, 1982.
3. GRANDA, O. y otros: "Estudio de la disolución del sulfuro de Moa, y la separación de sus componentes". Reporte de Investigación No. 583, CIPIMM, 1982.
4. RITCEY, G. y A. W. ASHBROOK: "Solvent extraction principles and applications to process metallurgy". SP Company, 1979.

AGRADECIMIENTOS

Quisiéramos agradecer la cooperación brindada por los compañeros: Eulogio Casteleiro, Miriam Lemus, María Casañas y Aracely Samá que de una forma u otra hicieron posible la realización del trabajo. A todos, gracias.

Tabla 1 Resultados de las pruebas de separación para las condiciones de Nicaro

Operación	Relación Vo/Va	Fases				Fase acuosa g/L				Acido libre				Fase orgánica g/L					
		Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃	pH	Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃	pH	Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃	
		F.O. descargada																	
		0,000	11,50	0,000	0,023	88,0	-	0,02	0,10	0,02	0,002	-	0,02	0,10	0,02	0,002	0,06		
Extracción		0,03	11,56	0,0008	0,091	70,0	-	0,025	0,11	0,02	0,012	-	0,025	0,11	0,02	0,012	-		
	5,38	0,85	11,80	0,001	0,280	77,0	-	0,17	0,118	0,02	0,080	-	0,17	0,118	0,02	0,080	-		
		17,45	11,80	0,01	0,080	97,0	-	3,39	0,118	0,022	0,020	-	3,39	0,118	0,022	0,020	-		
		34,80	11,80	0,97	0,031	145,0	-	6,50	0,118	0,21	0,0036	-	6,50	0,118	0,21	0,0036	-		
		0,015	0,075	0,03	0,080	-	9,80	-	-	-	-	-	9,80	-	-	-	-	-	-
Lavado	1,0	0,01	0,080	0,03	0,040	118,0	-	6,35	0,103	0,21	0,002	-	6,35	0,103	0,21	0,002	-		
		99,30	0,025	0,00	0,025	4,45	-	3,50	-	-	-	-	3,50	-	-	-	-	-	-
		30,30	0,000	0,70	0,000	-	-	3,10	0,10	0,28	0,002	-	3,10	0,10	0,28	0,002	-	-	-
Reextracción	14,0	1,00	0,000	0,10	0,000	-	-	1,80	0,10	0,87	0,002	-	1,80	0,10	0,87	0,002	-	-	-
		0,001	0,000	0,000	0,000	-	224,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabla 2 Resultados de las pruebas de separación para las condiciones de Moa

Operación	Relación Vo/Va	Fases				Fase Acuosa g/L				Acido libre				Fase Orgánica g/L						
		Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃	pH	Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃	pH	Ni	Co	Cu	Zn	NH ₃		
		O. Inicial																		
		0,0000	5,200	0,000	0,840	86,10	-	0,070	0,020	0,007	0,001	-	0,070	0,020	0,007	0,001	-			
Extracción	5,0	0,0002	5,220	0,000	2,200	70,00	-	0,075	0,022	0,007	0,300	-	0,075	0,022	0,007	0,300	-			
		9,9500	5,220	0,000	1,740	85,00	-	2,000	0,022	0,007	0,200	-	2,000	0,022	0,007	0,200	-			
		29,0000	5,220	0,030	1,060	61,69	-	5,880	0,022	0,013	0,050	-	5,880	0,022	0,013	0,050	-			
		47,0900	5,220	0,080	0,860	101,30	-	9,330	0,022	0,024	0,003	-	9,330	0,022	0,024	0,003	-			
Lavado	1,0	0,0100	0,060	0,030	0,055	-	9,50	-	-	-	-	-	9,50	-	-	-	-	-	-	
		0,0000	0,050	0,000	0,050	118,00	-	8,50	0,022	0,025	0,002	-	8,50	0,022	0,025	0,002	-			
		110,3000	0,038	0,000	0,030	3,52	-	4,810	0,020	0,025	0,002	-	4,810	0,020	0,025	0,002	-			
Reextracción	12,0	55,2900	0,000	0,280	0,040	0,52	-	1,70	0,020	0,086	0,002	-	1,70	0,020	0,086	0,002	-			
		55,2900	0,000	0,280	0,040	0,52	-	1,70	0,020	0,086	0,002	-	1,70	0,020	0,086	0,002	-			
		19,8500	0,000	1,040	0,006	0,05	-	0,070	0,020	0,007	0,001	-	0,070	0,020	0,007	0,001	-			
		0,0010	0,000	0,000	0,000	-	225,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

DETERMINACION DE LOS PARAMETROS DE HIDROTRANSPORTACION DEL MINERAL SERPENTINITICO

Ing. Alejandro Nicolaev;
Ing. Manuel Suárez F.;
Ing. Victor Labrador A.;
Ing. Rodolfo Montes de Oca S.;

Instituto Superior Minero Metalúrgico

RESUMEN En el presente trabajo se exponen algunos de los resultados de las investigaciones experimentales del transporte hidráulico de las pulpas serpentiniticas. En particular se aportan datos sobre las propiedades físico-mecánicas de las serpentinitas y de su hidrottransportación, fórmula para la determinación de la caída libre, valores experimentales de la velocidad crítica y las pendientes hidráulicas del mineral serpentinitico a distintas concentraciones. Estos resultados han sido obtenidos en una instalación semi-industrial construida en el Instituto Superior Minero Metalúrgico.

ABSTRACT In the present work, it shows some of the results of the experimental investigations of the hydraulic transport of the serpentinitic pulps of the nickel deposit of Moa. In particular it gives data on the mechanical physical properties of the serpentines and of its hydrotransportation, formula for the determination of free fall, experimental values of the critical velocity and the hydraulic gradient of the serpentinitic mineral at distinct concentration. These results were obtained in the installation semi-industry constructed in the Higher Institute of Mining and Metallurgy (I.S.M.M.)

DESARROLLO

La utilización de las reservas de mineral serpentinitico, siempre ha sido una preocupación de todos los investigadores de la rama, hoy en día, la disminución de las menas limoniticas ha intensificado dicha preocupación, así pues, se plantea la necesidad inmediata de construir una planta para procesar las menas serpentiniticas en nuestro país.

Alrededor de toda esta problemática han surgido propuestas concretas para realizar el transporte de los

yacimientos, nosotros basándonos en la experiencia nacional e internacional que se tiene sobre el trasiego de las hidromezclas, proponemos este medio como una vía más a elegir.

La industria minero metalúrgica ha utilizado a través de los años variados tipos de transporte mineral, el ferroviario, el automotor, el neumático, etc, cada uno de ellos, con sus características tecnológicas y económicas, que en sí son las que condicionan su campo de aplicación.