



APROVECHAMIENTO DE LA SERPENTINA NIQUELIFERA POR EL PROCESO DE LIXIVIACION ACIDA A PRESION.

Lic. Esteban Alfonso Olmo, Ing. Nayda Hernández Martínez, Dr. José Castellanos Suarez., Ing. Aurora Picayo., Ing. Gustavo Cuervo Samón., Tec. Mirtha Hidalgo, Tec. Roxana Alfonso.

Centro de Investigaciones para la Industria Minero-Metalúrgica (CIPIMM) Varona 12028 km 1.5, Boyeros, e-mail cipimm@ip.minbas.cu.

RESUMEN

El procesamiento de los minerales oxidados de níquel por la tecnología de la lixiviación ácida a presión está condicionado entre otros factores importantes por el contenido de magnesio. Altos contenidos de este elemento en los minerales niquelíferos no permiten económicamente su procesamiento debido al aumento del consumo de ácido sulfúrico.

Se conoce de experiencias anteriores que la estructura mineralógica de la serpentina puede ser transformada mediante el tratamiento térmico dando lugar a distintos silicatos que favorecen la disolución del magnesio con el ácido carbónico y ácidos minerales como el ácido sulfúrico.

Se ha desarrollado un procedimiento como alternativa para el aprovechamiento de las serpentinas niquelíferas que consiste en la activación térmica de los compuestos de magnesio lo que posibilita su disolución y así de este modo disminuir su contenido en el mineral en más de un 38%.

El empleo de la carbonatación a bajas presiones de CO₂ de las pulpas acuosas del material calcinado permite obtener carbonato básico de magnesio de buena calidad por la descomposición térmica del bicarbonato de magnesio disuelto en el agua carbonatada.

Abstract.

High pressure acid leaching of oxidized nickel ores is limited by the magnesium contents.

Material with relative high magnesium contents are economically not procurable due to high sulfuric acid consumption.

Former experiences have demonstrated that serpentine mineralogical structure can be thermally modified forming different silicate compounds which favour the magnesium dissolution in carbonic acid and sulfuric acid.

A new procedure for the nickeliferous serpentine utilization has been studied at laboratory scale, consisting of the thermic activation of the magnesium compounds permitting its dissolution and in consequence lowering the magnesium content in 38% approximately.

A good quality magnesium carbonate can be obtained by thermal decomposition of the magnesium bicarbonate dissolved in water, when low CO₂ pressure carbonation of the calcined ore aqueous pulp is used.

I.- Introducción

El procesamiento de minerales lateríticos por la lixiviación ácida a presión está económicamente limitada a minerales con bajos contenidos de magnesio por lo que grandes reservas de minerales serpentínicos con contenidos mayores de 5 % no son procesables por esta tecnología debido entre otros factores al elevado consumo de ácido sulfúrico.



Desde hace casi tres décadas se comenzaron en nuestro Centro de Investigaciones los estudios para disminuir los contenidos de magnesio de los minerales serpentínicos mediante la lixiviación con agua y dióxido de carbono a presión de los materiales calcinados (1).

La tecnología desarrollada para el aprovechamiento de los minerales serpentínicos en el procesamiento por la vía de la lixiviación ácida a presión a nivel de laboratorio, consiste en la activación de los compuestos del magnesio mediante la calcinación del mineral a temperaturas entre 600 - 750 °C y la extracción del magnesio por la carbonatación de las pulpas acuosas de los calcinados con el gas CO₂ a bajas presiones.(2,3,4)

Con este tratamiento se logra aumentar la concentración de níquel y cobalto en los residuos calcinados y lixiviados con relación a su contenido en el mineral inicial y disminuir el contenido de magnesio en cerca de un 40 %.

El bicarbonato de magnesio contenido en la fase líquida de las pulpas carbonatadas se descompone térmicamente con la formación de carbonato básico de magnesio de pureza aceptable utilizable en la neutralización de licores ácidos.(5,6)

II.- Materiales y Métodos.

Para la realización de los trabajos se utilizaron mezclas de muestras de serpentinas de alto magnesio (AMg) y bajo magnesio (BMg). En la Tabla I se muestra la composición química de las muestras utilizadas y de su mezcla.

La mezcla de serpentina de alto y bajo magnesio se preparó con relación 1:1 de los materiales molidos -1 mm homogeneizándose por el método de cono y anillo.

Tabla I: Composición química (%).

Muestra	Ni	Co	Mg	Fe	Al	Cr	Mn	SiO ₂	Pe (g/cm ³)
Bajo Mg	1.97	0.11	7.88	26.61	2.94	1.69	0.41	20.97	2.90
Alto Mg	1.41	0.031	15.39	13.64	1.22	0.85	0.21	36.00	2.60
mezcla	1.56	0.053	11.38	18.11	1.98	1.06	0.31	26.61	2.71

La distribución del tamaño de partículas de la mezcla (-1 mm) fue la siguiente:

TABLA II: COMPOSICIÓN GRANULOMÉTRICA

Tamaño de partícula (mm)	Peso (%)	Acumulado (%)
-1+0.5	11.8	11.8
-0.5+0.1	23.1	34.9
-0.1+0.074	3.1	38.0
-0.074+0.045	6.2	44.2
-0.045	55.8	100.0

De acuerdo a los resultados obtenidos por difracción de RX y análisis térmico diferencial (2) se procedió a evaluar la reactividad de los compuestos de magnesio contenidos en la muestra



mezclada sometida a la calcinación en un rango de temperatura de 600 a 800 C° zonas donde se reporta la aparición de fases amorfas químicamente activas.

La calcinación se realizó en un horno mufla tubular provisto de registro de temperatura por termopares acoplados en el interior del tubo y de suministro de aire para desalojar la humedad liberada de las muestras.

Las pruebas de la calcinación se realizaron en condiciones dinámicas en un horno de botella provisto de registro de temperatura por termopares acoplados en el interior del tubo y de suministro de aire para desalojar la humedad liberada de las muestras.

La botella giraba a 33 r.p.m. Se varió el tiempo de calcinación entre 0.5 y 1.5 h y se seleccionó la temperatura de 750°C para la serpentina mezcla. Para determinar el tiempo mejor se realizó la prueba de demanda ácida a los calcinados obtenidos.

La reactividad relativa de las muestras calcinadas se evaluaron mediante el método de demanda de ácido el cual consistía en tomar una cantidad de muestra (10.0g) mezclarla con 250 ml. de agua y calentar con agitación hasta mantener la temperatura de 65.0C. Una vez estabilizada la temperatura se añadía solución de H₂SO₄ 3.0 N hasta lograr un valor de Ph final estable de 2.5. La pulpa se filtraba y el residuo era lavado con agua acidulada (Ph=2.0) y porciones de igual volumen de agua caliente. El filtrado y las aguas de lavado se enrasaban a 1.0 litro con agua y los sólidos eran secados a 110C°. Tanto los sólidos como las soluciones eran analizados utilizando espectrofotometría de absorción atómica (E.A.A.) y plasma acoplado inducido (I.C.P.)

Carbonatación de los calcinados.

Las pruebas de optimización de la carbonatación se realizaron mediante un diseño factorial 2⁴⁻¹ con 3 repeticiones en el punto central utilizando la mezcla de serpentina.

Las variables estudiadas y sus rangos fueron los siguientes:

Variable	Máximo	Rango Medio	Mínimo
X ₁ : Tamaño de partícula (% bajo 0.045 mm)	86	73	60
X ₂ : Relación L/S $\left(\frac{\text{Volumen}}{\text{Peso}} \right)$	30	19	8
X ₃ : Presión parcial de CO ₂ (PCO ₂ (atm))	15	10	5
X ₄ : Tiempo (min.)	90	60	30

Se mantuvieron constantes la temperatura de calcinación (680 °C) y el tiempo de calcinación (1 h).

Como respuesta se evaluó la extracción de magnesio en % la cual fue calculada en cada prueba por el factor del Fe según la ecuación:

$$PM \text{ g} - 100 - \frac{\text{Mg cola} \cdot \text{Fe cabeza}}{\text{Fe cola} \cdot \text{Mg cabeza}}$$

donde: Mg cabeza = 13.48 % Ni = 1.71 %



Fe cabeza = 21.61 %

Co = 0.068 %

Precipitación del carbonato básico de magnesio

A partir de un compósito de licor producto de la carbonatación de varios ensayos (10 L) se realizaron las pruebas de precipitación del carbonato básico de magnesio de los mismos.

El contenido inicial de magnesio en el compósito fue de 2.32 g/L.

Se realizó la precipitación de magnesio del licor compósito con respecto al tiempo y la temperatura.

Los experimentos se realizaron con calentamiento indirecto y con suficiente agitación a partir de 1 L de licor. Se hizo muestreo del licor y se compensaba la cantidad de agua evaporada con agua calentada a igual temperatura. Las muestras fueron rápidamente filtradas y el licor filtrado acidulado para evitar la precipitación posterior de los componentes.

III.- RESULTADOS Y DISCUSION

Calcinación de la serpentina.

Para determinar el tiempo mejor se realizó la prueba de demanda ácida a los calcinados obtenidos, los resultados se presentan en la Tabla III

Tabla III. INFLUENCIA DEL TIEMPO DE CALCINACIÓN

PARÁMETROS EVALUADOS	TIEMPO DE CALCINACIÓN (h)		
	0.5	1.0	1.5
Consumo de H ₂ SO ₄ 2.94 N (mL)	24	28	29
PH inicial	9.1	8.6	8.9
Consumo H ₂ SO ₄ (Kg./t)	345.8	403.5	417.9
Peso final (g)	8.0	7.5	7.4

No hubo diferencia significativa entre los parámetros de calcinación a 1 y 1.5 h, en cuanto a la demanda ácida por lo que se tomó como 1 hora el tiempo de calcinación y con ese tiempo se evaluó por demanda ácida la calcinación a diferentes temperaturas, los resultados de estas pruebas y los valores de extracción de magnesio de los calcinados después de carbonatados con condiciones extremas (Relación L/S=40/1, PCO₂= 15 atm, T lix= 90 min) se presentan en la Tabla IV



TABLA IV: INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE CALCINACION

	Temperatura de calcinación (°C)							
	Crudo	500	550	600	650	700	750	800
Consumo de H ₂ SO ₄ 2.94 N (mL)	3.3	3.0	17.5	27	34	29.5	28	4.0
PH inicial	6.65	7.1	8.2	9.3	8.9	9.0	8.6	6.7
Consumo H ₂ SO ₄ (Kg./t)	47.5	43.2	252.2	389.0	489.9	425.0	403.5	57.6
Peso final (g)	8.6	8.8	8.2	8.0	7.7	7.6	7.5	8.7
Extracción de Mg en carbonatación (%)	4.8	12.2	24.4	37.6	41.9	39.8	37.9	13.64

De los resultados de la tabla 6, se corroboró que el rango de temperatura óptimo es 650°C-750°C para esta serpentina y dentro de este rango el mejor resultado se obtuvo a 650°C, donde hubo mayor consumo de ácido en el calcinado y mejor extracción de magnesio en la carbonatación

Carbonatación de la serpentina calcinada.

En la Tabla V se presentan las condiciones y los resultados evaluados en los experimentos del diseño.

Tabla V. CARBONATACIÓN DE LA SERPENTINA CALCINADA

						Resultados Evaluados			
						Sedimentación		Filtración	
No Exp.	Tamaño de partícula (mm) X ₁	Relación L/S X ₂	PCO ₂ (atm) X ₃	Tiempo (min) X ₄	Ext. Mg (%) Y	% Sólido	Velocidad (m/h)	% Sólido	Velocidad (l/m ² /h)
1	60	8	5	30	118	41.25	0.25	59.2	1349.8
2	86	8	5	90	23.4	37.75	0.20	60.8	1379.5
3	60	30	5	90	36.1	35.60	0.54	61.8	1278.1
4	86	30	5	30	28.2	38.20	0.52	57.1	1146.7
5	60	8	15	90	24.4	38.76	0.48	59.8	1051.2
6	86	8	15	30	23.2	37.82	0.21	58.6	1063.1
7	60	30	15	30	34.1	38.0	0.55	58.6	1290.1
8	86	30	15	90	36.5	35.64	0.27	59.4	1194.5
9	73	19	10	60	34.3	39.1	0.46	-	1027.3
11	73	19	10	60	33.1	40.06	0.51	-	1039.2
12	73	19	10	60	34.9	38.9	0.50	-	1098.9

Conforme a los resultados obtenidos en el desarrollo del diseño planificado la relación L/S es la variable de más significación, de tal forma, en la optimización de los parámetros concebimos no estudiar relaciones más altas por problemas de capacidad de equipamiento y bajas concentraciones de Mg disuelto lo que requería de costos más altos en su procesamiento. En la Tabla VI se muestran los resultados de la optimización.



Tabla VI: Pruebas de optimización de la extracción de Mg

No Exp	Tamaño Partícula (mm)	Relación L/S	P _{CO2} atm	Tiempo min	Ext. Mg %
1	60	30	5	30	35.90
2	60	30	7.5	45	36.10
3	60	30	10	60	37.10
4	60	30	10	75	38.00

En todos los ensayos las muestras fueron sedimentadas y filtradas las pulpas espesadas, el contenido promedio de los residuos en base seca fueron de:

Ni = 1.83% Co = 0,065% Mg = 8.14%

Precipitación del carbonato básico de magnesio.

En la Tabla No VII se muestran los resultados de la precipitación del magnesio.

Tabla VII: PRECIPITACION DEL MAGNESIO

Tiempo precipitación (min)	T (°C)	Mg (g/L)	% precipitación Mg
0	25	2.32	0
4.5	56	2.22	4.3
5.0	58	1.48	36.2
7.0	65	1.48	36.2
9.0	72	1.10	52.6
10.0	76	1.02	56.0
11.0	82	0.90	58.0
12.0	85	0.59	74.6
13.0	87	0.59	74.6
15.0	90	0.54	76.7
17.0	95	0.49	78.9
19.0	98.5	0.33	85.8
25.0	98.5	0.02	99.0

Como se ve una vez alcanzados los 98.5°C, sólo se requieren 6 minutos para la precipitación total, por lo que la precipitación es muy rápida.

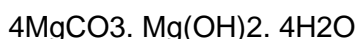


Caracterización del carbonato básico de magnesio.

Con estos objetivos se procedió al análisis químico de una muestra compósito del carbonato básico de magnesio precipitado de los licores de la carbonatación de la serpentina calcinada en base seca.

Elemento	Mg	Ni	Fe	Co	Si	Cr	Mn	Al
(%)	25.19	0.37	0.025	0.023	0.019	0.0098	0.0098	0.0080

De acuerdo al análisis por difracción por RX el producto obtenido presenta la siguiente composición:



IV.- CONCLUSIONES

Los compuestos de magnesio en la serpentina niquelífera son activados térmicamente por calcinación a temperaturas de 600-750 C°.

La máxima extracción de magnesio de los materiales calcinados es de 38.00% por el proceso de carbonatación.

La precipitación del carbonato básico de magnesio se logra por la descomposición térmica del bicarbonato de magnesio disuelto en el agua carbonatada con un contenido de magnesio de 25.19%

Producto de la calcinación y posterior extracción del magnesio se logra aumentar la concentración del níquel en el mineral en mas de un 15% con relación a la concentración inicial.

V.- REFERENCIAS.

1. Granda, O. 1977, Tratamiento de los minerales serpentínicos niquelíferos para disminuir su contenido de magnesio. R.T. 286 CIPIMM.
2. Hernández . N y otros. 1988, Pruebas a escala ampliada de la lixiviación de la magnesita del Yacimiento Redención con ácido carbónico I.T. 88. CIPIMM.
3. Hernández S, J. Castellanos. y otros. 1972, Metalurgia Extractiva de los minerales oxidados del níquel. Instituto Cubano del Libro. La Habana, .
4. Granda O. 1985, Lixiviación con ácido carbónico de los minerales niquelíferos reducidos. Revista Tecnológica, Vol XV, Minería 1, 29-39.
5. Hernández, N. y O. Granda. 1992, Obtención del óxido de magnesio a partir de la magnesita del yacimiento Redención, Revista Tecnológica, Vol XXII, No 2, 51-56.
6. Granda O. 1977. Alternativa para el incremento de la producción de la planta Comandante Pedro Soto Alba (Moa) La Habana. Reporte técnico 276-17p.