

ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL PROCESO INDUSTRIAL “CARON”, EN LA EMPRESA DE NIQUEL, MOA, HOLGUÍN, CUBA

Turro Breff Alberto, *Ingeniería Mecánica*, Instituto Superior Minero Metalúrgico, Moa, Holguín, Cuba
Izquierdo Pupo Raúl, *Ingeniería Mecánica*, Instituto Superior Minero Metalúrgico, Moa, Holguín, Cuba
Garcell Puyans Leonel R., *Ingeniería Química*, Universidad de Oriente, Santiago de Cuba
rizquierdo@isimm.edu.cu

Resumen:

En el presente artículo se exponen resultados de las investigaciones sobre las características reológicas de los desechos lixiviados (colas) del proceso industrial CARON. Los análisis físicos - químicos indican una gran similitud en las composiciones de las muestras tomadas en diferentes periodos, las cuales están constituidas fundamentalmente por altos contenidos de maghemita. El estudio granulométrico demuestra que en las pulpas de las colas predominan volúmenes de partículas finas con tamaños inferiores a los 43 μm . Las características reológicas se determinaron en función de la concentración de sólidos, de la temperatura y del pH. Las curvas de flujo de las colas con concentraciones de 30 y 35 % en peso de sólido exhiben un flujo pseudoplástico; mientras que las de mayores concentraciones pueden ajustarse al modelo reológico de los plásticos Bingham con un coeficiente de correlación medio de 0,99.

Los cambios en la temperatura tienen poco efecto a bajas concentraciones y son más influyentes a las concentraciones más altas debido a su mayor influencia sobre la estructura que forman las partículas sólidas. En cada muestra investigada, los valores máximos de viscosidad y del esfuerzo cortante inicial, a diferentes concentraciones, se obtienen a un $\text{pH} \approx 6.4$; para el cual se observa la mayor estructuración de las colas. A valores de pH menores ó mayores al indicado las viscosidades disminuyen, lográndose una mayor estabilidad de las suspensiones. Estos resultados indican que las colas poseen propiedades superficiales típicas de los sistemas coloidales, debido al alto contenido de partículas finas presentes en las mismas.

Palabras clave: Desechos lixiviados, maghemita, colas de industrias niquelíferas, propiedades reológicas, propiedades coloidales.

Abstract:

In the present article results of the investigations are exposed on the rheological characteristics of the leached remainders (tails) of industrial process CARON. The physical analyses - chemical they indicate a great similarity in the compositions of the samples taken in different periods, which are constituted fundamentally by high contents of maghemita. The grain sized study demonstrates that in the pulp of the tails volumes of fine particles with inferior sizes to the 43 μm predominate.

The rheology characteristics were determined based on the solid concentration, of the temperature and pH. The curves of flow of the tails with concentrations of 30 and 35% in weight of solid exhibit a pseudoplastic flow; whereas those of greater concentrations they can adjust to the reológico model of the Bingham plastics with an average coefficient of correlation of 0,99.

The changes in the temperature have little effect to low concentrations and are more influential to the highest concentrations due to their greater influence on the structure that form solid particles. In each investigated sample, the maximum values of viscosity and the initial sharp effort, to different concentrations, they are obtained to $\text{pH} \approx 6.4$; for which the greater structuring of the tails is observed. To smaller or greater values of pH to indicated viscosities they diminish, being obtained a greater stability of the suspensions. These results indicate that the tails have typical superficial properties of the colloidal systems, due to the high present fine particle content in the same ones.

Key words: Leached remainders, maghemita, tails of nickeliferous industries, reológicas properties, colloidal properties.

1. INTRODUCCIÓN

En todas las industrias químicas tienen lugar la elaboración y transportes de materiales de diferentes naturalezas: polímeros, soluciones

coloidales, suspensiones minerales, etc. Una gran parte de estos materiales exhiben propiedades reológicas no newtonianas. Aplicando los métodos desarrollados en el campo de la reología, es posible comprender y encontrar soluciones a los problemas

fundamentales relacionados con el diseño de equipos e instalaciones para la elaboración y transporte de dichos materiales no newtonianos. Dentro del complejo tecnológico de la industria niquelífera cubana se encuentran las fábricas que llevan a cabo la producción de níquel más cobalto por el proceso carbonato amoniacal (CARON).

En las fábricas niquelíferas, la mayoría de los materiales que se transportan son suspensiones minerales. La caída de presión por unidad de longitud en los conductos, necesaria para mantener en movimiento dichas suspensiones, depende de factores como: diámetro de los tubos, flujo volumétrico del material, propiedades reológicas y superficiales entre otros. Es por ello, que para la modificación de los sistemas de flujo, resulta de gran necesidad conocer tanto las propiedades de flujo de los productos que fluyen a través de éstos, como los efectos que ejercen sobre sus propiedades los factores.

El presente trabajo tiene como objetivo fundamental realizar la caracterización reológica, química y mineralógica de suspensiones de desechos lixiviados (colas), además del estudio de los principales factores que influyen sobre su reología.

2. CONTENIDO

2.1. Materiales y técnicas utilizadas

Se estudiaron 4 muestras industriales tomadas en diferentes periodos con la finalidad de lograr una mayor representatividad de las mismas. Con cada una de ellas se realizaron ensayos reológicos con variación de concentración de sólido en suspensión (desde 30 a 60 % en peso), temperaturas desde los 23 a 90° y pH, de acuerdo a las condiciones del proceso productivo. Para cada concentración y temperatura se realizaron tres réplicas para mayor confiabilidad en los resultados.

Para cambiar los valores de pH durante la determinación de las curvas de flujo, se utilizaron soluciones 0,1 M de HNO₃ y KOH.

Las muestras fueron caracterizadas mineralógicamente por difracción de rayos X en un difractómetro de fabricación alemana del tipo HZG-4, usando radiación C_oK α acoplados a una computadora que utiliza un software Regintel V1.0 para MDOS. El análisis químico fue realizado mediante técnicas de fluorescencia de rayos X y espectroscopia de absorción atómica.

La morfología y distribución de tamaño de las partículas se estudiaron mediante microscopia óptica, microscopia electrónica y análisis de tamizado por vía húmeda (con juego de tamices según la serie Tyler) en el ISMM, Moa, Cuba. Las curvas de flujos (caracterización reológica) se obtuvieron en un reómetro RHEOTEST 2 de cilindros concéntricos. Las mediciones de pH se efectuaron con un PH-metro digital Corning M-140.

3. RESULTADOS

3.1. Composición química y mineralógica

En la Tabla 1 se muestran los datos de la composición química correspondiente a cada muestra de mineral estudiado.

Según los datos de la composición química los elementos predominantes, son el hierro y la sílice con composiciones medias de 47,7% y 12,34% respectivamente. En general, se observa poca variabilidad en las composiciones químicas de las muestras analizadas; sin embargo, como se observa en la tabla 2, los elementos químicos se distribuyen en distintos minerales, por lo que la composición mineralógica difiere en cierta medida en las muestras investigadas, con distintos porcentajes de las fases mineralógicas presentes.

En todas las muestras, la fase mineralógica principal es la maghemita, y las fases secundarias más importantes son la magnesiocromita y el cuarzo. En la figura. 1 se presenta el difractograma correspondiente a la muestra R -1.

Tabla 1. Composición química del residuo lixiviado en la planta de recuperación de amoniaco.

Muestras	Fecha	Composición química %							
		Ni	Co	Fe	Mg	SiO ₂	Al	Cr	Mn
R-1	24-4-2000	0.30	0.081	47.6	4.30	12.45	2.00	3.5	0.75
R-2	21-4-2000	0.28	0.079	47.6	4.30	12.44	2.05	3.27	0.75
R-3	20-4-2000	0.26	0.074	47.8	4.15	11.89	2.05	3.45	0.61
R-4	21-4-2000	0.32	0.077	47.8	4.80	12.15	2.08	3.44	0.99

Según los datos de la composición química los elementos predominantes, son el hierro y la sílice con composiciones medias de 47,7% y 12,34% respectivamente. En general, se observa poca variabilidad en las composiciones químicas de las muestras analizadas; sin embargo, por la tabla 2, puede verse que los elementos químicos se distribuyen en distintos minerales, por lo que la composición mineralógica difiere en cierta medida en las muestras

investigadas, con distintos porcentajes de las fases mineralógicas presentes.

En todas las muestras, la fase mineralógica principal es la maghemita, y las fases secundarias más importante son la magnesiocromita y el cuarzo. A manera de ilustración, en la figura.1 se presenta el difractograma correspondiente a la muestra R-1.

Tabla 2. Composición mineralógica de la fase sólida correspondiente a las muestras de cola estudiadas (% en peso)

Minerales Muestras	Maghemita	Mg. Cromita	Forsterita	Cuarzo	Trevorita
R1	62,65	14,25	13,38	4,84	----
R2	63,0	13,33	13,58	4,86	----
R3	62,0	13,94	----	----	1,13
R4	67,52	----	----	12,51	1,16

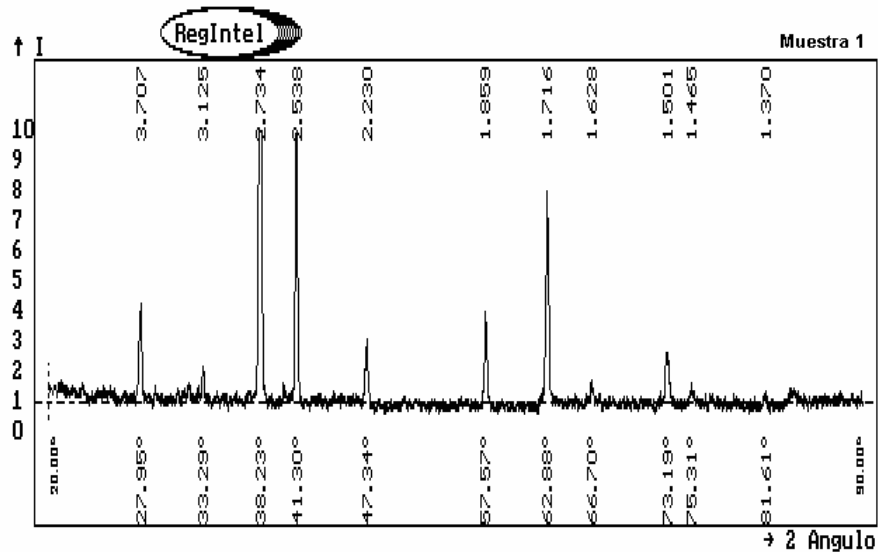


Figura. 1. Difractograma de la muestra R-1.

En la figura los valores más elevados (picos) corresponden a las diferentes fases de las muestras.

3.2. Caracterización granulométrica.

La clasificación granulométrica realizada a las muestras estudiadas (Tabla 3) demuestra que las partículas de tamaño inferior a 43 μm son mayoritarias y constituyen más del 60 % del peso de

la fase sólida en las muestras, como se ilustra en el diagrama de distribución de tamaño (Figura. 2) para la muestra R-1.

Todas las muestras exhiben similar granulometría y constituyen sistemas altamente poli dispersos. La figura. 3, muestra las curvas de distribución de tamaño por cernido y por retenido correspondiente a la muestra 2.

Tabla.3. Resultados del análisis granulométrico de la muestra. R-1.

Clases de tamaños (mm)	Peso (kg)	% en peso	% acumulado
+0.175	0.208	10.4	10.4
-0.175 +0.147	0.052	2.60	13
-0.147 +0.074	0.3	15	28
-0.074 +0.043	0.24	12	40
-0.043 +0	1.2	60	100
Total	2	100	-

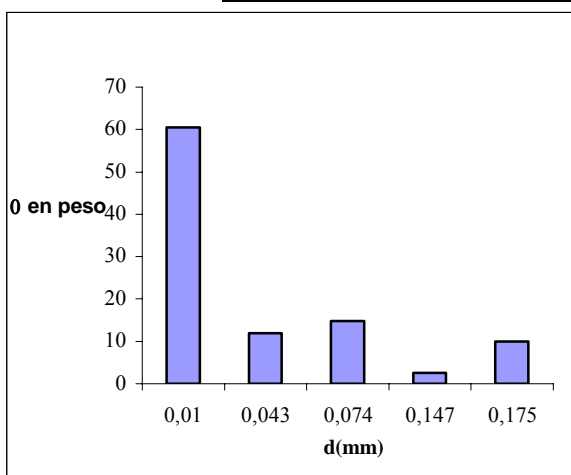


Figura. 2. Característica de tamaño parcial de la muestra R-

1

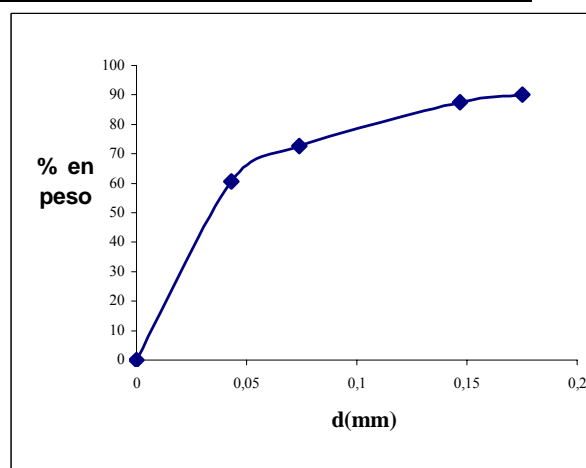


Figura 3. Característica de distribución de tamaño por cernido de la muestra R-2.

3.3. Caracterización reológica de los desechos lixiviados (colas)

Se analizaron 8 muestras con diferentes concentraciones de sólido (desde 30 a 60 % en peso) en un reómetro rotacional Rheostest 2.1 de cilindros concéntricos, donde se obtuvieron los valores de esfuerzo cortante (τ) en función de la velocidad de deformación ($\dot{\gamma}_n$), a diferentes temperaturas (en el rango de 23 a 90° C) y a diferentes pH, de acuerdo a las condiciones del proceso de la industria.

3.3.1. Comportamiento reológico de las pulpas de cola

Efecto de la concentración de sólido.

En las muestras de colas analizadas se pudo comprobar que, para concentraciones de 30 y 35% en peso de sólido, las curvas de flujo obtenidas

exhiben un comportamiento pseudoplástico, mientras que para concentraciones de 40 a 60% en peso de sólido las pulpas adquieren propiedades plásticas, mostrando un comportamiento típico de los plásticos de Bingham. En todos los casos, a medida que aumenta la concentración, la viscosidad se incrementa para un valor fijo de γ .

Para las pulpas que poseen comportamiento pseudoplástico sus datos han sido ajustados al modelo de Oswald de Waele, el cual está caracterizado por los parámetros reológicos: índice de consistencia K e índice de flujo, n . Los valores de K aumentan con el incremento de la fase sólida, mientras que los de n cambian poco con dicho incremento (Tabla 5).

Las pulpas que exhiben un comportamiento plástico se han caracterizado mediante los parámetros reológicos del modelo Bingham: τ_0 (esfuerzo cortante inicial) y μ_p (viscosidad plástica). Ambos parámetros aumentan con el incremento de la concentración de la fase sólida (figura.4 y 5, tabla.5). Comportamientos similares se han obtenidos por Garcell L. R y col. [4] en pulpas de lateritas.

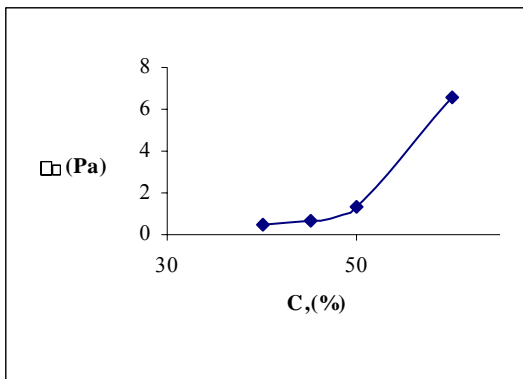


Figura. 4. Efecto de la concentración sobre los valores de τ_0 para la suspensión de la muestra R-1.

Tabla 5. Valores de los parámetros de los modelos reológicos de Oswald de Waele y de Bingham, para la pulpa de la muestra R-1 a la temperatura de 23° C.

Concen- tración de sólido (%)	Parámetros - Reológicos			
	K (Pa.s)	n (adimen)	τ_0 (Pa)	μ_p (Pa.s)
30%	0,092609	0,64	-	-
35%	0,1037132	0,63	-	-
40%	-	-	0,477077	0,020144
45%	-	-	0,5269659	0,022396
50%	-	-	1,1104501	0,035627
60%	-	-	9,146822	0,036244

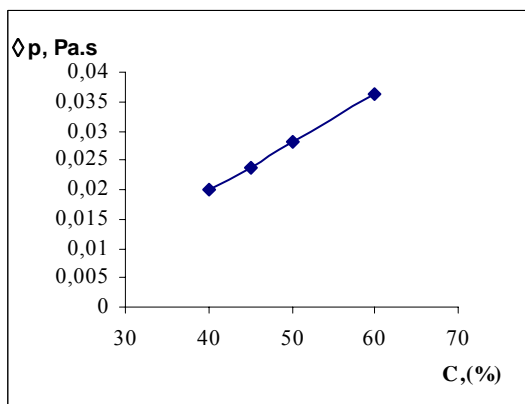


Figura. 5. Efecto de la concentración de sólido sobre la viscosidad plástica de la muestra R-4.
Efecto de la temperatura.

La Figura.7 muestra la influencia de la temperatura sobre las propiedades reológicas de las pulpas de las

colas mediante la correlación gráfica de τ v.s $\mu_0\dot{\gamma}$, que ha sido propuesta por Atsushi y Yoshida [1]. El método propuesto permite comprender el efecto de la temperatura sobre el mecanismo de estructuración de la suspensión, teniendo en cuenta que las fuerzas hidrodinámicas que actúan entre las partículas del medio disperso son proporcionales al producto de la viscosidad del medio dispersante y del gradiente de velocidad, $\mu_0\dot{\gamma}$.

Para las pulpas de cola estudiadas, la viscosidad y los parámetros reológicos disminuyen con el aumento de la temperatura (figura.6a y 6b). Este comportamiento es típico de la mayoría de las dispersiones minerales. Sin embargo el gráfico τ v.s $\mu_0\dot{\gamma}$ (figura.7a y 7b), a diferentes temperaturas y concentraciones, presenta ciertas diferencias. Así, puede observarse, que para las concentraciones de 30 y 35% en peso de sólidos se obtienen curvas únicas para todas las temperaturas, lo cual indica que a esas concentraciones la temperatura sólo afecta a la viscosidad del medio dispersante, pero no a los mecanismos de formación de la estructura. En cambio, para la concentración de 45% no se obtiene una única curva al variar la temperatura, manifestándose con ello que para esta concentración la temperatura influye, no solo sobre el medio dispersante, sino también, sobre la estructura que forman las partículas sólidas, debilitándose las fuerzas de cohesión interpartículas al aumentar la temperatura. Este efecto se observó, también, para todas las concentraciones mayores de 45%, en todas las suspensiones estudiadas.

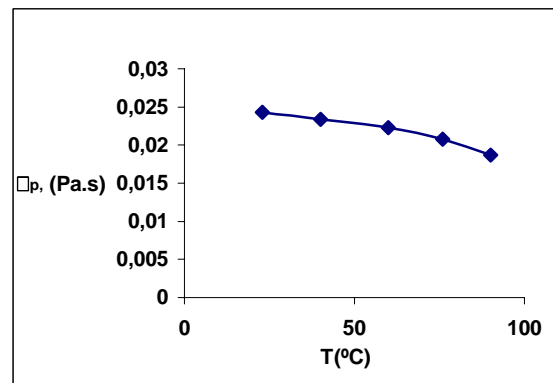


Figura. 6a Comportamiento de la viscosidad plástica con el incremento de la temperatura para una concentración de 45% de sólido en peso para la muestra 3.

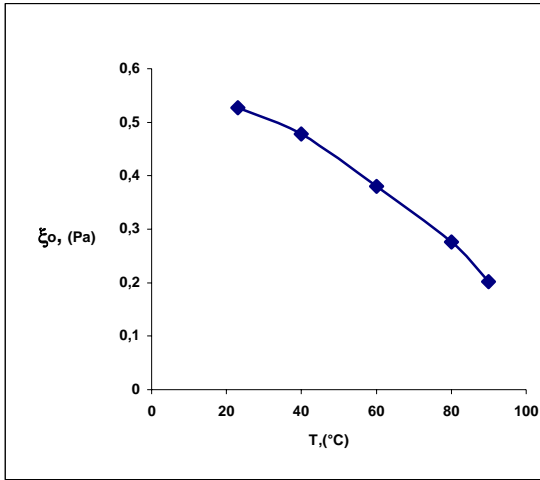


Figura. 6b Comportamiento del esfuerzo cortante inicial con el incremento de la temperatura para una concentración de 45% de sólido en peso para la muestra R-4.

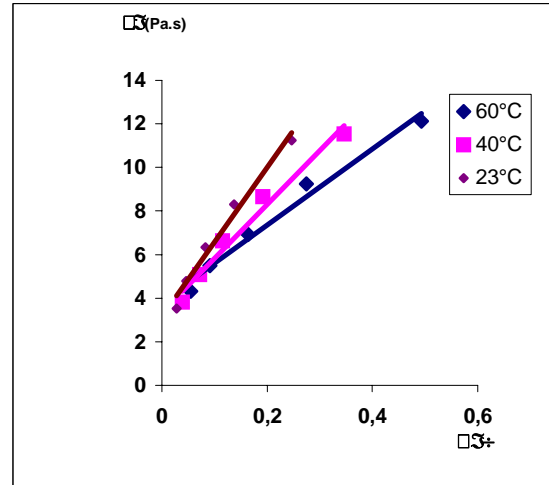


Figura. 7a Curva de τ v.s $\mu_0\gamma$ para las concentraciones de 30 y 35% en peso de sólido a diferentes temperatura para la muestra R-2.

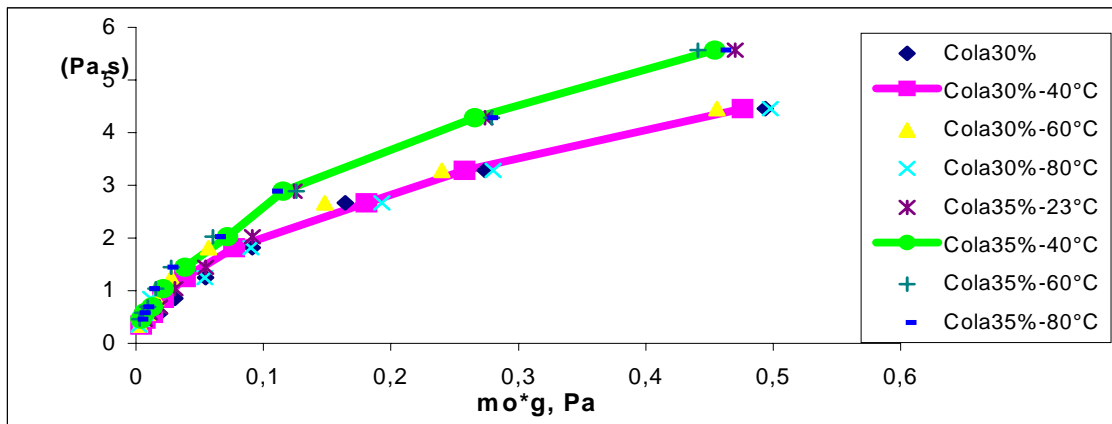


Figura 7b Curva de τ v.s $\mu_0\gamma$ para la concentración de 45% en peso de sólido a diferentes temperaturas para la muestra R-2.

Efecto del pH

El efecto del pH en las pulpas de las colas se muestra en la Figura. 8, donde se observa la variación de la viscosidad con el pH a diferentes concentraciones del sólido y la temperatura de 28 °C, para la muestra R- 2.

Los resultados son similares para las suspensiones de las restantes muestras.

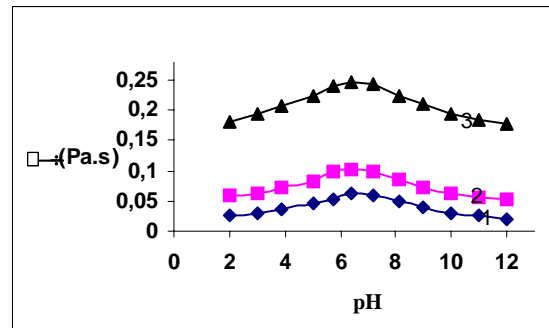


Figura 8a. Viscosidad aparente ($\gamma = 48,6 \text{ s}^{-1}$) para suspensiones de cola que contienen (1 (35%), 2 (45%), 3 (50%) de concentración de sólido en peso en función del pH de la suspensión para la muestra R-2.

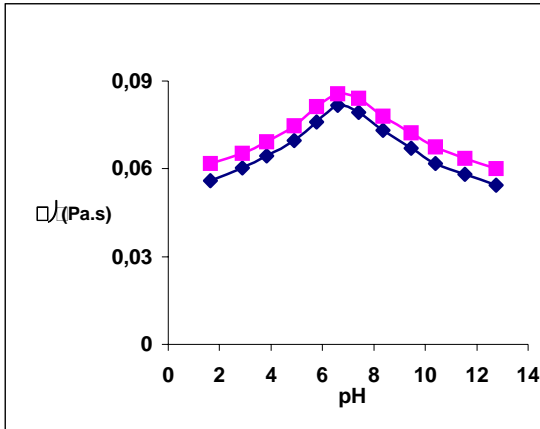


Figura 8b Viscosidad aparente ($\dot{\gamma} = 48,6 \text{ s}^{-1}$) para suspensiones de cola (muestras R-3 y R-4) que contienen (45%) de concentración de sólido en peso en función del pH.

Como se observa en las figuras 8a y 8b, el máximo valor de viscosidad se alcanza en las proximidades de $\text{pH}=6,4$ donde se logra la máxima estructuración de las pulpas. Para valores de pH inferiores o superiores al indicado, las viscosidades son menores. Desafortunadamente, en el presente trabajo no fue posible realizar mediciones electrocinéticas con vistas a establecer el valor del punto isoeléctrico (i.e.p) de las colas estudiadas. Sin embargo, el comportamiento observado de la viscosidad con el pH sugiere que en estas pulpas el punto isoeléctrico también se encuentra muy cercano a 6,4. Esta certeza está basada en los resultados obtenidos por Garcell L. R. y col. [4] con suspensiones acuosas de nanopartículas de maghemita, para las que se determinó un valor del punto isoeléctrico (i.e.p) y del punto de carga cero (p.z.c) de 6,6. Los valores de i.e.p. obtenidos por otros autores con suspensiones de maghemita (6,6 [7] y 6,6 – 7 [8]) respaldan totalmente esta certidumbre.

4. CONCLUSIONES

Las pulpas de muestras de colas estudiadas poseen composiciones químicas y mineralógicas muy parecidas, aunque hayan sido tomadas del proceso industrial en diferentes periodos. Es por ello que dichas muestras poseen características muy similares. En todas las muestras la fase mineralógica principal es la maghemita, con un contenido del orden del 80% en peso del total del sólido. Más del 60% de las partículas poseen tamaños inferiores a $43 \mu\text{m}$. Esta pulpa constituye sistemas polidispersos con distribuciones de tamaño

de partículas muy parecidas, por lo que el tamaño medio de las partículas de cada muestra es de unos $52 \mu\text{m}$. El comportamiento reológico depende realmente de la concentración de sólido, y de las propiedades superficiales dado el alto contenido de partículas finas. A concentraciones de 30% de peso en sólidos el comportamiento es pseudoplástico; mientras que para concentraciones mayores fluyen como plásticos Bingham. Las curvas de flujo y las viscosidades cambian con la temperatura y el pH, se demuestra que la temperatura tiene influencia solamente sobre el medio dispersante para las concentraciones de 30 y 35% de peso en sólidos. Sin embargo, para las concentraciones comprendidas entre 45 – 60% de peso en sólidos, la temperatura, tiene, además, un marcado efecto sobre la estructura que forman las partículas. Los mayores valores de viscosidad, a diferentes concentraciones se alcanzan a un $\text{pH} \approx 6,4$, lo que sugiere que este sea el pH correspondiente al punto isoeléctrico de las colas, lo cual se atribuye al alto contenido de maghemita de estas suspensiones. Los resultados obtenidos a en este trabajo resultan de gran importancia en el proceso de modernización y diseño del sistema de transporte hidráulico actualmente existente.

K _ índice de

$$\text{consistencia} \dots \dots \dots Pa \cdot S^n \left(\frac{lb \cdot S^{n-2}}{pie} \right)$$

n _ índice de flujo (adimensional)

T _ temperatura ($^{\circ}\text{C}$)

d _ diámetro de la partícula..... m (pie)

c _ concentración de la fase sólida %

Simbología griega

τ_0 _ esfuerzo cortante inicial físico del modelo de Bingham Pa ($lbf \cdot pie^2$)

μ_p _ viscosidad plástica $Pa \cdot s$ $\left(\frac{lb}{pie \cdot s} \right)$

μ_0 _ viscosidad dinámica del medio dispersante

(agua)..... $Pa \cdot s$ $\left(\frac{lb}{pie \cdot s} \right)$

$\dot{\gamma}$ _ Velocidad de deformación (gradiente de velocidad) $1/s$

5. BIBLIOGRAFÍA

1. ATSUSHI Tsutsumi y Kunio Yoshida (1987). Effect of Temperature on rheological properties of Suspensions, *J.Non – Newtonian Fluid Mechanics*, p.26 – 175.
2. CERPA A. y Col. (1996). “Rheological Properties of Concentrated Lateritic Suspensions, *Prog. Colloid Polym. Sci*, Vol.100, p. 226.
3. CERPA A. y Col. (1999). Mineral Content and Particle – Size Effect on the Colloidal Properties of Concentrated Lateritic Suspensions, *Clays and Clay Minerals*, Vol. 47, No.2, p. 515.
4. GARCELL L.R. y Col. (1998).: Interfacial and Rheological Characteristics of Maghemite Aqueous Suspensions. *J. Colloid Interface Sci*, p. 205 – 470.
5. PERRY J. H. Col. 1984.: “Chemical Engineers” Handbook, 6^{ta} Ed., McGraw Hill Book. Co., New York.
6. SHI F. N. Napier-Munn T. J. (1996). A model for slurry rheology. *International Journal of Mineral Processing*. Australia, p. 47, 103-123.
7. IWASAKI I., Cooke S.R.B y Kim Y.S. (1962). *Trans. AIME*, p. 113, 223
8. TAYLOR R. M. (1974). Maghemite in soils and its origin II, Maghemite Syntheses at Ambient Temperature and pH7. *Clay Mineral*10, p. 10- 229.