

## EVALUACIÓN DE LOS ÍNDICES PRINCIPALES DE LA EXTRACCIÓN DE NÍQUEL, COBALTO Y HIERRO, A PARTIR DE LAS COLAS AMONIACALES DE NÍQUEL ALMACENADAS.

## EVALUATION OF THE MAIN INDEXES OF THE EXTRACTION OF NICKEL, COBALT AND IRON, TO LEAVE OF THE AMMONIA LINES OF STORED NICKEL.

Rubén Aja Muñiz<sup>(1), (2)</sup>, José Castellanos Suárez<sup>(1)</sup>, Esteban Alfonso Olmo<sup>(1)</sup>, Martha Velázquez<sup>(1)</sup>, Ventura Herrera Juver<sup>(1)</sup>, Emilio Montejo<sup>(1)</sup>, Blasa Delgado<sup>(1)</sup>, Yilian Batista<sup>(1)</sup>, José A. Alonso Pérez<sup>(1)</sup>, Lourdes Vivas<sup>(1)</sup>, Biberto Jiménez<sup>(1)</sup>

En este trabajo, se realiza una investigación a escala de laboratorio con el objetivo de obtener una alternativa de procesamiento y recuperación del níquel y el cobalto contenido en las colas amoniacaes y la producción de concentrado de hierro y de cromo a partir de los residuos de la lixiviación para su utilización con fines siderúrgicos. Se estudian diferentes agentes de lixiviación en el proceso, la aplicación de resina en pulpa y el proceso de beneficio de los residuos para la obtención de concentrado de hierro y Cromo. El ácido sulfuroso ( $H_2SO_3$  y  $SO_2 + H_2O$ ) fue efectivo para la extracción de los metales, pero se requieren consumos del agente lixivante muy alto (superior a 230Kg/t cola). Teniendo en cuenta el costo y los problemas ambientales que genera el uso de este agente lixivante, no es recomendable su utilización.

Los resultados obtenidos, con  $H_2SO_4$  son prometedores, pues con una dosificación de 180Kg/t cola y % de sólido de 40 a 46, se produjo una extracción de los metales de (43,7- 45,2)% de Ni, (64,9-68,3)% Co y (14,3-14,8)% de Fe. Los estudios de separación del Ni y Co de las colas lixiviadas mediante la resina en pulpa reportaron resultados satisfactorios, alcanzándose una alta eficiencia de adsorción (95.5% y 97,4 % Co), produciendo un incremento en la recuperación del orden 4,5 % para él Ni y 5,6 % para el Co, lo que confirma los resultados reportados en trabajos anteriores. La eficiencia metalúrgica total (lixiviación- adsorción-elución y precipitación de los metales hasta sulfuro) fue de: 44,7% Ni y 66,6 % Co para un consumo total de ácido ( $H_2SO_4$  de 187 kg/t, lixiviación + elución de la resina), lo que se considerable aceptable por el bajo contenido de níquel de las colas (0,37%Ni).

Como resultado del beneficio de los residuos lixiviados, en los ensayos de laboratorio y de banco se produjo un concentrado de hierro con 53-54% Fe, siendo la recuperación de este metal de 58.6%. La recuperación total de hierro a partir de la cola inicial fue 57.7%Fe en peso y el rendimiento en peso de concentrado fue 47%. Se propone una tecnología para el procesamiento de las colas del proceso Carón que permite alcanzar índices aceptables del aprovechamiento de los metales contenidos en las colas amoniacaes.

**Palabras clave:** Níquel, cobalto, hierro, colas amoniacaes

In this work, an investigation is carried out at laboratory scale in order to obtain alternative processing and recovery of nickel and cobalt contained in the ammonia lines and concentrate production of iron and chromium from the waste leaching steel for use purposes. Different leaching agents are studied in the process, the application of resin in pulp and beneficiation process waste concentrate to obtain iron and chromium Sulphurous acid ( $H_2SO_3$  and  $SO_2 + H_2O$ ) was effective for removing metals but very high consumption of bleaching agent (greater than 230kg / t tail) are required. Given the cost and environmental problems caused by the use of the bleaching agent it is not recommended for use.

The results obtained with  $H_2SO_4$  are promising, with a dosage of 180 kg / t and% solid tail 40 to 46, there was an extraction of metals (43,7- 45,2)% Ni, (64 , 9 to 68.3)% Co and (14.3 to 14.8)% Fe. Studies separation of Ni and Co by queues resin leached pulp reported satisfactory results, achieving high adsorption efficiency (95.5% and 97.4% Co), resulting in increased recovery in the range 4.5% for Ni and 5.6% for Co, confirming the results reported in previous studies. Total metallurgical efficiency (lixiviation- adsorption-elution and precipitation of metals to sulfur) was: Ni 44.7% Co and 66.6% for a total consumption of acid ( $H_2SO_4$  187 kg / t, elution leaching + resin), which is considerably acceptable for the low nickel content of the queues (0.37% Ni).

As a result of the benefit of leachate waste, laboratory tests and there was a bank iron concentrate with 53-54% Fe, with the recovery of this metal of 58.6%. Overall recovery of iron from the initial tail was 57.7% by weight Fe and the weight yield of concentrate was 47%. Technology for processing queues Caron process that achieves acceptable rates of use of the metals contained in the proposed ammonia tails.

**Key words:** Nickel, cobalt and iron, ammonia lines.

---

**Recibido:** 1 de marzo del 2015

**Aprobado en su forma original:** 23 de abril del 2015

(1) Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgica (CIPIMM), Varona 12028 Km<sup>1 1/2</sup> Boyeros, La Habana, Cuba, CP-10800 Correo electrónico: [aja@cipimm.minem.cu](mailto:aja@cipimm.minem.cu)

(2) Instituto Superior Politécnico "José Antonio Echeverría"

## INTRODUCCION

La tecnología carbonato-amoniaco para el procesamiento de las lateritas níquelíferas es aplicada industrialmente a escala mundial. Es común que la recuperación del níquel oscile entre 70-85%, mientras que la del cobalto no supera 20-50%. Por tal razón el residuo del proceso de lixiviación y lavado (colas) contiene entre 25-30% del níquel y de un 45-50% del cobalto presentes en la mena original.

En la década del 80 en el CIPIMM se realizaron varios trabajos de investigación sobre el procesamiento de las colas de Nicaro, en el cual se emplearon diferentes variantes de lixiviación. En el presente trabajo se pretende continuar la lixiviación selectiva, definir el esquema tecnológico para el procesamiento de las colas de extracción y realizar una evaluación económica preliminar de selección de alternativa.

El objetivo de la investigación es brindar una alternativa de procesamiento para las enormes reservas de colas amoniacoales viejas almacenadas, las cuales significan una reserva del mineral de Cobalto y la posibilidad de aprovechamiento de estas colas con alto contenido de hierro con fines siderúrgicos.

La tecnología propuesta por el CIPIMM consiste en la lixiviación de las colas con diferentes agentes lixiviantes: separación de Ni y Co mediante el proceso de resina en pulpa y realizar una propuesta de obtención de los productos comerciales de los metales

## ASPECTOS TEÓRICOS.

Lixiviación.

La tecnología carbonato-amoniaco para el procesamiento de las lateritas níquelíferas esta aplicada a escala industrial en el mundo. Es común que la recuperación del níquel oscile entre 70-85%, mientras que la del cobalto no supera 50-55 %. Por tal razón el residuo del

proceso de lixiviación y lavado (colas) contiene entre 25-30% del níquel y un 45-50% del cobalto presente en la mena original.

Según algunos autores, el cobalto contenido en las colas del proceso carbonato amoniaco está en dos formas: como hidróxido asociado a los hidróxidos de hierro y como óxido asociado a los óxidos de manganeso. Su asociación como hidróxido se presenta porque como resultado de la tuesta reductora del mineral, el hierro queda en forma de goethita, magnetita y hierro metálico. Todo el hierro metálico y el bivalente pasan a la solución por el oxígeno del aire, el hierro se oxida a trivalente y se hidroliza fácilmente en este medio (ver reacción 1).

La hidrólisis del hierro es considerada por algunos autores como la causa fundamental de las pérdidas de cobalto, causada por la coprecipitación de éste por absorción sobre las partículas de hidróxido férrico (1). Otros autores estiman más influyente la interacción con compuestos de manganeso según (2, 3, 4).

Al ser tratadas las colas con agentes lixiviantes portadores de los iones sulfito y sulfato pueden tener lugar las siguientes reacciones que posibilitan el paso de parte del cobalto presente en dichos residuos lateríticos a la solución.

El ácido sulfuroso actúa en medio acuoso fundamentalmente como un agente reductor fuerte, mientras que el sulfúrico actúa como un oxidante.

Al ser tratadas las colas amoniacoales con  $SO_2$ , tienen lugar reacciones que provocan la disolución de los óxidos de manganesos y de parte del cobalto asociado

Proceso de resina en pulpa para la recuperación de Ni y Co.

La sorción de metales directamente de la pulpa lixiviada, conocida como proceso de resina en pulpa (R.I.P.) permite eliminar del esquema tecnológico de las plantas, las operaciones de sedimentación y filtración, lo

que constituye una ventaja, sobre todo para pulpas con malas características de sedimentación.

Las resinas iminodiacéticas ácidas ofrecen la mayor expectativa para la recuperación del níquel y cobalto (Alfonso E, 2008) en los nódulos marinos, donde la recuperación de Ni y Co es superior a 95%, pero el proceso RIP permite subir las extracciones de 1 a 3 % alcanzando un 99% para ambos metales (Aja, R, y otros, 2009).

En el proceso Carón ((Alfonso y Bugallo, 2009) demostraron que el uso del proceso RIP reextrae, el níquel y cobalto adsorbido y coprecipitado en los oxihidróxidos de hierro y manganeso, entre un 3 y 5% Ni y más de un 30%

Desde el punto de vista teórico, las resinas ácidas iminodiacéticas se describe como, las mejores candidatas para la recuperación de níquel y cobalto de pulpas lixiviadas de lateritas. Los grupos funcionales tienen la fórmula general:

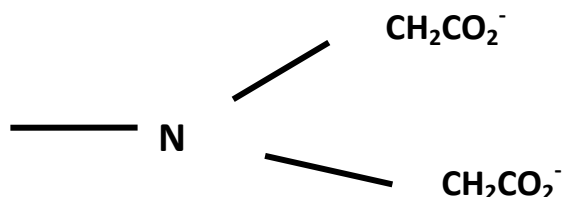


Figura 1. Esquema de los grupos funcionales.

La coordinación del ión metálico es posible a través de dos oxígenos carboxílicos y el nitrógeno imino.

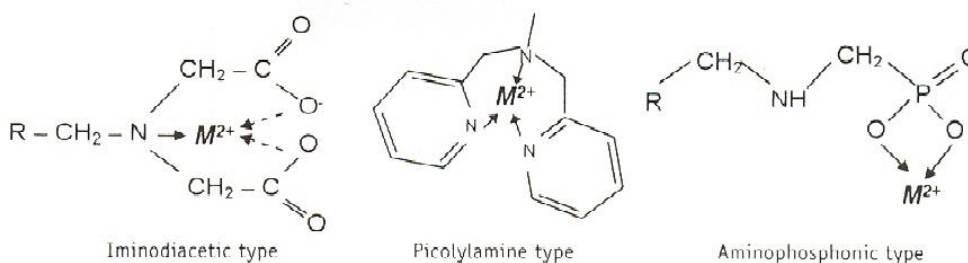


Figura 2. Mecanismo selectivo de la resina quelática

**MATERIALES Y MÉTODOS**

**Muestra Tecnológica de colas de Nicaro.**

La etapa investigativa a escala de laboratorio se inició con la recepción en el CIPIMM de la muestra tecnológica representativa de las

colas amoniacaes almacenadas preparada por el Cliente en Nicaro, provincia Holguín Cuba, con pasaporte Muestra Tecnológica No.CL 58/58,09.12.11 No. 101-11.

Dicha muestra se preparó empleando el esquema correspondiente a los procedimientos

estandarizados para la obtención de la muestra a utilizar en la investigación a escala de laboratorio, para la caracterización química, de fases y mineralógica y la muestra testigo.

El desarrollo de la investigación respondió a los aspectos antes referidos, los cuales han sido desarrollados con la aplicación de técnicas de caracterización modernas y equipos de alta tecnología.

### **Caracterización de las muestras.**

La caracterización de la muestra se realizó mediante Análisis Químico (AQ) y rayos X. Para el tratamiento previo de la muestra se utilizó el procedimiento estándar establecido.

### **Metodología general empleada en la lixiviación.**

Se pesaba una cantidad establecida de cola de Nicaro base seca que oscila 200 a 500g en función del ensayo. Se descargaba en un reactor de acero inoxidable con baffles de 2 L y se le añadía una solución (ácida o amoniacal) según la relación L/S o el % de sólido, en dependencia de las condiciones en que se planificaba el experimento. Posteriormente se puso a agitar en un agitador mecánico hasta cumplimentar el tiempo de residencia establecido. Terminado el tiempo de ensayo se apagaba el agitador y la muestra se filtraba y se lavaba con una relación L/S igual a 3/1 con agua industrial. El licor fuerte y el de lavado se medían y se pesaban. Se tomaba una muestra para su caracterización. El sólido se puso a secar, una vez seco, se pesa y se toma una muestra para su análisis químico.

### **Metodología para el proceso resina en pulpa (RIP).**

#### **Cinética de sorción**

Para determinar la cinética de sorción se procedió a tomar porciones de 2 ml de resina en 5 frascos plásticos de 500 ml de capacidad, añadiéndose a cada uno 100 ml de la pulpa lixiviada y neutralizada hasta pH=4.

Los 5 frascos con las mezclas de resina y pulpa se agitaron en agitador de bandeja, retirándose consecutivamente cada frasco a los 30, 45, 60, 180 y 300 minutos, posteriormente se separó la resina de la pulpa de cada frasco, se lavó con agua para eliminar el sólido embebido y se le determinó el contenido de níquel adsorbido en la misma.

### **Determinación de la isoterma de sorción**

Se tomaron diferentes volúmenes de resina y se pusieron en contacto con volúmenes iguales de pulpas lixiviadas en pomos plásticos de 500 ml agitándose en agitador de bandeja durante 2 horas. Cumplimentado el tiempo de agitación las resinas fueron separadas de las pulpas por medio de una malla ajustada a los pomos que retenía la resina y permitía el paso de la pulpa.

Las pulpas eran filtradas y las resinas lavadas con agua para eliminar la pulpa embebida en las mismas.

Se tomaron 5 ml de resina de cada una de las porciones empleadas y se diluyó con una solución de HCl (1:1)

Los eluatos obtenidos de las resinas se recogían en frascos volumétricos de 100 mL, los cuales se enviaban al laboratorio de análisis para determinar el contenido de níquel y cobalto.

### **Prueba de sorción de níquel y cobalto de la pulpa lixiviada.**

Las pruebas se realizaron con la pulpa preparada en sistema a contracorriente pulpa-resina en 5 etapas. La relación de flujos pulpa-resina era de 40 y el tiempo de contacto en cada etapa de 30 minutos.

El proceso se realizó según esquema.

### **Desorción de metales de la resina saturada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes concentraciones.**

Para la desorción de los metales de la resina saturada se tomaban 27 ml de la resina para disolver con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M y 36 ml de la resina para el caso de la desorción con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1.5M y 2M. Se colocaba el volumen tomado de la misma en una columna de 2,2 cm de diámetro; pasando la solución eluyente por medio de una bomba peristáltica con flujo de 2,0 volúmenes de solución por volumen de resina por hora (Vs/Vr \* h), determinándose en las diferentes porciones de los eluatos el contenido de metal.

**Metodología de separación de fases por sedimentación.**

Procedimiento:

Tomar una probeta de 1 000 ml limpia y seca, ajustar un cintillo milimetrado a la probeta haciendo coincidir el cero de este con la marca de 1 000ml de la probeta. Añadir pulpa homogénea hasta la marca de 1 000ml. Determinar la masa de la probeta con la pulpa

y la densidad inicial de ésta (d<sub>ip</sub> = mp/vp). Colocar la tapa en la probeta y agitar el contenido, volteándola 10 veces seguido. Al finalizar la agitación situar en un fondo plano y poner a funcionar el cronómetro. Anotar la altura H<sub>1</sub> en que se encuentra la cama de sólidos descendentes a intervalos.

**Equipos**

Los equipos empleados en la lixiviación se muestran en la Figura 3.

- Reactor de acero inoxidable con una capacidad de 3L y 5L
- Agitador mecánico con impelente revestido.
- Peachímetro, tipo Consort.
- Plancha de calentamiento.
- Estufa.
- Baño ultrasónico. Oscilaciones de 35 KHZ.
- Plancha de calentamiento.
- Bomba de vacío, kitazato y embudo de porcelana para la filtración.



**Figura 3. Equipos utilizados en las Pruebas.**

**RESULTADOS Y DISCUSIÓN.**

**Composición Química.**

**Muestra representativa (colas)** Como resultado de la caracterización química de la Muestra representativa (colas) procesada en el 2012.

La muestra de cola recibida fue homogenizada y cuarteada para, obtener muestras de pequeño volumen para análisis químico, análisis granulométrico y ensayos de lixiviación.

**Tabla 1. Composición química de la muestra de colas.**

Muestras	Composición Química %									
	Ni	Co	Fe	S <sub>t</sub>	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	SiO <sub>2</sub>	Mn
Colas	0,36	0,078	43,40	0,24	10,29	2,49	4,38	0,33	17,94	0,57

Nota: Los resultados de los análisis de Ni, Co, Fe, S y Cr es el resultado promedio de más de tres análisis.

El contenido de los metales de interés (Ni, Co y Fe) se encuentran en las concentraciones típicas reportadas para las colas de Nícaro.

**Tabla 2. Composición química por fracciones (vía húmeda).**

FRACCIÓN GRANULOMETRICA (mm)	% PESO	Contenido (%)			
		Ni	Co	Fe	Cr
+0,25	2,26	0,39	0,081	35,5	1,1
-0,25+0,125	6,35	0,35	0,071	35,2	2,34
-0,125+0,075	8,44	0,32	0,066	36	3,23
-0,075+0,045	12,76	0,29	0,064	43	2,47
-0,045+0,038	4,02	0,29	0,064	44	1,66
-0,038	66,16	0,28	0,066	44	1,06
TOTAL	100,00				

En el análisis granulométrico por vía humedad se observó que un 83 % en peso de la cola estaba molido a -0.075mm (tabla No.3), lo que se corresponde con el grado de molienda reportado para el mineral de entrada al proceso Carón.

**Resultados experimentales de la lixiviación de las colas.**

**Lixiviación con H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (Acido Sulfuroso).**

Se evaluó el efecto de la aglomeración e intemperización de las colas mediante el proceso de hidratación de la misma, previo al ensayo de lixiviación (Tabla 3).

**Tabla 3. Resultados de la lixiviación con ácido sulfuroso.**

Pruebas	Tiempo (h)	Hidratada*	R (L/S)	Kg H <sub>2</sub> SO <sub>3</sub> /t de cola	Contracción (%)	Extracción Me %		
						Ni	Co	Fe
1	1	No	5/1	290	79,00	49,5	62,5	16,3
2	1	No	5/1	260	79,94	44,5	61,1	17,5
3	1	No	5/1	230	82,00	45,3	57,9	14,8
4	1	Hidratada	5/1	224	82,14	32,2	55,8	12,1
5	1	Hidratada	5/1	221	83,94	37,0	52,6	15,3

\* Mineral que se mezcla con agua y se mantiene más de 72 h en contacto previo a la lixiviación.

Según podemos apreciar, en condiciones similares de concentración de ácido el efecto de hidratar la muestra antes de ser sometida a la lixiviación, no reportó un efecto significativo en el nivel de extracción de los metales.

En los datos de la Tabla 3, se observa que para los niveles más altos de consumo de ácidos H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> (hasta 290 kg /t de cola), se lograron las mayores recuperaciones de Ni= 49, 5%, Co=62,5 %, con una disolución de Fe de 14,7 %.

El proceso de hidratación (desagregación de los aglomerados) no reportó mejoras en la disolución de Ni y Co.

**Lixiviación con ácido sulfúrico.**

Analizando los resultados obtenidos hasta el momento de las pruebas de lixiviación ácida en las condiciones estudiadas, podemos decir que para lograr altos índices de extracción de los metales de interés, implica un alto consumo de ácido y a la vez ello representa una alta disolución del Fe, que harían el proceso demasiado costoso. Por tal motivo se decide trabajar con un consumo de ácidos en una magnitud inferior a 200 kg/t de colas. El proceso se enfocó a alcanzar niveles de extracciones de los metales Ni y Co entre 40-60 %, buscando disminuir la extracción de hierro.

Tomando como referencia trabajos anteriores (Cabrera, Alonso, Martínez y otros, 2012) se seleccionó 180 kg/t para optimizar el tiempo de lixiviación (Tabla 4).

**Tabla 4. Resultados de la variación del tiempo.**

Pruebas	Tiemp. (min)	Temp (°C)	% de sólido	Consumo Kg de ácida/t de cola	Conversión (%)	Extracción Me , %			
						Ni	Co	Cr	Fe
1	60	25	37	180	82,16	45,7	61,3	1	15,1
2	90	25	37	180	82,0	44,7	63,2	0,5	15
3	120	25	37	180	82,23	42,9	58,9	0,6	14,7
4	180	25	37	180	82,66	44,9	59,7	0,5	14,5

La lixiviación con ácido sulfúrico a diferentes tiempos reportaron índices de extracción de hasta 45 % de Ni , 60 % de Co y 15 % de Fe , con un aumento del tiempo de 60 a 90 min,

hubo un ligero incremento en la extracción del Co, no así para el Ni, que tiende a disminuir en menor grado. (Tabla 1 y Fig.4).

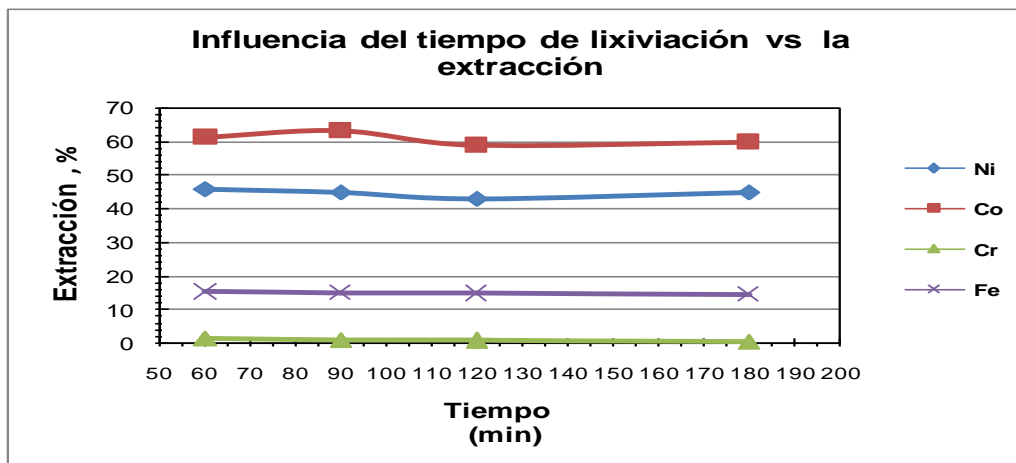


Figura 4. Influencia del tiempo de lixiviación en el porcentaje de extracción de Ni y Co.

**Estudio de la influencia del % de sólido en la lixiviación.**

Se realizaron varios ensayos variando el % de sólido. Los resultados demostraron que un aumento del % de sólido a 40-46 % favoreció

el incremento de la extracción de los metales, sobre todo para el Co (Tabla 5 y Fig. 5). Los resultados muestran que la variación del % de sólido no tiene incidencia significativa en la extracción de Hierro.

Tabla 5. Influencia del % de sólido

Pruebas	Tiemp. (min)	Temp. (°C)	% de sólido	Consumo Kg de ácido/t de cola	Conversión (%)	Extracción Me , %				
						Ni	Co	Cr	Fe	Mg
5	90	25	46	180	82,2	45,2	68,3	0,9	14,8	
6*	90	25	40	180	82,85	43,7	64,9	0,4	14,3	65,9
7	90	25	37	180	82,00	44,8	63,2	0,5	15,0	
8	90	25	29	180	82,56	44,5	61,9	1,1	14,6	

\*Prueba a nivel de banco, (escala ampliada)

En los resultados obtenidos lixiviando con 180 kg/ ácido / t de cola permitieron alcanzar extracciones de 43-45 % de Ni; y 65-68 % de Co y 12-15 % Fe. Se recomienda como

parámetros para el proceso de lixiviación los siguientes:

Temperatura ----- 25 a 30 °C

Tiempo ----- 90 min.  
 Consumo de ácido----- 180 kg/t de cola.  
 % de conversión ----- 83,0.  
 % de sólido----- 40-46

Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente y se comprobó la homogeneidad de la mezcla resina en la pulpa de 38 % de sólidos, debido a la baja viscosidad de la misma.

Estudio del proceso (RIP) de resina en pulpa para la extracción de níquel y cobalto.

Como se puede apreciar en la Fig. 5, la cinética de sorción realizada, después de 150 minutos, aproximadamente, el sistema ha alcanzado la estabilidad, es decir, ya se ha establecido un equilibrio de los metales en ambas fases: licor y resina.

La pulpa lixiviada de las colas se sometió al proceso de resina en pulpa (REP) con el empleo de la resina iminodiacética Lewatit TP 207.

CINETICA DE SORCION DEL Ni

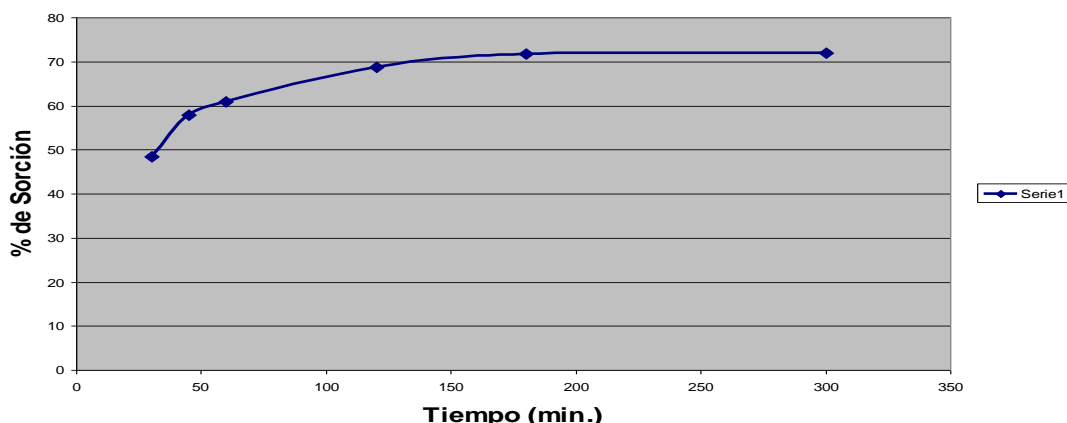


Figura 5. Cinética de desorción

**Determinación de la isoterma de sorción**

En la Fig. 6 se expone la isoterma de sorción obtenida en las condiciones dadas con la resina Lewatit TP-207. Se puede observar que asumiendo un 70% del empleo de la

capacidad de trabajo de dicha resina y un mínimo de concentración de níquel en la pulpa agotada (0,21 g/L) se obtiene la línea de trabajo AB, de ahí que el número de etapas teóricas sean 5.

### ISOTERMA DE SORCION DEL NIQUEL

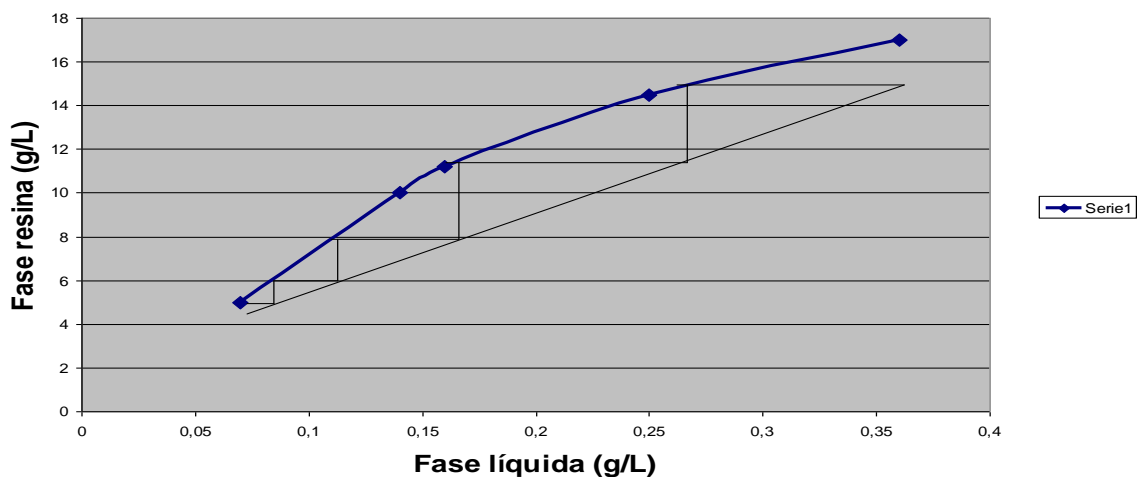


Figura 6. Isotherma de adsorción 5 etapas.

**Pruebas semi-continuas de resina en pulpa.**

La pulpa con una densidad igual a 1,73 y 38 % de sólidos se aireó en un reactor durante 5

horas con flujo de aire de 1,4-1,6 L/minuto. Se le adicionó una suspensión de Mg (OH)<sub>2</sub> al 37 %.

Tabla 6. Contenido de metales en las fases líquida y sólida de la pulpa de contacto aireada, empleada en el proceso de sorción.

	CONTENIDO DE METALES			
	Ni	Co	Mg	Fe
<b>PULPA DE CONTACTO AIREADA</b>				
Fase líquida (g/L)	0,87	0,28	26,69	0,96
Fase sólida (%)	0,23	0,03	1,97	45,72

Los resultados de la neutralización del licor a pH=4 de forma aireada permitió precipitar un 97,4 % del Fe, coprecipitando 10% del Ni y Co en solución.

Como resultado de la oxidación y Neutralización de la pulpa, la precipitación del Fe (OH)<sub>3</sub> incrementó el peso de la cola, produciendo una disminución aparente del contenido Ni y Co

La extracción de Ni y Co en la prueba de sorción realizada con el empleo del proceso de resina en pulpa (RIP). Las pruebas se realizaron en 5 etapas (calculadas teóricamente), pero después de analizar los datos en la práctica se ajusta línea de operación para incrementar la eficiencia, dando como resultado la necesidad de utilizar 7 etapas Fig. 7.

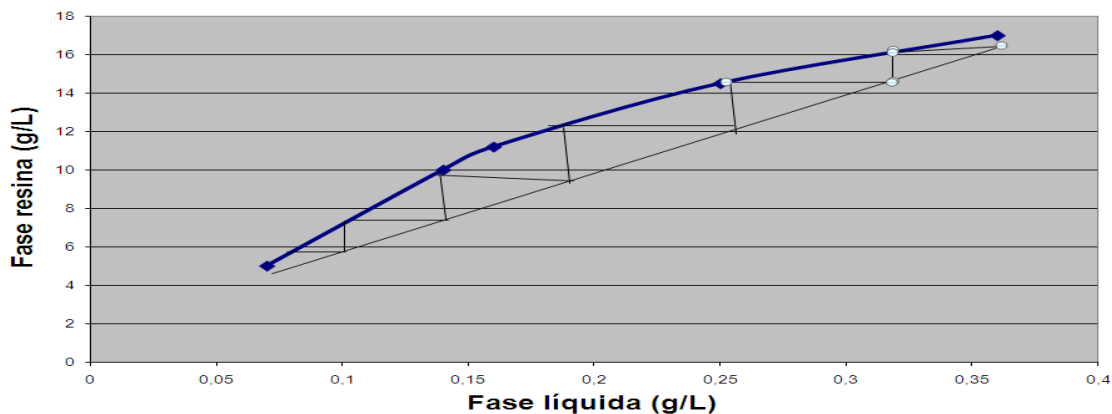


Figura 7 Isotherma de adsorción con 7 etapas.

En la Fig. 8, se muestran las concentraciones de níquel y cobalto en el proceso de sorción.

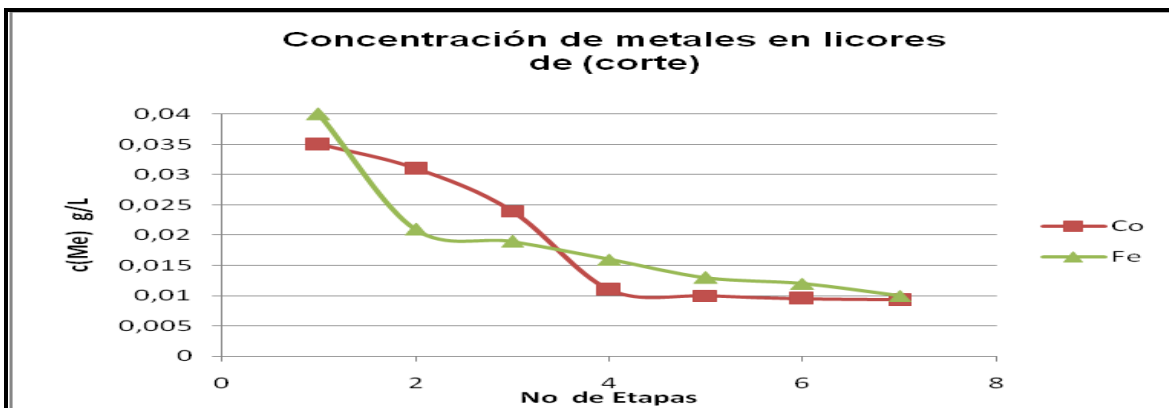
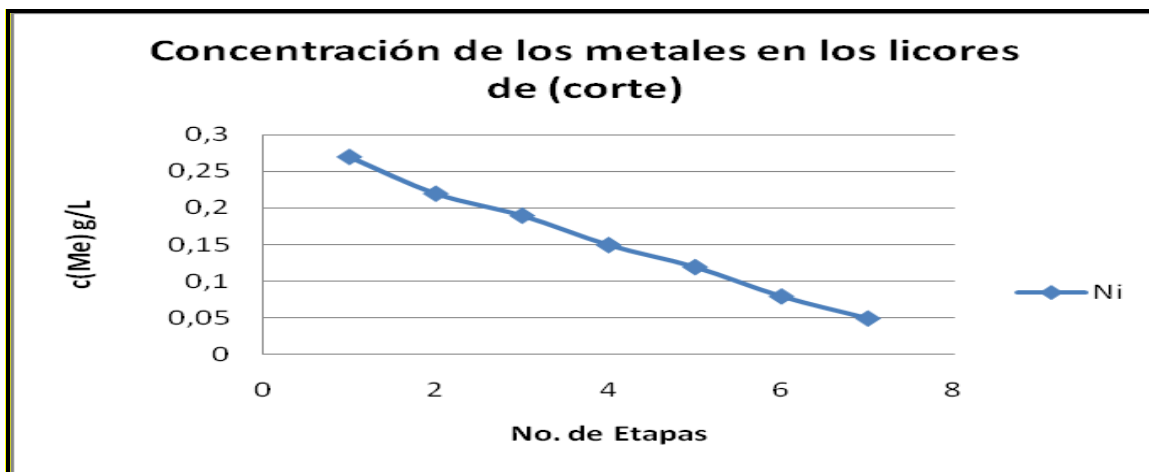


Figura 8. Concentración de metales en el licor.

Como se muestra en la Fig. 8 a medida que va aumentando el número de etapas aumenta la concentración de Ni. Además se puede

apreciar que esta resina es más selectiva para el Ni que para los otros metales

En la Tabla 7 se reflejan los resultados de la composición de los sólidos agotados en cada etapa.

**Tabla 7. Resultados de la composición de los sólidos agotados**

	CONTENIDO DE METALES		
	Ni	Co	Fe
Fase sólida RIP, colas. 5 Etapa. Cola agotada	0,21	0,029	45,7
Fase sólida RIP, colas 7 Etapas. Cola agotada	0,197	0,024	45,7

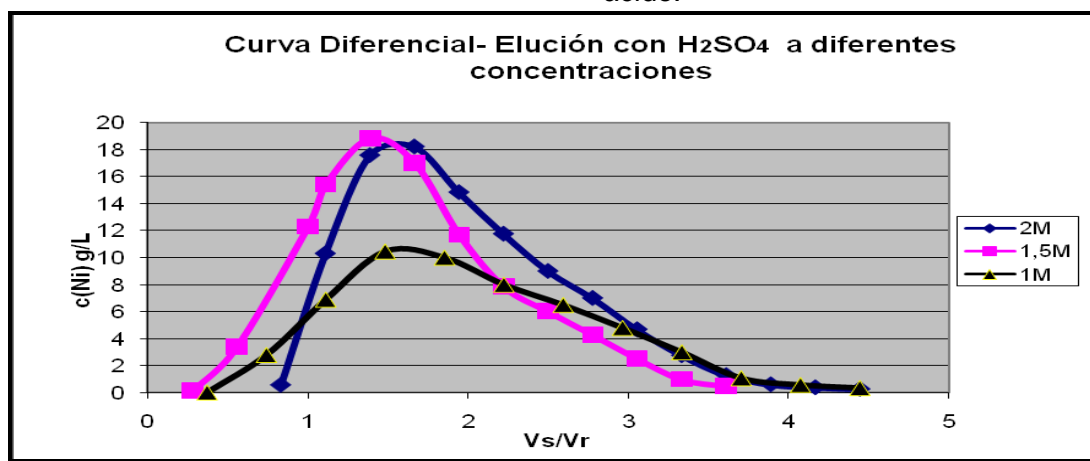
Nota: \*Estimado por la Figura 9.

Durante el proceso de adsorción se logró una alta eficiencia, en 5 etapas fue 86% Ni y 96,9 % Co, al hacer el recalcu con la nueva línea de operación establecida en el laboratorio, se estimó que se requiere 7 etapas, en estas condiciones, se aumenta la eficiencia hasta 97,5%Ni y 98% Co.

La desorción de los metales se realizó con soluciones de ácido sulfúrico 1.0M, 1.5M y 2M.

**Desorción de metales de la resina saturada con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes concentraciones.**

Como se muestra en la Fig. 9 se alcanza una concentración de Ni (19 g/L) cuando se eluye con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,5M, aunque con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2M se obtiene un resultado similar (18 g/L). En el caso de la desorción con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M la concentración de Ni (11 g/L) es baja en comparación con las otras concentraciones de ácido.



**Figura 9. Curva diferencial. Elución con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes concentraciones.**

En la Fig. 9 se observa la curva acumulativa de la desorción con las diferentes concentraciones de ácido. La desorción completa de Ni se logra al pasar 4.45, 3.6 y

3.9 volúmenes de ácido 1.0M, 1.5M y 2M por volumen de resina, respectivamente.

En el laboratorio se obtuvo un eluato (tomando el eluato en los valores altos de la curva de elución, que representa un 25% del volumen total de eluato), producto con la siguiente concentración de metales: Ni (g/L): 19,0 Co(g/L): 3,6 Fe: 0.9 Mg(g/L): 1.5. Al recircular el 75% del eluato conteniendo Ni, Co y otros

metales, en operación continua se espera que el eluato industrial tenga el siguiente contenido de metales: Ni=36,4 g/l; Co=11,29g/L; Fe=8,61g/l; Mg=2,87g/L

La eficiencia metalúrgica de la planta de lixiviación hasta la obtención del producto comercial total: 44,7 Ni y 66,6 % de Co.

**Tabla 8. Eficiencia metalúrgica para la extracción de los metales con una pulpa 40 % sólido.**

Procesos	Eficiencia ( % )	
	Ni	Co
-Lixiviación/cola	43,7	64,9
-Extracción total salida RIP/cola		
(5 etapas)	44,8	64,8
(7etapas)	48,2	70,5
-Adsorción		
(5 etapas)	87,9	96,5
(7etapas)	95,5	97,4
-Desorción	98,0	98,0
-Precipitación con H <sub>2</sub> S	99,0	99,0
-Eficiencia metalúrgica Total.		
(5 etapas)	38,2	60,7
(7etapas)	44,7	66,6

La eficiencia final aumenta con el proceso de resina en pulpa ya que se re-extrajo él Ni y Co coprecipitado y/o adsorbido en el sólido.

**Obtención de un concentrado de Fe.**

Para la obtención de un concentrado de Fe, se realizó un estudio a escala de laboratorio en un separador magnético denominado "Tubo Davies" de baja intensidad o campo magnético

se realizaron pruebas donde se varió la intensidad de la corriente entre 2 -5A y el tiempo de retención entre 5-10 min. A todas las pruebas se le hicieron 2 limpiezas, al concentrado magnético básico y un control a la cola, los productos medios se recircularon al sistema.

Influencia del tiempo de retención (5-10min) con 2 A de intensidad de corriente.

**Tabla 9. Balance metalúrgico con 2 A y 5 min.**

	% en Peso	Ley de Fe %	Recuperación. de Fe %
Conc. Magnético	49,55	52,65	57,60
Cola	50,45	38,07	42,40
Cabeza	100.00	45,70	100.00

**Tabla No. 10. Balance metalúrgico con 2 A y 10 min de tiempo de retención.**

	% en Peso	Ley de Fe %	Recuperación de Fe %
Conc. Magnético	50,15	52,40	58,40
Cola	49,85	37,55	41,60
Cabeza	100.00	45,00	100.00

Como se observa aumentando el tiempo de retención a 10 min no hay mejoras significativas ni en la ley de Fe ni en la recuperación, por lo que se verá más adelante, solo la influencia del amperaje manteniendo un tiempo de retención de 5 minutos.

Influencia de la intensidad de corriente (2-5 A) trabajando con un tiempo de retención de 5 min.

**Tabla 11. Balance metalúrgico con las 2 alternativas ensayadas de 2 A y 5 A de intensidad de corriente.**

	2 A – t= 5 min			5 A – t= 5min		
	% en Peso	Ley de Fe (%)	Rec. de Fe (%)	% en Peso	Ley de Fe (%)	Rec. de Fe (%)
Conc. Magnético	50,01	52,80	59,20	54,00	53,40	63,66
Cola	49,30	37,41	40,80	45,85	35,96	36,43
Cabeza	100,00	45,12	100,00	100,00	45,30	100,00

Con un aumento en el amperaje (Tabla No.20) hay un incremento en la recuperación del Fe de un 5% y en menor grado la ley en un 0,6 %.

Con el objetivo de confirmar los resultados de laboratorio, se realizaron pruebas a escala de banco en un separador magnético fijo del tipo

Tambor de flujo continuo. Los resultados se muestran en la Tabla 5. Los resultados corroboraron los resultados obtenidos a escala de laboratorio de laboratorio, observándose que la cola lixiviada responde satisfactoriamente al beneficio y obtención del concentrado de hierro

**Tabla 12. Balance metalúrgico.**

	% en Peso	Composición (%)		Rec. de Fe (%)
		Fe	Cr	
Conc. Magnético	<b>49,60</b>	<b>53,30</b>	<b>1,32</b>	<b>58,60</b>
Cola	50,40	37,06	2,06	41,40
Cabeza	100,00	45,12	1,69	100,00

De los resultados reportados (Tabla 5), se obtienen 53,30% de Fe en la ley y 58,60 % de recuperación del Fe. El comportamiento del valor de la ley de Fe es muy similar a los reportados a nivel de Laboratorio (5 A –t = 5min) con una ligera disminución del 5 % en la recuperación.

Se establece que fue factible obtener un concentrado con 53 % Fe y una recuperación de hierro de 58,6 %. El concentrado obtenido en el laboratorio y escala ampliada presentan características similares a los producidos a

partir de las colas almacenadas, reportados por otros investigadores

**CONCLUSIONES**

1. La tecnología de lixiviación ácida de las colas almacenadas reportó resultados satisfactorios, que la hacen perspectivas para recuperar los metales Ni y Co
2. En el proceso de lixiviación con H<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> se lograron de forma sostenida altas extracciones de Ni, Co y Fe. La recuperación de Ni, Co y Fe fueron 44 a

50%, 60 a 62.5% y 14 a 17.5% respectivamente para un alto consumo de agente lixiviante (260 a 290kg/t). La disminución del consumo de  $H_2SO_3$  por debajo de 185kg/t, disminuyó la extracción a 40 % de Ni y 53% Co. En algunos ensayos la extracción fue aún más.

3. La lixiviación a alta temperatura, usando como agente lixiviante  $H_2SO_4$  no reportó resultados satisfactorios (extracción de Ni-30% y Co36%), estando muy alejados de los índices publicados por otros investigadores.
4. El uso de  $H_2SO_4$  como agente lixiviante fue efectivo para un consumo de ácido 180Kg/t reportando una extracción de 44,7 % Ni y 63,2% Co, para una pulpa lixiviada con 40 % de sólido y de 45,2% Ni y 68,3% Co para una pulpa lixiviada con 46% de sólido. El tiempo de lixiviación fue de 90 minutos.
5. El uso de un agente reductor o del tratamiento de pulpa con ultrasonido no reportó resultados satisfactorios.
6. El proceso (RIP) re-extrajo el Ni y Co coprecipitado y/o adsorbido en el sólido reportando una eficiencia de adsorción Ni 95,5% y Co 97,4%, una eficiencia de elución de 98% Ni y 98%Co operando con 7 etapas de contacto, logrando producir una solución concentrada de níquel y cobalto.
7. El proceso de resina en pulpa re-extrajo el Ni y Co coprecipitado y/o adsorbido en el sólido y permitió producir una solución concentrada de níquel y cobalto.
8. La eficiencia metalúrgica esperada hasta la producción de los metales Ni y Co en forma de sulfuro fue: 44,7 % Ni y 66,6% Co.
9. Durante el proceso de neutralización de la pulpa, previo al proceso RIP, se oxidó y precipitó el 97,4 % de hierro.
10. Las colas finales o residuos estériles de lixiviación constituyen una materia prima adecuada para la producción de concentrado de hierro por separación magnética.
11. Las colas o residuos estériles de lixiviación constituyen una materia prima adecuada para la producción de concentrado de

hierro por separación magnética. A partir de dichas colas finales se obtuvo un concentrado con un contenido de hierro 53,3% y un % en peso de 49,6% con una recuperación de 58,6 %

## RECOMENDACIONES

Se recomienda pasar a la etapa siguiente de pilotaje del esquema completo.

## BIBLIOGRAFÍA

- AshrafM.Amer. 1998. Processing of low grade egyptian manganese ore. *Fizykochemiczne Problemy Mineralurgii* .32 (1998) ,195-2012.
- Alfonso. E, Bugallo, MF.2009. Recuperación de Ni y Co de minerales serpentínicos con el empleo de resina en pulpa. CIPIMM.
- Aja Muñiz, R. Castellano, J., Herrera, V. Velázquez, Martha Alfonso E. y otros. 2012. Informe preliminar de la evaluación de los índices principales de la extracción de níquel, cobalto, Hierro y cromo a partir de las colas amoniacales, CIPIMM.
- Aja Muñiz R, Castellano J, Velázquez G. M. 2011. Evaluación de los índices principales de la extracción de níquel, cobalto, Hierro y cromo a partir de las colas amoniacales, CIPIMM.
- Carthy C. Guillermo, Falcón H. José. 1989. Informe sobre el beneficio de las colas de Nicaro. Instituto Superior Minero-Metalúrgico Moa.
- Cabrera, I., Alonso J, Martínez A. y otros. 2012. Caracterización de una muestra tecnológica de residuos sólidos de la Empresa "René Ramos Latour.", CIPIMM.
- Herrera J. Ventura, Velázquez G. Martha. 1990. Tarea Técnica para la planta experimental industrial para la Recuperación de Ni y Co de las colas amoniacales de Nicaro. Informe de Inv. CIPIMM.
- Herrera J. Ventura, Velázquez G. Martha. 1987. Definición del esquema de lixiviación de las colas amoniacales almacenadas. I. Inv. CIPIMM.
- Informe resumen de los trabajos científicos investigativos. Elaboración de la tecnología de la obtención de productos comerciales de los residuales ferríferos tecno génicos.
- Informe soviético sobre tratamiento de las colas níquelífera de la planta Nicaro.
- Montejo, E. y Cabaleiro, Y., 2012. Evaluación económica preliminar, CIPIMM.

Osseo-Asare K. Adsorption losses in ammonia leaching of Cu, Ni and Co from deep-sea manganese nodules. Metallurgy 78. The institution of Mining and Metallurgy. Paper presented at an International Symposium organized by GDMB.

Samalea G, Velázquez G. M. 2008. Procedimiento de recuperación de Níquel y Cobalto de colas amoniacales. Patente Cu 23274 AL.

V.G. Dercach. 1981. Métodos especiales de beneficio de minerales. Editorial Nedra-Moscú-URSS.