



Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa

Dr. “Antonio Núñez Jiménez”

Facultad de Metalurgia y Electromecánica

Departamento de Metalurgia-Química

**PRE-REDUCCIÓN DE MENAS SAPROLÍTICAS DEL
YACIMIENTO YAMANIGÜEY PARA LA
PRODUCCIÓN DE FERRONÍQUEL EN MOA**

Tesis presentada en opción al título de Master en Metalurgia

Roberto Majendíé Cemitiere

Moa, 2017



Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa

Dr. “Antonio Núñez Jiménez”

Facultad de Metalurgia y Electromecánica

Departamento de Metalurgia-Química

**PRE-REDUCCIÓN DE MENAS SAPROLÍTICAS DEL
YACIMIENTO YAMANIGÜEY PARA LA
PRODUCCIÓN DE FERRONÍQUEL EN MOA**

Tesis presentada en opción al título de Master en Metalurgia

Autor: Ing. Roberto Majendié Cemitiere

Firma:

Tutor:

Prof. Tit., Ing. José Alberto Pons Herrera, Dr C.

Firma:

Moa, 2017

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

Declaro que soy el único autor de la tesis titulada: **“Pre-reducción de menas saprolíticas del yacimiento Yamanigüey para la producción de ferroníquel en Moa”** y autorizo al Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa “Dr. Antonio Núñez Jiménez” a hacer uso del mismo en su beneficio.

Para que así conste, firmo la presente a los ____ días del mes de _____ del año 2017.

Roberto Majendí Cemitiere

Firma del autor

Dr.C José Alberto Pons Herrera

Firma del tutor

AGRADECIMIENT

OS

A mis padres, por la confianza depositada en mí, por el empeño en mi formación profesional, por el solo hecho de contar con sus presencias; por el orgullo de tenerlos y por miles de razones tan importantes como estas.

A mi familia, por su constante preocupación y por todas las muestras de cariño y apoyo.

A mi tutor: José Alberto Pons Herrera por transmitirme sus conocimientos y dedicarme su tiempo cuando lo necesité, quien ha sabido infundirme su constante entusiasmo por el trabajo realizado en esta tesis, al tiempo que ha logrado despertar y mantener mi interés.

Al Laboratorio de Mineralogía y Análisis de Fases del Centro de Investigaciones para la Industria Minero Metalúrgico, por la ayuda prestada. En especial, a mi querida y entrañable amiga Anolan Díaz Fernández.

Al claustro de profesores del Departamento de Metalurgia – Química de la Maestría de Metalurgia del ISMM-Moa por su entrega y dedicación en cada una de las materias impartidas.

A María Caridad Ramírez Pérez por haberme ayudado con la revisión del trabajo manuscrito, por sus consejos y su incondicional apoyo brindado.

También quiero manifestar mi profundo agradecimiento a todas las personas que de alguna manera me alentaron a realizar y concluir este trabajo.

Sin ánimo de herir susceptibilidades a todo el que puso un granito de arena en mi formación. Para Todos, MUCHAS GRACIAS.

DEDICATORIA

A mi familia que ha sabido soportarme y comprenderme en este período de interminables horas frente a la computadora, a mis dos queridas hijas y; en especial, a mis tres adorables nietecitos: Dairon Asiel, José Daniel y Brenda Ester.

Porque a ellos me debo, por ser mi inspiración de vida, mi razón de ser y el gran ejemplo de sacrificio y abnegación.

Roberto

RESUMEN

En el trabajo se evaluó la pre-reducción de variantes de mezclas metalúrgicas para la producción de ferroníquel en Cuba a partir de las menas lateríticas ferruginosas (mezclas de menas limoníticas y saprolíticas). Se conformaron a partir de cinco tipos tecnológicos de menas representativas del yacimiento Yamanigüey (Bloque I) de la región de Moa. La investigación se realizó en un horno tubular rotatorio a escala de laboratorio con el empleo de técnica de diseño de experimentos. Se evaluó el efecto del contenido de reductor (carbón bituminoso) y el tiempo de pre-reducción sobre el grado de reducción del hierro y níquel. Los resultados mostraron una reducción del hierro promedio de 80,3 %, en un rango entre 68,2 y 92,4 %. Un incremento del reductor desde 4 hasta 5 % en peso, produjo en general un decrecimiento del grado de reducción del hierro. La reducción del níquel osciló entre 57,7 y 75,0 %. Se observó el efecto positivo que ejerce el incremento del tiempo de reducción sobre la metalización del níquel. La combinación de técnicas de análisis mineralógico (DRX) y térmicos (TG-DTG y DSC), demostró que las fases principales en las mezclas estudiadas son la serpentina (clinocrisotilo y antigorita). Mientras que los óxidos de hierro, la nontronita, cuarzo y espinela, son de menor concentración.

ABSTRACT

In this paper the pre-reduction variants of metallurgical mixtures of lateritic ores (limonitics and saprolitics) in the region of Moa for ferronickel production was evaluated. They were formed from five technological types of ores representative from the ore body Yamanigüey (Block I). The research was conducted at laboratory scale with the use of experimental design technique. The effect of the reducing content (bituminous coal) and time reduction of the degree of reduction of iron and nickel was evaluated. The results showed an iron reduction higher than 80.3 %, in a range between 68.2 to 92.4 %. An increase in the reducing agent from 4 to 5 % by weight produced generally, a decrease of the degree of iron reduction. The reduction of nickel ranged from 57.7 to 75.0 %. The positive effect that increased time reduction on nickel plating was observed. The combination of mineralogical analysis (XRD) and thermal (TG-DTG and DSC) techniques showed that the main stages in the mixtures studied are serpentine (clinocrysotile and antigorite). While iron oxides, nontronite, quartz and spinel, are less concentrated.

ÍNDICE	Pág.
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.....	8
1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	8
1.1 Depósitos minerales de Níquel.....	8
1.1.1 Yacimiento sulfuroso	9
1.1.2 Yacimiento laterítico niquelífero.....	9
1.1.2.1 Clasificación del perfil laterítico.....	11
1.1.2.2 Características químicas de los minerales lateríticos.....	13
1.1.2.3 Características mineralógicas de los minerales lateríticos	15
1.1.2.4 Características térmicas de los minerales lateríticos.....	17
1.2 Procesamiento metalúrgico de las lateritas	19
1.2.1 Proceso hidrometalúrgico	19
1.2.2 Proceso pirometalúrgico	19
1.2.2.1 Tecnología aplicada para la producción de FeNi	20
1.2.2.2 Características del mecanismo de reducción.....	21
1.2.2.3 Factores que afectan la pre-reducción.....	27
1.3 Tratamiento térmico de las saprolitas de la región de Moa	31
1.4 Conclusiones del Capítulo I.....	34
CAPÍTULO II.....	35
2. MATERIALES Y MÉTODOS	35
2.1 Selección y preparación de las muestras.....	35
2.1.1 Muestreo y conformación de las mezclas metalúrgicas	36
2.2 Reductor	39
2.3 Métodos y equipos utilizados	39
2.3.1 Instalación experimental	39
2.3.1.1 Equipos auxiliares.....	40
2.3.2 Procedimiento experimental	41
2.3.2.1 Cálculos asociados a la experimentación	43
2.4 Métodos químico-físicos y mineralógicos.....	44

2.4.1 Métodos químicos	44
2.4.2 Métodos físicos.....	45
2.4.3 Análisis mineralógico	46
2.5 Diseño experimental	47
2.6 Conclusiones del Capítulo II	49
3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	50
3.1 Mezclas Metalúrgicas	50
3.1.1 Composición granulométrica	50
3.1.2 Composición química	52
3.1.3 Caracterización mineralógica.....	53
3.2 Calcina pre-reducida	57
3.2.1 Composición química	57
3.2.1.1 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre el contenido de carbono fijo.....	58
3.2.1.2 Efecto del contenido de reductor respecto al azufre residual	61
3.2.2 Comportamiento de la pre-reducción	62
3.2.2.1 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre la reductibilidad del Hierro.....	62
3.2.2.2 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre la metalización del Níquel	65
3.2.3 Características físicas de las calcinas pre-reducidas	67
3.2.3.1 Composición granulométrica de las calcinas pre-reducidas	68
3.2.4 Tratamiento estadístico de los resultados obtenidos.....	69
3.2.4.1 Mezcla F	70
3.2.4.2 Mezcla G	71
3.2.4.3 Mezcla H	73
3.3 Conclusiones del Capítulo III	74
CONCLUSIONES	78
RECOMENDACIONES	79
BIBLIOGRAFÍA	81
ANEXOS	91

INTRODUCCIÓN

Los depósitos lateríticos ferruginosos son considerados la principal reserva mundial de Níquel y representan actualmente el 60 % de la producción global anual de Ferroníquel¹ (Gleeson y Herrington, 2004; Dalvi, Bacon y Osborne, 2004; Elias, 2013).

Las lateritas ferruginosas se procesan por dos vías fundamentales: i) hidrometalurgia, por tecnologías convencionales como: Lixiviación Carbonato Amoniacal (Caron), Lixiviación Ácida a Presión (HPAL), Lixiviación Atmosférica, entre otras y; ii) pirometalurgia, siendo las tecnologías predominantes la fundición a Ferroníquel o mata de Níquel y la producción de *Nickel Pig Iron*. La ruta de fundición que utiliza la tecnología *Rotary Kiln-Electric Furnace Process* (RKEF) es, sin duda, el proceso más antiguo y ampliamente practicado en el mundo para producir Ferroníquel² a partir del tratamiento de los minerales saprolíticos con alto contenido de Níquel, magnesio y bajo hierro (Kyle, 2010).

Las menas saprolíticas, serpentinas o garnieritas, constituyen la fuente fundamental de materias primas para la producción de Ferroníquel en el mundo (Elias, 2013); sin embargo, en Cuba, su utilización con este fin no ha sido aprovechada hasta el momento.

Las saprolitas forman parte mayoritaria de las rocas y minerales que conforman el complejo ofiolítico Mayarí – Baracoa. Su procesamiento industrial se ha limitado en el caso de Cuba. Los yacimientos lateríticos cubanos se han

¹ Se incluye la producción de NPI, fundamentalmente de la República Popular China, donde se registran más de 20 productores.

² Diecinueve plantas comerciales las aplican o las han aplicado en algún momento (Stober *et al.*, 2008; Kyle, 2010).

explotados por más de seis décadas por la tecnología Caron para obtener productos de Níquel + cobalto y, a partir de 1961, por la tecnología HPAL. Hoy se proyecta la construcción de una tercera planta metalúrgica en la región de Moa para procesar las menas saprolíticas —subyacentes a los horizontes limoníticos “destapados”— por la vía pirometalúrgica mediante la tecnología RKEF.

La explotación por más de 50 años del perfil limonítico de los yacimientos lateríticos por la planta Moa *Nickel* S.A. “Pedro Sotto Alba”, ha provocado la acumulación de volúmenes considerables de menas saprolíticas. Kotzé y Lagendijk (1998, p. 2) afirman que anualmente estas reservas son incrementadas alrededor de 850 000 t/a por el concepto de extracción de la capa limonítica. Como resultado de esa explotación, se estima que permanezcan en los yacimientos un espesor promedio entre 6 a 8 m de menas saprolíticas con alto contenido en Níquel ($\geq 1,4$ %), que no pueden ser procesadas por la tecnología HPAL por los altos contenidos de magnesio, constituyendo un mineral de excelente calidad para un proceso pirometalúrgico (Pons, 2005).

Según datos reportados por Castellano (1978), existe disponibilidad de reserva de minerales saprolíticos en la región de Moa por más de 7,5 Mt con contenido de Níquel entre 1,8 a 1,9 %, lo que garantiza una producción de Ferroníquel (en lo adelante, FeNi) por más de 25 años de explotación a partir de esos recursos minerales.

Ahora bien, las principales desventajas de la tecnología RKEF recaen en el alto índice de consumo energético, muy sensible al incremento de los costos de la energía eléctrica (Mudd, 2009), además, requiere en general de una buena preparación de la mezcla metalúrgica, ya que la producción de FeNi exige de una rigurosa estabilidad en las características físico-químicas de las menas de alimentación a la planta, que garanticen el funcionamiento inalterable de los

principales procesos pirometalúrgicos: calcinación y fundición en hornos eléctricos (Pons, Golubova, Majendié y Ramírez, 2013).

Industrialmente, el proceso de FeNi se aplica desde hace más de 100 años en Doniambo, Nueva Caledonia, a partir de menas garnieríticas. Al principio, se llevaba a cabo totalmente en hornos de arco eléctrico (en lo adelante, HAE), con altos consumos de energía eléctrica por toneladas de mineral procesado, lo que no limitaba la producción en Nueva Caledonia, donde se conjugaban menas con alta ley (2,5 a 4,0 % de Ni) y generación de energía eléctrica a bajo costo (Svånå y Ysteb, [s.f]; Dor y Skretting, 1979; Bergman, 2003; Dalvi *et al.*, 2004; Warner *et al.*, 2006).

Por consiguiente, para abaratar los costos en la mayoría de las plantas productoras de Níquel, fue necesario reducir el consumo de energía eléctrica. Para ello, se introdujeron mejoras en el proceso, como fue, la combinación de la calcinación y pre-reducción en hornos rotatorios horizontales con el fin de disminuir las reacciones endotérmicas en el HAE. Por tanto, la base de producción económica del FeNi se fundamentó en alimentar al HAE una calcina lo más caliente posible, con una gran proporción del hierro en su forma bivalente o metálica y la máxima metalización del Níquel (Hallett, 1997).

Incrementando el grado de homogeneización de las mezclas metalúrgicas y la cantidad y calidad del reductor, se logró enviar una calcina pre-reducida caliente al HAE que permitió obtener una mayor estabilidad operacional. Esto en la práctica, provocó la disminución de los índices de consumo de energía eléctrica alrededor de 200 kW/h por tonelada métrica de mineral procesado (Castellano, 1978; Hallett, 1997; Li, 1999; Bunjaku, Holappa y Kekkonen, 2009; Gashi *et al.*, 2011; Bunjaku, 2013; Pournaderi, Keskinilic, Geveci y Topkaya, 2014a).

En otras palabras, la pre-reducción³ se ha convertido en una etapa de vital importancia en la industria del FeNi. Asimismo, el estado cubano realiza esfuerzos por diversificar e incrementar la producción de Níquel y cobalto; este empeño implica procesar mayores volúmenes de saprolitas por vía pirometalúrgica, en un país de escasos recursos energéticos; por tanto, se requerirá de perfeccionar la tecnología con el propósito de disminuir los costos de producción e incrementar la eficiencia energética del proceso.

Los estudios geológicos de los minerales cubanos portadores de Níquel y cobalto han estado vinculados a todo el perfil vertical y horizontal de los yacimientos lateríticos. Sin embargo, el aprovechamiento de estos recursos se ha limitado básicamente a la zona limonita o de transición, debido en lo fundamental, al diseño tecnológico de las plantas procesadoras de estos minerales en el país. Las condiciones actuales, demandan cada vez más la utilización de las saprolitas subyacentes a las menas limoníticas, debido al agotamiento de estos minerales y, por ende, recurrir al uso más eficiente de los recursos minerales existentes.

Por tanto, la necesidad de una evaluación integral de la materia prima mineral en su totalidad, concesionada al Proyecto Moa Occidental II, requerirá, por un lado, de la caracterización físico-química y mineralógica de las posibles variantes de mezclas metalúrgicas —proporciones de limonitas, saprolitas e intercalaciones⁴ admisibles— prevista de ser alimentadas al proceso RKEF y,

³ La pre-reducción consiste en la eliminación parcial del oxígeno combinado químicamente los óxidos de hierro y Níquel.

⁴ En el trabajo de Dios y Díaz (2003) se establece el concepto de intercalaciones y es definido como: "...cuerpos geológicos que aparecen dentro de la masa mineralizada y que al ser extraídas conjuntamente con ésta, alteran las características industriales de la[s] mena[s] y dificultan su procesamiento metalúrgico".

por otro, definir el comportamiento metalúrgico más eficiente durante el proceso de pre-reducción; siendo este, el tema esencial de la presente investigación.

En sentido general, en la literatura revisada es insuficiente los estudios que tratan de forma integral los recursos minerales de la región de Moa para el procesamiento metalúrgico por la tecnología convencional RKEF y, en particular, los yacimientos de la concesión minera del Proyecto Moa Occidental II. Los principales estudios se sustentan en la caracterización química, física y mineralógica, con el uso de diferentes técnicas de investigación, pero enfocados, en su mayoría, a los minerales del perfil limonítico para las tecnologías Caron o HPAL. Otros trabajos más recientes (Valdés, Causse y Martín, 2000; Marrero, 2006; Valdivia *et al.*, 2013) estudian los minerales saprolíticos del yacimiento Yamanigüey (Bloque I) para la producción de FeNi, pero solo encauzados a su caracterización físico-química o mineralógica y no a su comportamiento metalúrgico.

Por otro lado, son insuficientes los trabajos publicados sobre el posible procesamiento de los minerales saprolíticos cubanos para obtener FeNi. Investigadores nacionales y extranjeros han evaluado vías alternativas para el aprovechamiento de las saprolitas de la región de Moa (García, 1976; Hernández, 1978; Castellano, 1978; Martín *et al.*, 2001); otros han enfocado sus investigaciones a la tecnología RKEF para producir FeNi, pero no se ha investigado con profundidad las potencialidades que puede proporcionar el perfeccionamiento del proceso de pre-reducción para disminuir los costos energéticos para la futura tecnología RKEF a implementar en Moa.

A partir de lo anterior, se establece como **situación problemática**: insuficiente conocimientos de las características físico-química y mineralógica de las mezclas metalúrgicas preparadas de todo el perfil vertical del yacimiento

Yamanigüey, que permitan predecir su comportamiento durante el proceso de pre-reducción para la producción de FeNi.

Relacionado con lo anterior, se formula como **problema científico**: el insuficiente conocimiento de las características físico-químicas y mineralógicas de las mezclas metalúrgicas de los minerales limoníticos y saprolíticos del yacimiento Yamanigüey durante el proceso de pre-reducción para la producción de FeNi.

El **objeto de estudio**: lo constituyen las mezclas metalúrgicas conformadas a partir de menas limoníticas y saprolíticas del yacimiento Yamanigüey concesionado a la empresa Ferroníquel Minera S.A.

El **campo de acción**: consiste en la caracterización física, química y mineralógica de las mezclas metalúrgicas de los minerales limoníticos y saprolíticos del yacimiento Yamanigüey.

Se enuncia como **hipótesis**: si se determinan las principales características físico-químicas y mineralógicas de las mezclas metalúrgicas conformadas a partir de diferentes proporciones de menas limoníticas y saprolíticas del yacimiento Yamanigüey, será técnicamente factible desarrollar el proceso de pre-reducción para la producción de Ferroníquel en Moa.

Se establece como **objetivo de trabajo**: determinar las características físico-químicas y mineralógicas de las mezclas metalúrgicas del yacimiento Yamanigüey y fundamentar su comportamiento térmico en el proceso de pre-reducción para la producción de FeNi.

Como **objetivos específicos** se proponen:

1. Determinar las características físico-químicas y mineralógicas de mezclas metalúrgicas, obtenidas a partir de menas del yacimiento

Yamanigüey (para diferentes relaciones de limonita/saprolita/estéril de intercalaciones admisibles).

2. Definir a partir del procesamiento de mezclas metalúrgicas a escala de laboratorio, parámetros tecnológicos en la etapa de pre-reducción que garanticen una alta calidad de las calcinas pre-reducidas y contribuyan a mejorar la eficiencia energética del proceso.

Principales tareas planteadas para el logro de los objetivos:

1. Establecer el estado del arte y la sistematización de los conocimientos y teorías relacionadas con el objeto de estudio.
2. Seleccionar, preparar y componer muestras representativas, a partir de los tipos tecnológicos de menas del yacimiento Yamanigüey (Bloque I).
3. Caracterizar las mezclas metalúrgicas obtenidas desde el punto de vista físico-químico y mineralógico.
4. Desarrollar el diseño de experimentos demostrativos (selección de las condiciones y parámetros de operación). Análisis estadístico y la obtención de los modelos matemáticos - estadísticos.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

En este capítulo se exponen los antecedentes y el estado actual del arte, referido a la caracterización físico-química y mineralógica de las lateritas y, en específico, a las menas saprolíticas como materia prima fundamental para la producción de FeNi. Se abordan además, investigaciones precedentes del tratamiento térmico de estas menas en el proceso de pre-reducción y se muestran los fundamentos teóricos-prácticos y científicos sobre la base en que se sustenta la investigación desarrollada.

1.1 Depósitos minerales de Níquel

El Níquel es un elemento metálico de color blanco, magnético; se caracteriza por tener buena resistencia a la corrosión, es dúctil, con buena conductividad térmica, además de propiedades catalíticas. Según Pounaderi (2014b), el Níquel es ampliamente empleado en la vida moderna, aleado con otros metales se utiliza en más de 300 000 productos. Por ejemplo, en la fabricación para fines industriales, militares, en la industria química, del petróleo y en la construcción. La tecnología de los vehículos híbridos y eléctricos ha mejorado considerablemente con el uso de baterías de Níquel-hidruro metálico, mientras que tiene gran demanda en la industria siderúrgica; aproximadamente el 67 % del Níquel se utiliza en la fabricación de aceros inoxidables y el 12 % en aleaciones especiales, entre otras aplicaciones.

El grado de laterización varía de un depósito a otro y es una función de múltiples factores, principalmente del tipo de clima, composición de las rocas primarias, relieve del terreno, hidrología, etc. (Golightly, 1979; Smirnov, 1982, p. 401; Brand, Butt y Elias, 1998; Elias, 2002).

De forma general se conocen dos tipos de depósitos de minerales de Níquel: yacimientos sulfurados y las lateritas (Brand *et al.*, 1998; Bergman, 2003).

1.1.1 Yacimiento sulfurado

Los yacimientos de sulfuro de Níquel y Cobre se formaron sobre rocas básicas, ultrabásicas y son de formaciones magmáticas e hidrotermales. A este grupo pertenecen: pentlandita, niquelina, cloantita, millerita y calcopirita que a menudo va asociada a la magnetita (Faust y Fahey, 1962).

Los mayores depósitos se encuentran en Rusia (*Norilks*) y en Canadá (*Sudbury*); yacimientos relativamente más pequeños están localizados en Finlandia, Suecia, Noruega, África del Sur y en la provincia de *Senchúan* en China (Smirnov, 1982; p. 105).

1.1.2 Yacimiento laterítico niquelífero

Las lateritas niquelíferas se formaron en zonas de la corteza terrestre, que experimentaron un prolongado intemperismo tropical en rocas ultramáficas que contienen minerales ferromagnesianos (olivino, piroxeno y anfibolita). Las rocas ultramáficas están compuestas de dunita, peridotita, piroxenita y serpentinita. Durante este proceso, una parte del Níquel es movido en solución y otra parte queda en la serpentina, o se combina con goethita. La presencia o ausencia de serpentina tiene una profunda influencia en el carácter del perfil de la corteza de intemperismo (Dalvi *et al.*, 2004).

En términos generales, los minerales lateríticos son clasificados por los especialistas en dos categorías principales: limonita ferroniquelífera, donde los principales minerales son los óxidos e hidróxidos de hierro [(Fe,Ni)O(OH)] y, menas de Níquel silicatadas —serpentinatas, saprolitas y garnieritas—; que están constituidas, fundamentalmente, por hidróxidos y silicatos magnesianos de Níquel.

Las menas limoníticas se encuentran en las capas superiores del perfil del suelo, contienen alto Hierro y Cobalto, pero baja Sílice y Magnesio. Típicamente requieren de un proceso hidrometalúrgico para la extracción del metal útil, son relativamente homogéneas en composición química y mineralógica.

Las serpentinas constituyen los minerales mayoritarios presentes en los horizontes saprolíticos o serpentíníficos de los depósitos lateríticos; en ocasiones, en contenido menores asociados a los horizontes limoníticos (Valdivia *et al.*, 2013).

Las saprolitas son comúnmente más ricas en Níquel que las limonitas, aparecen en la sección más baja del perfil, tienen un contenido de Hierro más bajo, pero tiene más Sílice y Magnesio. Rocas remanentes y otras estructuras de la roca madre están presentes en ellas. Típicamente requieren de un proceso pirometalúrgico para la extracción del metal útil, son química y mineralógicamente heterogéneas.

Una representación esquemática del perfil vertical se muestra en la Figura 1.1, donde se ilustran los tipos de menas, sus contenidos promedios y los procesos metalúrgicos aplicados tradicionalmente. Para el desarrollo de esta investigación, reviste de gran importancia las zonas correspondientes a los minerales de transición y las saprolitas, delimitada en la figura, ya que constituyeron los tipos de minerales estudiados.

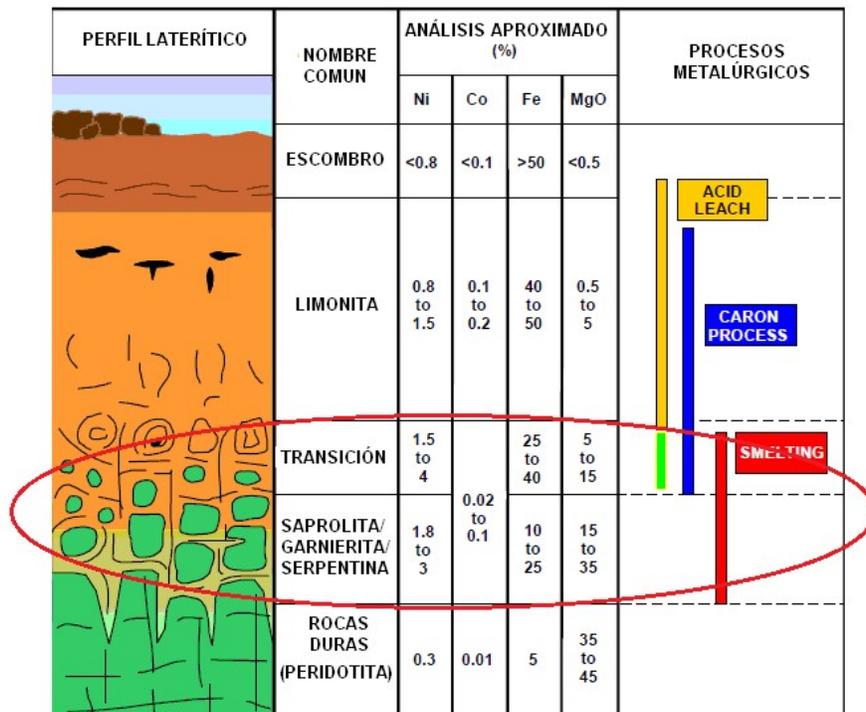


Figura 1.1 - Perfil esquematizado de las lateritas

Fuente: Tomado de Elias, 2001

Las mayores concentraciones de recursos de Níquel lateríticos se encuentran en Nueva Caledonia, Filipinas, Indonesia, Australia, Colombia, Cuba y República Dominicana (Brand *et al.*, 1998). En las lateritas “secas” de Australia Occidental, como es el caso de Murrin Murrin, la capa mineralizada está formada principalmente por nontronitas y requieren de un proceso de lixiviación ácida para la recuperación del metal (Dalvi *et al.*, 2004).

1.1.2.1 Clasificación del perfil laterítico

Las lateritas níquelíferas han sido objeto de múltiples clasificaciones en función de diversos criterios geomorfológicos, alteración de las rocas, clima, drenaje y composición (Brand *et al.*, 1998). Se han distinguido tres grandes tipos de depósitos lateríticos de Níquel. Relacionado con esto (Dor and Skretting, 1979; Brand *et al.*, 1998; Elias, 2002 y 2013; Gleeson y Herrington, 2004; Dalvi *et al.*, 2004; Butt, 2007; Zevgolis, Zografidis, & Halikia, 2009) proponen clasificaciones

semejantes. Por ejemplo, en el trabajo de Gleeson y Herrington (2004), los autores establecen las siguientes:

- *Lateritas niquelíferas tipo arcilla*: la Sílice ha sido parcialmente lixiviada del perfil de meteorización. El Níquel se acumula en nontronitas y esmectitas, en la parte alta e intermedia de la saprolita. Ejemplos de lateritas niquelíferas tipo arcilla son: Murrin Murrin, en Australia Occidental (3-5 Mt; 0,99 % de Ni) y Meseta de San Felipe, Camagüey, Cuba (2-3 Mt; 1,3 % de Ni).
- *Lateritas niquelíferas tipo óxidos*: el Níquel está asociado principalmente a la goethita. También se suele encontrar Co asociado a óxidos de Mn asbolanas. Tanto la goethita como los óxidos e hidróxidos de hierro, presentan una alta capacidad de adsorción de Ni en su superficie. Ejemplos de lateritas niquelíferas de tipos óxidos son: Sampala, en Indonesia (5 Mt; 1,34 % de Ni) Pinares de Mayarí, en Cuba (2-3 Mt; 1,07 % de Ni).
- *Lateritas niquelíferas tipo silicato*: la mineralización se encuentra en la parte inferior de la saprolita; los minerales son silicatos de Mg-Ni hidratados (lizardita niquelífera, garnieritas, etc.). Ejemplos: Sorowako, en Indonesia (\approx 5 Mt; 1,8 % de Ni) y Koniambo, en Nueva Caledonia (3-5 Mt; 2,6 % de Ni).

En 1979, Dor y Skretting propusieron una clasificación en función en los contenidos de Fe y MgO. La que fue establecida por tipos y características de menas tratadas por la tecnología RKEF y caen dentro de las cinco categorías siguientes:

- Clase A: para minerales garnieríticos con bajo Fe (10 a 12 %) y relativamente alta magnesia (25 a 40 %);
- Clase B: minerales limoníticos con baja magnesia (5 a 10 % de MgO), que a su vez, se subdividen en dos categorías:

- ✓ Clase B1: con alto Fe (30 a 40 %);
- ✓ Clase B2: bajo Fe (< 30 %) y;
- Clase C: minerales intermedio, que contienen de 12 a 15 % de Fe y pueden ser subdividido a su vez en dos categorías:
 - ✓ Clase C1: con alta magnesia (25 a 35 % de MgO);
 - ✓ Clase C2: baja magnesia (10 a 25 % de MgO).

Los minerales de las clases A, B1 y C1 han sido tratados comercialmente, mientras que los del grupo B2 y C2 se han evaluado solo a escala piloto y no se ha observado diferencias significativas en el comportamiento de los diferentes tipos de minerales en el proceso de pre-reducción (Dor y Skretting, 1979; p. 466). Este tipo de clasificación se ajusta más a las necesidades de los objetivos de la presente investigación y será la adoptada (véase el Capítulo II).

1.1.2.2 Características químicas de los minerales lateríticos

La composición química de los minerales lateríticos varía en un amplio margen, particularmente con respecto a la relación en peso de Fe/Ni y SiO₂/MgO; así como, contenido de la humedad total, ya sea en forma de agua libre, combinada químicamente o formando grupos hidroxilos (Rojas-Purón, 1994; Warner *et al.*, 2006; Huang y Lv, 2011).

La composición química promedio alimentada a varias plantas de FeNi en el mundo es indicada en la Tabla 1.1, según datos reportados por Warner *et al.* (2006) y Swinbourne (2014).

Como se observa, el contenido de Cobalto en las lateritas no varía mucho, la relación Fe/Ni promedia 8,2; mientras que la relación SiO₂/MgO es considerablemente variable y promedia 1,7; la cual es usualmente alta para las lateritas de Cerro Matoso. El contenido total de agua, dado por el análisis de pérdida por ignición (PPI) típicamente es de 10 a 13 % (Swinbourne, 2014).

Tabla 1.1 - Composición química promedio del mineral seco alimentado a los hornos rotatorios de varias plantas de Ferroníquel, % en peso

Productores	Ni	Co	Fe	SiO ₂	MgO	PPI	Fe/Ni	Ni/Co	SiO ₂ /MgO
Falcondo	1,38	0,04	14,5	37,3	24,1	12,5	10,5	34,5	1,5
Codemin	1,44	0,04	16,9	36,3	22,5	9,6	11,7	36,0	1,6
Cerro Matoso	2,20	0,09	15,3	44,0	16,0	ND*	7,0	24,4	2,8
Loma de Níquel	1,48	0,08	17,0	35,6	27,3	11,5	11,5	18,5	1,3
Doniambo	2,70	0,06	13,0	42,0	24,0	ND	4,8	45,0	1,8
Pomala	2,20	0,05	13,4	38,8	23,6	11,0	6,1	44,0	1,6
Pamco	2,30	0,08	14,0	37,0	23,5	11,5	6,1	28,8	1,6
Promedio	1,96	0,06	14,9	38,7	23,0	11,2	8,2	33,0	1,7

*- No disponible.

Fuente: Tomado de Swinbourne, 2014

Los minerales saprolíticos cubanos se concentran en la región de Moa, con un contenido promedio de 2,04 % de Ni. Clasifican dentro de las menas con mejores posibilidades para la producción de FeNi. En la Tabla 1.2 se presenta la composición promedio y la del yacimiento objeto de estudio.

Tabla 1.2 - Composición química de las saprolitas cubanas, % en peso

Compuesto	Composición típica	SA	S	(Zona Yamanigüey)
NiO	1,80 - 2,20	1,89	1,62	1,75 - 2,04
Fe ₂ O ₃	10,0 – 25,0	22,45	7,59	13,8 - 20,0
CoO	0,02 - 0,08	0,06	0,02	0,04 - 0,06
SiO ₂	30,0 – 50,0	23,57	37,71	29,0 – 34,0
MgO	15,0– 25,0	16,63	29,32	20,0 – 24,0

SA- Serpentinatas alteradas; S- Serpentinatas inalteradas.

Fuente: Tomado de Rojas-Purón, 1995

De acuerdo a la clasificación presentada por Dor y Skretting (1979) y Zevgolis (2009), las menas saprolitas del yacimiento Yamanigüey pueden ser clasificadas como Clase C1, dado los contenidos químicos de Fe y MgO.

En la Tabla 1.3 se muestra la composición química promedio estimada de los cuatro yacimientos de la concesión minera para el Proyecto Ferroníquel Moa Occidental⁵ —para una ley de corte de 1,3 % de Ni—.

Tabla 1.3 - Análisis químico del yacimiento Moa Occidental, en % en peso

NiO	Ni	Fe ₂ O ₃	Fe	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe/Ni	SiO ₂ /MgO
2,30	1,76	25,30	17,71	25,1	33,41	2,05	10,06	1,33

Evidentemente, la relación SiO₂/MgO es baja para los yacimientos de Moa, lo que puede tener incidencia en el proceso pirometalúrgico y, solo es comparable con las lateritas de Loma de Níquel en Venezuela.

1.1.2.3 Características mineralógicas de los minerales lateríticos

Un aporte importante en el campo de la mineralogía aplicada al estudio y explotación de los minerales de los yacimientos lateríticos y, sobre todo, a las transformaciones de fases que se originan durante los procesos de reducción, han sido abordado por diversos investigadores; los resultados más prominentes los ofrecen (Faust y Fahey, 1962; Montoya y Baur, 1963; Brindley y Wan, 1975; Hallett, 1997; Rojas-Purón, 1994, 1995; Brand *et al.*, 1998; Elias, 2001, 2002; Gleeson y Herrington, 2004; Muñoz, 2004; Valdivia *et al.*, 2013).

La combinación de técnicas de análisis térmico como la termogravimetría (TG o DTG), análisis térmico diferencial (ATD) y calorimetría diferencial de barrido (en su sigla en inglés, DSC) y otras técnicas complementarias como: microscopía electrónica de barrido (SEM), la difracción de rayos-X (DRX), espectroscopia infrarroja (IR) y la espectrometría Möessbauer (EM), son ampliamente utilizadas para profundizar en el conocimiento de las características estructurales y las transformaciones de fases que se producen cuando los materiales se exponen a elevadas temperaturas. El empleo de estas técnicas se aprovecha para

⁵ Documentos del Proyecto Moa Occidental. 0124-R18-0000-001: Balance Material, Térmico y Metalúrgico.

caracterizar e identificar materiales; así como, predecir la cinética y el mecanismo de las reacciones principales involucradas en los procesos de reducción.

A continuación se expone de forma sucinta, la información sobre la composición mineralógica de las menas lateríticas en general y la cubana, en particular, aplicada a los procesos pirometalúrgicos.

Dentro de las menas saprolitas, para la producción de FeNi, cobra particular interés la fase mineralógica denominada garnierita. A este grupo pertenecen los minerales Revdinskita $[3(\text{Ni},\text{Mg})\text{O}_2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ y la garnierita $[(\text{Ni},\text{Mg})_6\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8]$.

Fórmulas simples de representar la garnierita fueron dada por Hallett (1997), la cual puede escribirse como $[(\text{Ni},\text{Mg})_3\text{Si}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$, la fase olivino $[(\text{Ni},\text{Mg})_2\text{SiO}_4]$, los piroxenos $[(\text{Ni},\text{Mg})\text{SiO}_3]$, la Goethita $[\alpha\text{-FeO}(\text{OH})]$, Trevolita $[\text{NiO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3]$, Magnetita $[\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3]$ y fases del tipo espinela que se puede representar por $[(\text{Fe},\text{Ni})\text{O} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3]$. En la investigación se resume el comportamiento de estas fases a elevada temperatura y bajo condiciones reductoras.

Rojas-Purón (1994, 1995) por su parte, reporta estudios mineralógicos realizados sobre las cortezas de intemperismo ferroniquelíferos de la región de Moa. El autor sugiere que el conocimiento de la forma de existencia del Ni en las menas oxidadas y silicatadas permite definir y dirigir la estrategia metalúrgica para la recuperación más efectiva de este metal.

Muñoz (2004) reporta una amplia mineralogía de las menas cubanas de los horizontes serpentínicos y sugirió que la composición de las menas del yacimiento laterítico [...] resulta sumamente compleja y; por lo tanto, tiene una amplia incidencia en la calidad de las menas que se suministran al proceso metalúrgico.

1.1.2.4 Características térmicas de los minerales lateríticos

Numerosos autores estudiaron las transformaciones de fases que tienen lugar durante el procesamiento pirometalúrgico de los minerales saprolíticos y garnieríticos a elevada temperatura. Se destacan los trabajos sobre el estudio de la cinética de deshidratación y transformaciones estructurales de los principales óxidos y silicatos portadores de Níquel; temperaturas que abarcan desde 30 °C hasta >1000 °C durante el proceso de pre-reducción (García, 1997; Li, 1999; Valix y Cheung, 2002; O'Connor, Cheung y Valix, 2006; Bunjaku, Holappa y Kekkonen, 2010; Landers, 2010; Keskinilic *et al.*, 2012; Rizov, 2012; Chen, Jak y Hayes 2013a; Pournaderi, 2014a).

En 1997, García estudia las cloritas y sugiere que presentan una amplia variación en cuanto a sus características térmicas, debido a la extensa variedad en las composiciones de las especies que las integran y, a su carácter heterogéneo en cuanto a su composición química y mineralógica. En general, en las curvas ATD se observa un principal pico endotérmico que ocurre entre los 500 y los 700 °C, con un segundo pico endotérmico alrededor de los 800 °C, seguido por un pico exotérmico. Los dos picos endotérmicos están asociados a la expulsión de agua de grupos hidroxilos. El pico exotérmico es causado posiblemente por la recristalización de la fase olivino.

Li (1999) refiere el comportamiento de muestras de lateritas en el proceso de pre-reducción, basado en un estudio termodinámico aplicando un *software* para los cálculos teóricos, lo que le permitió predecir el recobrado del Níquel y el grado final del FeNi sobre diferentes temperaturas y relaciones de gases reductores (CO/CO₂). Experimentó el efecto del tiempo de reducción y el potencial de reducción, entre otros parámetros. El mecanismo y el cambio de fases durante el proceso de reducción fueron monitoreados mediante DRX, demostrando que sobre 700 y 800 °C, la serpentina se descompone pero no se

recristaliza a temperatura más alta, lo que propicia alta reductibilidad en el mineral investigado y sugiere mantener este intervalo de temperatura para maximizar el recobrado del Níquel.

Valix y Cheung (2002) evaluaron las transformaciones de fases minerales de las lateritas (limonita y saprolita) bajo condiciones de reducción y temperatura sobre 800 °C en atmósfera de gases reductores de CO/CO₂, reportando que las fases transformadas fueron: magnetita (≈ 400 °C), taenita (Fe-Ni) y fayalita. Los autores plantean que la taenita es una aleación Fe-Ni rica en Ni y la formación de fayalita es producto de la transformación a temperatura de reducción entre 600 y 800 °C de la saprolita.

El efecto de la pre-reducción en la reductibilidad de minerales limoníticos de Nueva Caledonia bajo atmósfera reductora de CO/CO₂, a diferente intervalo de temperatura y tiempo de reducción (20 a 60 min) fueron estudiados por O'Connor *et al.*, (2006). Las transformaciones mineralógicas originadas durante la reducción fueron monitoreadas mediante TG-DTA y DRX y sugirieron que es beneficiosa la pre-calcinación de los minerales limoníticos, ya que provoca la ruptura estructural y la liberación de los principales óxidos que conforman la ganga, aumentando la porosidad y el área superficial del mineral; por tanto, se expone el NiO de ser reducido bajo condiciones reductoras moderadas. Por otra parte, los autores reportaron que reduciendo el mineral bajo las mismas condiciones pero sin una etapa previa de pre-reducción, la reducción del NiO disminuyó y concluyeron que fue producto de la formación de una aleación de Fe-Ni (taenita).

Yang y colaboradores reportan en el 2015 un estudio a escala de laboratorio de la reducción de minerales garnieríticos de Australia, evaluando el efecto del grado de reducción del Ni, Co y Fe sobre diferentes condiciones de reducción. El estudio abarcó rango de temperatura entre 700 y 900 °C bajo una mezcla de

gases reductores de CO/CO₂, conteniendo 20 a 70 % en volumen de CO y el flujo volumétrico fue variado desde 350 a 1 050 mL/min. Observaron el efecto positivo que tiene el incremento de la temperatura sobre el grado de reducción del Ni hasta 740 °C y reportan que decrece con incremento superior de la temperatura; además, sugirieron que la reducción de los óxidos de Co y Fe decrece ligeramente con el incremento de la temperatura, encontrándose que la reducción del Fe fue alrededor del 20 %; un incremento hasta el 70 % en volumen produjo un aumento de la metalización del Fe (\approx 50 %).

1.2 Procesamiento metalúrgico de las lateritas

La mineralogía y el quimismo en las lateritas definen el método de procesamiento para la extracción del Níquel, que son aplicados por dos vías fundamentales: procesos hidrometalúrgico y pirometalúrgico, los cuales se resumen a continuación.

1.2.1 Proceso hidrometalúrgico

Por esta vía, dos procesos principales son practicados comercialmente: Caron *Process* y HPAL, aunque con menor costo capital, procesos como: Lixiviación Atmosférica (AL) y Lixiviación en Montón (HL) —*heap leaching*—, están siendo practicado o están bajo investigación intensiva para posibles nuevos proyectos según reporta Kyle (2010, p.5).

1.2.2 Proceso pirometalúrgico

La ruta pirometalúrgica es la más antigua y ampliamente usada para producir FeNi y Mata de Níquel —un sulfuro artificial de Ni— (Bergman, 2003; Bunjaku *et al.*, 2009; Kyle, 2010). La pirometalurgia de los minerales lateríticos, en esencia, consiste en la fundición directa de los óxidos y silicatos por etapas, en los

cuales se elimina la ganga como escoria. El producto se reduce a metal mediante la acción de hidrocarburos o coque metalúrgico y luego es refinado.

1.2.2.1 Tecnología aplicada para la producción de FeNi

La historia de la tecnología de FeNi ha sido ampliamente divulgada en la literatura especializada, ejemplo de ello son los trabajos de (Svånå, [s.f]; Dor y Skretting, 1979; Bergman, 2003; Dalvi *et al.*, 2004; Warner *et al.*, 2006).

El proceso RKEF para la producción de FeNi fue derivado de la tecnología aplicada a los minerales de hierro y fue desarrollado en la planta piloto del Centro de *ELKEN Ferro-Alloys R & D*, en Noruega entre 1953 y 1954 (Svånå, [s.f], p. 51; Dor y Skretting, 1979). La tecnología fue empleada comercialmente para el tratamiento de los minerales garnieríticos de los ricos yacimientos de Nueva Caledonia. Posteriormente, fue adoptada por otros productores en varios países, por ejemplo: Japón, Brasil, Grecia, Indonesia, Guatemala y Colombia (Dor y Skretting, 1979, p. 461).

Inicialmente, el horno rotatorio se utilizaba solamente para precalentar y calcinar el mineral a temperatura moderada ≈ 700 °C. La calcina caliente se alimentaba al HAE mezclada con carbón o coque metalúrgico, mientras que la reducción del Ni y una cantidad significativa de Fe se completaba en el HAE, lo que provocaba elevados índices de consumo energético (Dor y Skretting, 1979. p. 461; Svånå, [s.f], p. 51).

Hoy estos hornos están establecidos en la industria del FeNi para la etapa de calcinación pre-reducción. En las principales plantas de FeNi en el mundo: Doniambo, Cerro Matoso, Loma de Níquel, Codemin, Morro Azul, Niquelândia, Onça Puma, Barro Alto, etc. hay, al menos, dos hornos rotatorios; las excepciones son: Falcondo (República Dominicana) que usa unidades múltiples para alimentar a los HAE, donde doce hornos *Shaft* (hornos verticales) son utilizados para la pre-reducción (Bergman, 2003; Daenuwy, [s.f]; Imeri *et al.*,

2012; Elias, 2013) y recientemente el Proyecto Koniambo de Nueva Caledonia (Elias, 2013).

Los procesos metalúrgicos observados son los mismos del horno de hogares múltiples (*Herreshoff*), pero el tiempo de residencia es mayor (3 a 6 horas). Esta condición garantiza el contenido de carbono fijo y la extensión de las reacciones de reducción del Níquel y el Hierro en la etapa de pre-reducción.

El proceso RKEF, de modo general, se desarrolla en cuatro etapas básicas: preparación mecánica, calcinación pre-reductora, fundición y refinación (Pounaderi, 2014b).

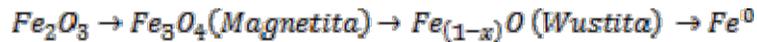
1.2.2.2 Características del mecanismo de reducción

El mecanismo de reducción a partir de las menas lateritas ha sido ampliamente estudiado. Se destacan los aportes de O'Connor *et al.*, 2006; Rhamdhani, Hayes y Jak, 2009a, 2009b; Zevgolis, 2009; Bunjaku *et al.*, 2010; Landers, 2010; Bunjaku, 2013; Chen, Prostakova, Hayer, Decterov y Jak, 2013b; Rodrigues, 2013; Pounaderi, 2014b, entre otros.

La reducción de las menas lateríticas es un proceso heterogéneo que ocurre fundamentalmente en la interface sólido-gas; la característica distintiva es su carácter complejo y de multi-etapas, que consta, como mínimo, de tres etapas: (i) transferencia de las sustancias reaccionantes a la interface, es decir, a la zona de reacción; (ii) el acto químico de la interacción propiamente dicho y; (iii) la evacuación de los productos de la zona de reacción.

En el 2009, Zevgolis y colaboradores estudiaron la cinética del proceso de calcinación reductora de los minerales lateríticos de Indonesia en presencia de monóxido de carbono como reductor y, establecieron el mecanismo de reducción de los óxidos de hierro en su estado más alto de oxidación, usualmente hematita (Fe_2O_3) a hierro metálico (Fe^0) y dedujeron que es un

procedimiento de multi-etapas. A temperaturas superiores a 555 °C, la reducción de los óxidos de hierro por la acción de mezclas de CO/CO₂ se realiza en tres etapas sucesivas, avanzando las transformaciones en la forma siguiente:



A temperaturas inferiores a 555 °C, el paso de Fe₂O₃ a Fe⁰ se verifica solamente a través de Fe₃O₄, sin la aparición de la fase FeO intermedia.

Los elementos oxidados pueden ser parcialmente reducidos a metal durante la etapa de pre-reducción y completado en la etapa de fundición, la cantidad de FeO a metal se determina por la cantidad de reductor empleado. El grado de extensión de la reducción de los minerales dentro del horno rotatorio depende, entre otros factores, de:

- relación de Fe/Ni, Ni/Co, SiO₂/MgO en la mezcla alimentada;
- tipo, granulometría y reactividad del carbón reductor utilizado;
- potencial de reducción (atmósfera reductora);
- tiempo de residencia de la mezcla metalúrgica en el horno;
- perfil térmico (gradiente de temperatura lo más homogénea posible en las zonas de calcinación y pre-reducción). Véase en la Figura 1.2 dos curvas características del proceso (curvas B y C).

La curva A es característica cuando en el horno rotatorio solamente se calcina, en este caso, no se verifica reducción alguna de los óxidos de Hierro y Níquel; por lo que la práctica, esta operación está en desuso.

En un horno rotatorio convencional, la carga alimentada se mueve a contra corriente al flujo de gases caliente —producto de la combustión del carbón pulverizado—; es decir, la carga avanza en dirección descendente, originada por la rotación e inclinación del horno, mientras que los gases producidos por la combustión lo hacen en sentido contrario, elevando la temperatura de la mezcla

a medida que se acerca al punto de descarga. En consecuencia, el mineral es secado, calcinado y pre-reducido.

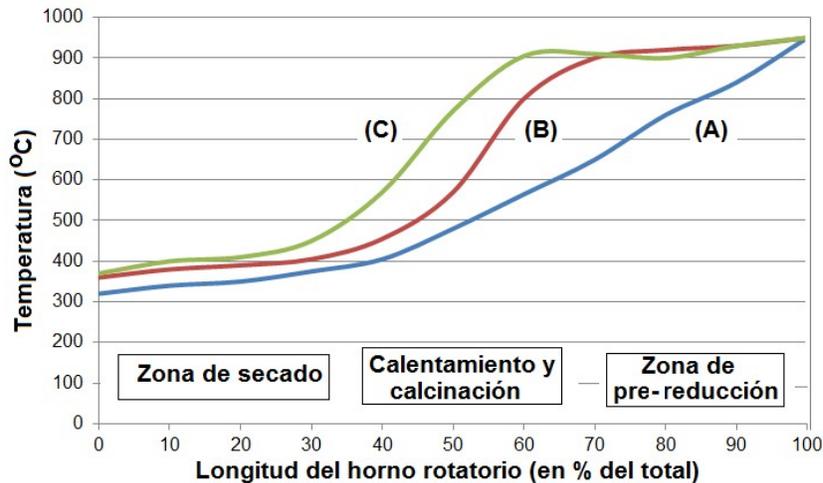


Figura 1.2 - Perfil de temperatura típico de un horno industrial

Fuente: Tomado de Patzelt, Schmitz y Crund, 2004, p.531

Para una mejor comprensión del mecanismo de reducción a que es sometida la mezcla metalúrgica en el interior del horno rotatorio, se ha seccionado hipotéticamente el mismo en dos zonas: secado/calentamiento y calcinación/pre-reducción, las que se detallarán a continuación.

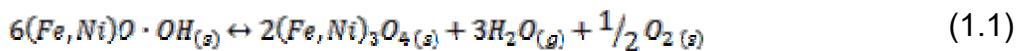
Zona de secado y calentamiento: Diversos autores han formulado las principales transformaciones o fenómenos que tienen lugar en los primeros 30 a 60 m del horno rotatorio, entre los que se destacan Valix y Cheung, 2002; O'Connor *et al.*, 2006; Rhamdhani *et al.*, 2009a, 2009b; Bunjaku *et al.*, 2010; Huang y Lv, 2011; Keskinllic *et al.*, 2012; Pounaderi, 2014b.

O'Connor *et al.* (2006) estudiaron la deshidratación de los minerales limoníticos de Nueva Caledonia basados en análisis TG-ATD y sugirieron que el efecto endotérmico encontrado entre 210 a 370 °C en el termograma, está probablemente asociado a la deshidratación de la goethita y su transformación a hematita con una pérdida de peso de 8,1 %. La baja temperatura de

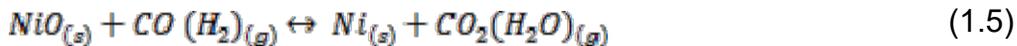
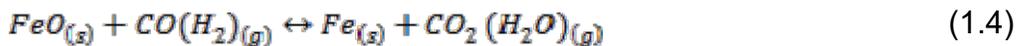
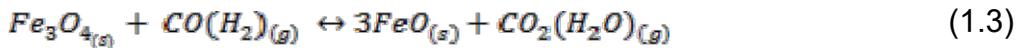
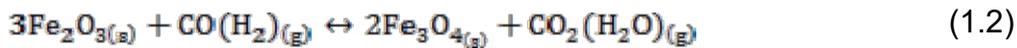
descomposición de la limonita puede ser un indicador de la baja cristalinidad de su estructura. Por su parte, Keskinlllic *et al.* (2012) sugirieron que la deshidratación de la goethita y su transformación a hematita se verifica alrededor de los 290 °C según la reacción 1.0.



Mientras que el Níquel asociado con la goethita se transforma a espinela según la ecuación 1.1 (Rhamdhani *et al.*, 2009a, 2009b; Bunjaku *et al.*, 2010).



Zona de calcinación y pre-reducción: Se verifica en el tercio final del horno rotatorio (≈ 40 a 50 m de la descarga).⁶ Una vez que el agua cristalina ha sido expulsada, la reducción de los óxidos superiores de Hierro, Níquel y Cobalto pueden reducirse, parcial o totalmente con monóxido de carbono (CO), con el dihidrógeno (H₂) presente en la fase gaseosa; verificándose las posibles reacciones siguientes:



Las reacciones de reducción se inician sobre 500 a 600 °C y continúan a elevadas temperaturas. El carbono puede reaccionar con el oxígeno para formar dióxido de carbono:



⁶ Dependiendo de la longitud total de horno rotatorio horizontal.

A su vez, mediante la gasificación del carbono por la reacción Boudouard para dar monóxido de carbono.



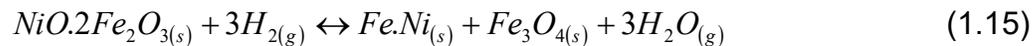
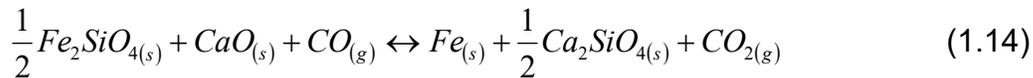
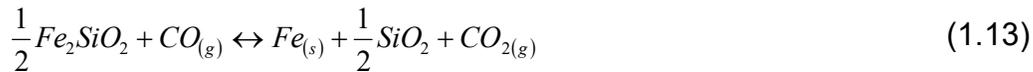
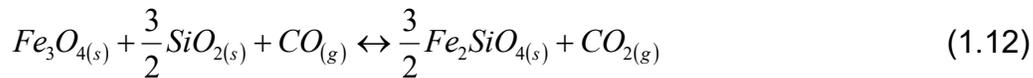
Aunque también puede verificarse la reacción siguiente.



Las reacciones con el carbono sólido también son probables.

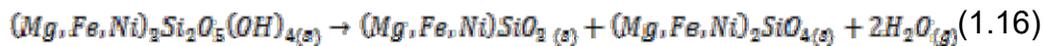


También pueden estar presentes las reacciones siguientes:



De acuerdo a los reportes de Bunjaku *et al.* (2010), Rodrigues (2013) y acorde a los resultados del análisis de DRX, se supone que la serpentina (antigorita, lizardita, nepouita) se transforma a estantita y olivino acorde a la ecuación (1.16).

Verificándose entre 650 a 810 °C



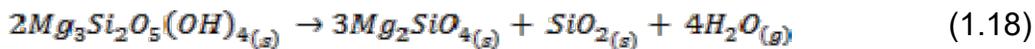
El proceso de deshidroxilación en los minerales saprolíticos es más complejo que para los minerales limoníticos; dando como resultado la formación de la fase olivino [(Mg,Fe,Ni)₂SiO₄] y piroxeno [(Mg,Fe,Ni)SiO₃] (Bunjaku *et al.*, 2010; Valix y Cheung, 2002).

Rhamdhani *et al.* (2009b), señala que fue observado aleaciones de FeNi formada a partir de la magnetita y propone la ecuación 1.17 como probable.



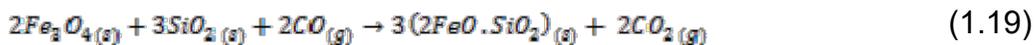
El autor, reporta además, la distribución entre la magnetita y la fase de FeNi. Estas transformaciones fueron confirmadas sobre la base de combinar técnicas como la SEM y DRX.

Se ha reportado en la literatura que la serpentina (lizardita) sobre calentamiento en presencia de aire puede transformarse a olivino a temperatura aproximada a los 600 °C, definida por TG-ATD, asociado con la remoción del agua ligada a la estructura cristalina, a través de la reacción 1.18 .



Al descomponerse la serpentina forma una fase amorfa, donde el NiO está atrapado y es relativamente fácil su reducción. A temperatura superiores a 800 °C el material amorfo recristaliza formando olivinos (Mg_2SiO_4 o Fe_2SiO_4) atrapando al NiO, compuestos sólidos que son más difíciles de reducir (Rodrigues, 2013).

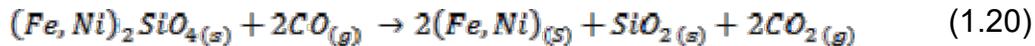
La fayalita formada puede combinarse con la magnetita reducida y la sílice libre y formar una nueva fase en forma de un silicato estable de hierro como se muestra en la reacción 1.19.



Por su parte, Valix y Cheung (2002) reportaron que sobre condiciones reductoras, la descomposición de la serpentina y su transformación a fase fayalita y silicatos de magnesio amorfo se comienza a verificar cerca de los 500 °C. Estas fases se mantienen hasta la temperatura de recristalización de la fase forsterita cerca de 700 °C.

La reducción de la fayalita recristalizada puede tener lugar, pero requerirá temperaturas más elevadas y condiciones reductoras más severas. El mecanismo

de la reducción según Harris, Peacey & Pickeles (2009) [citado por Rodrigues, 2013] puede escribir como sigue:



1.2.2.3 Factores que afectan la pre-reducción

El grado de reducción que se alcanza en el horno rotatorio puede tener un efecto considerable en la estabilidad operacional del HAE y en la economía global del proceso de fundición. La extensión de reducción requerida es un resultado directo de la relación Fe/Ni del mineral y el grado deseado del Ni en el FeNi producido.

Es importante entender que la selección de grado de Ni en el FeNi, la filosofía de operación del horno y su diseño están inseparablemente vinculados y; así, ninguno puede ser optimizado sin reparo a los demás. Consideraciones metalúrgicas son igualmente importantes en la selección del grado del Ni en el FeNi, aunque no siempre se manifiestan tan claramente; por ejemplo:

- La cantidad de reducción completada en el HAE tiene un efecto importante en la cantidad de carbono que pasa al metal. Altos niveles de reducción típicamente tienen un metal con cantidades significativas de C y Si (~ 2 %).
- Realizar un grado alto de reducción en el HAE resulta un incremento del volumen del gas debido a la quema de un carbón adicional necesario para la reacción de reducción. Este aumento del gas afecta no solo el tamaño y el costo del sistema de extracción, sino que también tiene afecto negativamente en la estabilidad del arco.
- La reducción relativamente alta usualmente produce grado de metal bajo y más silicio es reducido pasando al metal.

Entre los factores que más inciden en el grado de pre-reducción están:

Efecto de la temperatura: las reacciones de secado, calcinación y pre-reducción requieren de una temperatura mínima para que comiencen a ocurrir. Es bien conocido que la velocidad de reacción química aumenta con el incremento de la temperatura. Hallett desarrolló en 1997 un análisis termodinámico de la reducción del Níquel en estado sólido desde la goethita y minerales garnieritas de los yacimientos de Cerro Matoso, todos sobre datos publicados para soluciones sólidas de metales, óxidos y silicatos; obteniendo diversos diagramas que muestran las áreas predominantes que limita la estabilidad para diversas fases de minerales en función de la temperatura y condiciones reductoras (véase Figura. 1.3). Estableció que el agua ligada químicamente en los minerales garnieríticos es removida en el rango de temperatura de 500 a 800 °C, producto del cual, se forman fases amorfas que son susceptibles a reducirse bajo condiciones moderadas de reducción.

La recristalización de la lizardita y clorita se manifiesta por encima de 800 °C, observándose la formación de la fase olivino. Similares resultados fueron reportados por otros investigadores (Kukura Stevens y Auck, 1979; Valix y Cheung, 2002; Elliott, 2015).

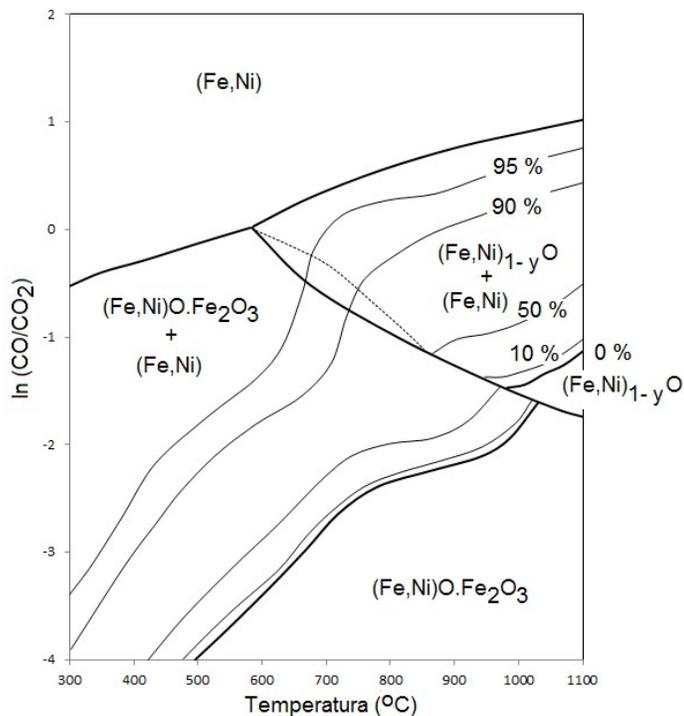


Figura 1.3 – Diagrama de estabilidad del sistema Fe-Ni-O de la goethita con contenido de Níquel de 1,2 %
Fuente: Tomado de Hallet, 2004, p. 304

Hallett estableció que: (i) la reducción del Níquel es insignificante hasta que la temperatura no haya sido elevada al punto de ocurrir la descomposición de los silicatos; (ii) para garantizar la alta recuperación del Níquel se deberá establecer una velocidad de calentamiento de 5 °C/min hasta que se alcance la temperatura de deshidroxilación del mineral y; (iii) para asegurar una completa reducción del Níquel, la temperatura del mineral puede ser elevada no menos de 780 °C (para garantizar la completa deshidroxilación).

Efecto de la concentración de reductores: la variación del reductor con respecto al grado de reducción de Níquel para diferente temperatura puede ser explicado mediante la Figura 1.4. La recuperación de Níquel inicialmente es alta y se eleva a la altura de un máximo de aproximadamente 95 % a 400 °C, luego decrece significativamente a medida que la temperatura aumenta, especialmente para niveles más altos de reductor como ha sido reportado en la literatura (Hallet, 1997;

Valix y Cheung, 2002). Para niveles bajos de reductor se manifiesta mayor selectividad durante la reducción, obteniéndose mayor grado de la aleación Fe-Ni.

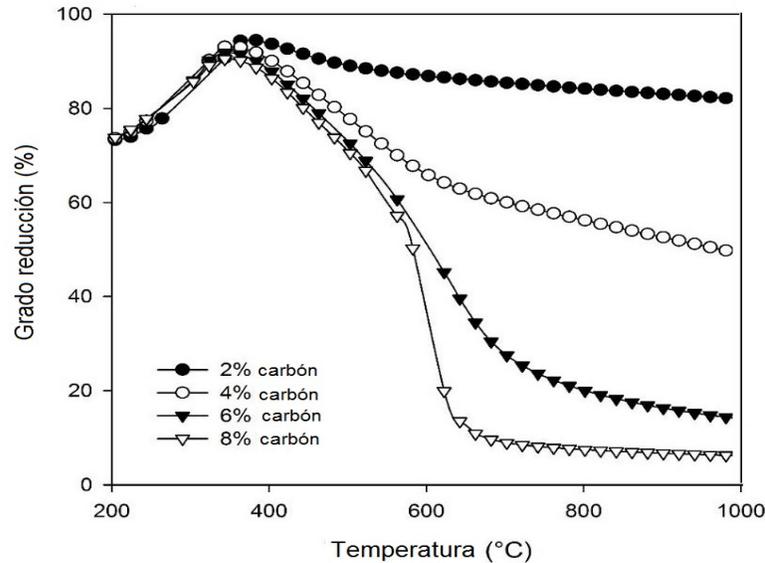


Figura 1.4 – Efecto del grado de reducción del Níquel en función de la temperatura para niveles de adición de carbón entre 2 a 8 %

Fuente: Tomado de Hallet, 2004, p. 304

Efecto del tiempo de reducción: este parámetro influye directamente sobre la cantidad de gases liberados, ya que las reacciones de secado, calcinación y pre-reducción poseen una cierta cinética; por consiguiente, a mayor tiempo de residencia se logra mayor completamiento de las mismas y, en consecuencia, un mejor producto calcinado. El tiempo de residencia varía en función de la velocidad de rotación del horno de forma inversamente proporcional, en condiciones normales de operación, éste debe mantenerse estable alcanzando un tiempo de residencia alrededor de 2 a 4 horas, lo que es suficiente para lograr un calentamiento homogéneo y constante; garantizando la calidad del calcinado producido y evitando choques térmicos que alteren las características físicas del mineral; como por ejemplo, la fractura de las partículas del mismo por la liberación brusca del agua de constitución.

Efecto del tamaño de las partículas: una de las propiedades que determina el grado de reductibilidad del mineral es el tamaño de la partícula.

El efecto del tamaño de la partícula en la calcina de los minerales lateríticos ha sido estudiado por Yang *et al.*, 2015 usando muestras de granos finos (entre 53-200 μm y $< 53 \mu\text{m}$) a temperatura de 740 a 850 $^{\circ}\text{C}$ bajo atmósfera reductora (40 % de CO). Esto es un factor que influye en la velocidad de reacción y en el grado de completamiento de las mismas, establecieron que a menor granulometría las reacciones ocurren con mayor velocidad al aumentar el área de contacto entre las partículas del mineral, el carbón y los gases; sin embargo, una granulometría muy fina aumentaría el arrastre del material, es por ello, que debe operarse dentro de un rango granulométrico. La granulometría depende del proceso de preparación del mineral (proceso de trituración) y de las características del mineral; por consiguiente, no puede ser controlada en el proceso de pre-reducción.

1.3 Tratamiento térmico de las saprolitas de la región de Moa

Las investigaciones de los minerales saprolíticos cubanos para la producción de FeNi datan desde 1950, cuando la administración norteamericana que operaba la fábrica de Nicaro efectuó múltiples investigaciones, entre la que se destaca, la realizada por el Buró de Minas de E.U.A en 1958.

Las primeras investigaciones publicadas acerca de los minerales serpentínicos después de 1960, se desarrollaron en el Centro de Investigaciones para la Industria Minero-Metalúrgica (CIPIMM), destacándose los trabajos de (García, 1976; Hernández, 1978 y Castellano, 1978). Estos autores centraron su atención principalmente en los yacimientos niquelíferos serpentínicos de Nicaro y Moa, con vista a la obtención de FeNi.

García, 1976 investigó el tratamiento pirometalúrgico de muestras de serpentinas de Nicaro, además de mezclas de serpentinas de Nicaro y Moa con carbón de alto

volátil (44 %) en sustitución del coque metalúrgico. Utilizó un horno piloto tipo cubilote, logrando recuperación de Níquel del orden de 90 a 95 %.

En 1990, se desarrollaron pruebas piloto en el Centro de Ferroaleaciones en Noruega (Elken Ferro-Alloys, 1990), con el objetivo de determinar los parámetros principales del proceso RKEF con los minerales saprolíticos cubanos para producir FeNi. Las pruebas de calcinación pre-reducción fueron ejecutadas en un horno rotatorio horizontal y se fundió en un horno eléctrico de CD. El tiempo de residencia del material en el horno se mantuvo alrededor de 55 min.

Los principales resultados de operación del horno rotatorio fueron: (i) no fue observada formación de anillos en la sección caliente del horno; (ii) el carbón y la antracita presentaron niveles de reducción similares y; (ii) el arrastre de polvo fue del 2,5 a 2,7 %.

La aplicación del proceso de pre-reducción en hornos multihogares tipo *Herreshoff* constituyó una alternativa para el procesamiento por la vía pirometalúrgica de los minerales saprolíticos de la región de Moa; por tal motivo, entre 2001 al 2005 se efectuaron diversas investigaciones con el propósito de demostrar la viabilidad técnica de sustituir el horno rotatorio horizontal por hornos tipo *Herreshoff*. Relacionado con esto, se pueden mencionar los trabajos realizados por Martin *et al.*, (2001); Majendíe *et al.*, (2001a, 2001b, 2002 y 2003); en el que se utilizaron muestras representativas del yacimiento Yamanigüey para evaluar el efecto de la temperatura de reducción (700, 800 y 850 °C), granulometría del mineral (3, 6 y 12 mm), tipo y cantidad de reductor (crudo nacional, *fuel oil* con bajo, medio y alto azufre).

Majendíe y Martín, 2001, llevaron a cabo investigaciones a escala de laboratorio para evaluar el proceso de pre-reducción de minerales del yacimiento Yamanigüey. Los autores demostraron que se pueden alcanzar grados de metalización de Níquel y de Hierro por encima de 84 % y 20 % respectivamente. Estas pruebas se efectuaron a temperaturas entre 800 y 850 °C, manteniendo la

adición de crudo nacional como agente reductor (entre 4 y 6 % en peso) y velocidad de calentamiento de 5 a 12 °C/min, equivalente a un tiempo de reducción de 90 min. Las pruebas de laboratorio se desarrollaron en un horno de botellas con capacidad de 140 g por muestras.

En el 2008, Tavío reporta investigaciones realizadas a escala de laboratorio con la finalidad de evaluar el comportamiento de una muestra de saprolita del yacimiento Yamanigüey; determinando las propiedades físico-químicas del calcinado pre-reducido a diferentes temperaturas (800, 850 y 950 °C) y para de diferentes tipos de reductores (carbón y petróleo tecnológico) con el propósito de alcanzar los mayores valores de metalización de Níquel y cierta reducción del Hierro. El mineral fue triturado hasta el 100 % de la fracción menor de 6 mm; este trabajo permitió profundizar sobre el proceso de pre-reducción de los minerales de la región de Moa para la producción de FeNi.

Una muestra tecnológica de 144 t base húmeda de minerales saprolíticos y limoníticos del yacimiento Yamanigüey fue procesada en la planta de FeNi de Morro Azul en Brasil (antiguo *Morro do Níquel*), con el objetivo de evaluar los procesos de preparación, pre-reducción y fundición. En la Tabla 1.4 se muestra la composición química del mineral de alimentación a la sección de preparación.

Tabla 1.4 - Composición química promedio del mineral, en %

NiO	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Co	SiO ₂ /MgO
2,69	27,31	28,5	22,6	0,066	1,26

Fuente: IGEO *Mineração*, 2009

Se utilizó carbón vegetal como reductor, el mismo fue mezclado con el mineral antes de ser alimentado al horno rotatorio. Se adicionó 5 % de carbón reductor, para alcanzar grados de reducción (FeO) superior al 75 %, lo que fue logrado en la pre-reducción. Quedando confirmado que para la planta industrial se debe utilizar 5 % de reductor como valor promedio en la alimentación al calcinador, lo que

garantizará obtener calcinas con contenido de carbono fijo entre 1,5 ~ 2,0 %, valores necesarios para lograr la reducción del Fe y Ni en el horno de fundición.

1.4 Conclusiones del Capítulo I

1. Por la revisión de la literatura consultada, se infiere que aún son insuficientes los trabajos relacionados con los minerales saprolíticos cubanos para la producción de Ferroníquel, enfocados a la totalidad del perfil vertical del yacimiento Yamanigüey. No se ha profundizado en las características físico-químicas y mineralógicas de los tipos tecnológicos de menas que servirán de partidas para preparar las mezclas metalúrgicas para la futura planta de Ferroníquel.
2. No se ha determinado el comportamiento de las mezclas metalúrgicas en el proceso de pre-reducción para diferentes relaciones de limonita/saprolita/estéril de intercalaciones admisibles, sus regularidades durante su paso por el horno y los parámetros y condiciones de operación que garanticen niveles de reducción de Hierro ≤ 80 % y maximizar la reducción del Níquel.
3. Los factores determinantes para garantizar los niveles de pre-reducción de los óxidos superiores de Hierro y la máxima metalización del Níquel son: a) calidad de la mezcla metalúrgica alimentada al horno; b) cantidad de reductores; c) perfil de temperatura cercano a 900 °C y; d) tiempo de residencia superior a 120 min.
4. La estabilidad del gradiente de temperatura en las zonas de calcinación y pre-reducción (aproximadamente el 40 % de sección longitudinal final del horno rotatorio horizontal), favorece las reacciones de reducción del Hierro y Níquel, y los niveles de completamiento de éstas; garantizando a la vez contenidos de carbono residual entre 0,5 y 1,8 %.

CAPÍTULO II

2. MATERIALES Y MÉTODOS

En este capítulo se presentan los materiales fundamentales utilizados en la experimentación, se describen los equipos, métodos y procedimientos empleados para el desarrollo de la investigación.

2.1 Selección y preparación de las muestras

La producción de FeNi en Moa demandará de una preparación y caracterización físico-química de las menas que se alimentarán a la futura planta pirometalúrgica. Para tal efecto, es necesario la conformación de mezclas metalúrgicas —con determinadas proporciones de minerales limoníticos y saprolíticos— que permita un aprovechamiento más integral de los recursos minerales existentes; además de garantizar las condiciones tecnológicas del proceso metalúrgico y la calidad de los productos finales. Para tal propósito, se controlan principalmente la granulometría y la composición química de las menas, prefijándose como norma de operación, una determinada relación Fe/Ni y SiO₂/MgO lo más estable posible durante su paso por el proceso.

Cinco tipos tecnológicos de menas representativas del perfil vertical del yacimiento Yamanigüey (Bloque I) fueron suplidas por la empresa Ferróníquel Minera S.A. para la investigación. Las mismas habían sido seleccionadas y extraídas por la empresa Geominera Oriente, correspondiente al 1er quinquenio de minería (Rodríguez *et al.*, 2009). En la Figura 2.1 se muestran los tipos tecnológicos de menas depositadas en la plazoleta de la Planta Piloto de Moa del Centro de Investigaciones del Níquel (CEDINIQ) para la experimentación.



Figura 2.1 - Tipos tecnológicas de menas extraídas del yacimiento Yamanigüey
 Clasificación del perfil laterítico adoptado para el propósito de la investigación. a) FL – Ferroníquel Limonítico (zona limonita, $35 \leq \text{Fe} \%$); b) FS – Ferroníquel Saprolítico (zona saprolita lixiviada o de transición, $12 \leq \text{Fe} \% < 35$); c) FD1- Ferroníquel Duro (zona saprolita agrietada o serpentinizada, $7 \leq \text{Fe} \% < 12$); d) FD2 – Ferroníquel más duro (zona peridotita, $6 \leq \text{Fe} \% < 7$) y; e) EI – Estéril de intercalaciones admisibles ($0,8 \leq \text{Ni} \% < 0,9$).

Fuente: Majendíe y colaboradores, 2010

2.1.1 Muestreo y conformación de las mezclas metalúrgicas

La conformación de las mezclas metalúrgicas se realizó sobre la base de toma y pesaje de los tipos tecnológicas de menas recibidas, y para ello, se tuvieron en cuenta criterios geológicos y resultados metalúrgicos de investigaciones precedentes (Majendíe y Martín 2002; Rodríguez *et al.*, 2009; Majendíe *et al.*, 2010, 2011; Pons *et al.*, 2011, 2013). La cantidad de limonita incorporada osciló entre 10 a 30 % y, el estéril de intercalaciones admisible fue mantenido en 9 % respecto a la masa total, según lo sugerido por Rodríguez *et al.*, 2009.⁷

La técnica de muestreo empleada fue el muestreo estratificado en pilas de mineral con tomas elementales de forma aleatoria; se consultaron para ello, normas de muestreo de materiales a granel: ISO 3082 y su homóloga japonesa, JIS M 8100. El peso total de las muestras fue de aproximadamente 1 000 kg (base húmeda) para cada tipo tecnológico de menas.

⁷ Representa el valor promedio en el yacimiento Yamanigüey (Rodríguez *et al.*, 2009).

Se empleó para el cuarteo (cono y anillo) y para la homogeneización un cargador frontal con cuchara de $\approx 0,25 \text{ m}^3$ de capacidad y, a partir de ese cuarteo (cuatro pases como mínimo), se conformaron las muestras básicas de aproximadamente 50 kg de peso, las que fueron preparadas para los ensayos metalúrgicos, físico-químicos y mineralógicos (véase en la Figura 2.2 el esquema general de preparación).

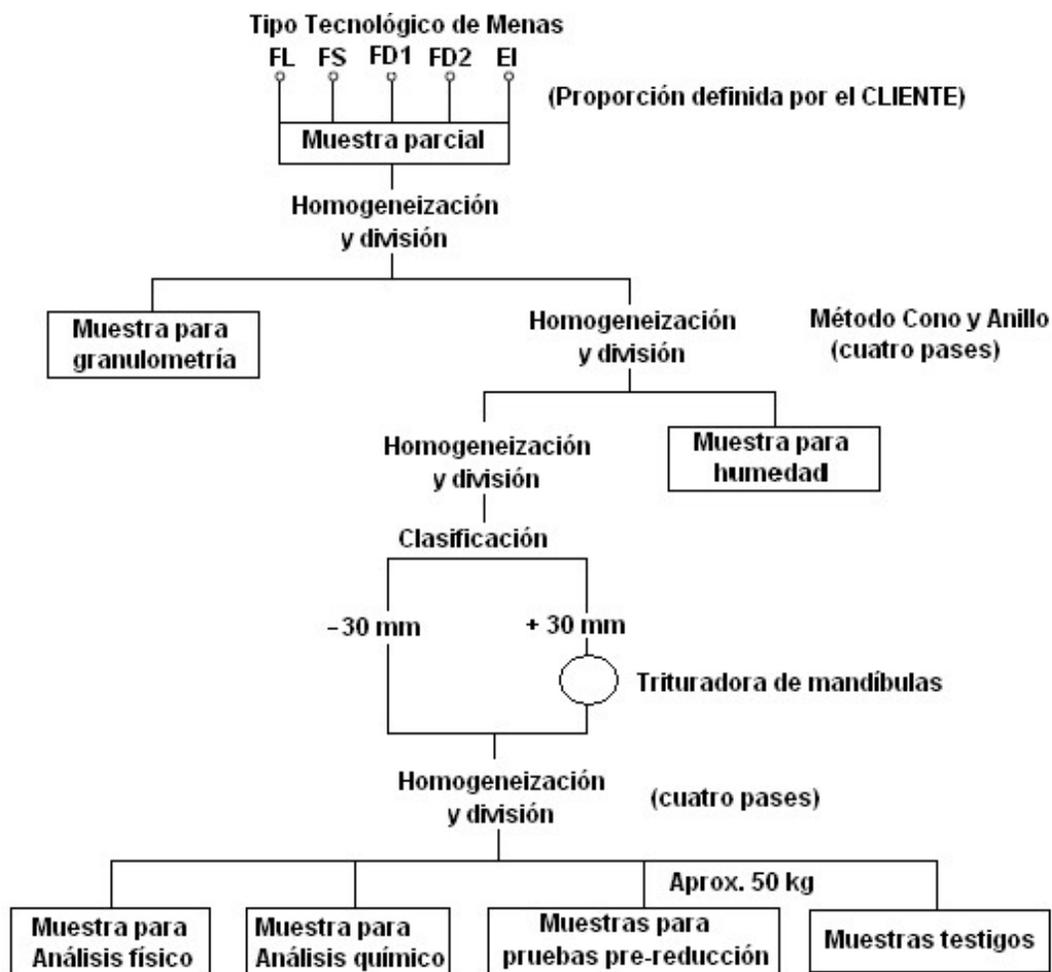


Figura 2.2 - Esquema general de preparación de las mezclas metalúrgicas
Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

La composición química promedio de los tipos tecnológicos de menas recibidas se presenta en la Tabla 2.1. De la tabla se aprecia una alta relación SiO_2/MgO de la mena FL, al igual que del estéril (EI) y, en menor medida, la FS.

Tabla 2.1 - Composición química por tipo tecnológico de menas, en %

Menas	NiO	CoO	Fe ₂ O ₃	MgO	SiO ₂	Fe/Ni	SiO ₂ /MgO
FL	2,1	0,17	55,2	4,6	12,7	25,3	2,76
FS	2,6	0,07	30,6	18,4	27,2	11,2	1,48
FD1	3,0	0,06	31,2	19,7	25,9	9,9	1,31
FD2	1,7	0,04	20,7	27,6	33,9	10,9	1,23
EI	1,2	0,03	24,0	20,4	39,1	19,6	1,92

Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

Se prepararon siete mezclas metalúrgicas con las proporciones de limonitas, saprolitas y estéril más probables de constituir las mezclas de partidas de la futura planta metalúrgica para los primeros cinco años de explotación. La relación en peso utilizada se muestra en la Tabla 2.2.

Tabla 2.2 - Proporciones de limonita/saprolita/estéril en la mezcla, en %

Mezclas	Limonita	Saprolita	Estéril
Campaña I			
A ⁸	10	90	0
Campaña II			
B	30	70	0
C	20	80	0
D	15	85	0
E ⁹	10	90	0
Campaña III			
F	25	66	9
G	20	71	9
H	15	76	9

Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

⁸ La mezcla fue conformada a partir del duplicado de la muestra tecnológica extraída en el 2009 del yacimiento Yamanigüey (Bloque I) y representativa del primer quinquenio de explotación para el proyecto Ferróniquel Moa Occidental (Majendí *et al.*, 2010).

⁹ Representa el duplicado de la Mezcla A.

Las mezclas fueron caracterizadas y conservadas en bolsas plásticas para las pruebas experimentales.

2.2 Reductor

Carbón bituminoso de origen venezolano fue usado como reductor en las pruebas de pre-reducción. El carbón fue mezclado con el mineral antes de ser reducido. Véase en el Anexo I las características físico-químicas del reductor empleado.

2.3 Métodos y equipos utilizados

2.3.1 Instalación experimental

Las pruebas de pre-reducción se realizaron en el Laboratorio de Pirometalurgia del CEDINIQ. Se utilizó como unidad experimental un horno tubular rotatorio de laboratorio (“Horno Selas”), el que cuenta con seis botellas de reducción; estas se disponen horizontalmente dentro de una cámara cubierta de refractarios y conectadas a un sistema motriz que le imprimen un movimiento de rotación de 13 rpm. El calor necesario se suministró por medio de 11 quemadores de LPG con regulación manual. El control de la temperatura se logró mediante termopares acoplados a cada botella, lo que permitió registrar la temperatura de la mezcla de forma independiente; indicándose en un registrador de múltiples puntos con señalización en una PC. La zona caliente del horno (solera) se monitoreó constantemente para garantizar uniformidad en la temperatura. El horno permitió procesar simultáneamente dos muestras (por triplicado). La instalación experimental utilizada y un esquema simplificado de las botellas y sus dimensiones fundamentales se ilustran en la Figura 2.3.

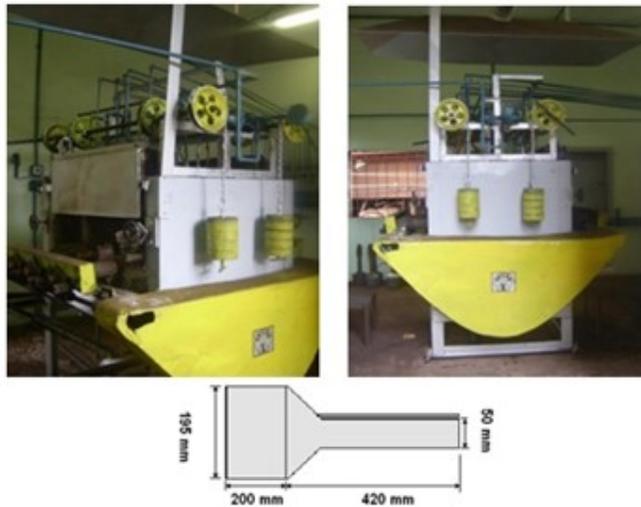


Figura 2.3 - Fotos de la instalación experimental

En esta instalación, las mezclas metalúrgicas fueron secadas, calentadas, calcinadas y parcialmente reducidas bajo condiciones controladas de temperaturas y concentración de gases reductores.

2.3.1.1 Equipos auxiliares

- Balanza electrónica KERN; modelo 573-46;
- Tambor mezclador basculante de laboratorio, modelo RLX-3 (se empleó para la homogeneización de las mezclas metalúrgicas).
- Tamizadora de ensayo TYLER Ro-Tap® 8" RX-29, Modelo B; con juegos de tamices (ASTM 11) de acero inoxidable, con batidor de 200 mm de diámetro y 50 mm de altura.

En la etapa de enfriamiento, para el control y registro de las temperaturas de las calcinas pre-reducidas, se empleó un pirómetro portátil infrarrojo IMPAC IGA 15 plus digital, altamente preciso con incorporación de registro de datos.

2.3.2 Procedimiento experimental

En los experimentos se mantuvo constante los parámetros que se muestran en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 - Parámetros y condiciones operacionales

Parámetro	U/M	Valor
Tamaño máximo nominal del carbón reductor (d_{95})	mm	12,5
Humedad inicial de las mezclas metalúrgicas	%	20 a 22
Temperatura máxima de reducción	°C	850 a 950
Tamaño máximo del mineral alimentado (d_{95})	mm	30,0
Velocidad de calentamiento a partir de ≈ 350 °C	°C/min	5 ~ 14

Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

La masa de la mezcla metalúrgica (base seca) por botellas fue de ≈ 790 g. El tiempo de residencia a la máxima temperatura (950 ± 3) °C se planificó entre 40 y 60 min y está en correspondencia con la práctica industrial según Patzelt. *et al.*, (2004). El horno fue previamente calentado hasta 350 °C antes de introducir las muestras para simular la temperatura de los gases en el ducto de entrada de un horno industrial, una vez finalizado el tiempo de reducción, las calcinas pre-reducidas se enfriaron hasta temperatura ambiente bajo corriente de argón a un flujo de ~ 30 mL/min para evitar posible reoxidación; posteriormente, fueron reducidas por cuarteo sucesivo; una porción se destinó para el análisis granulométrico y la otra para el análisis físico-químico. La preparación de la carga a la unidad experimental y el procedimiento para las pre-reducción se describen en el Anexo II.

Las velocidades de calentamiento promedio obtenidas en cada experimento (por zonas), para tiempo total de reducción de 120 min y tiempo teórico a la máxima temperatura de ≈ 40 min se muestran en la Figura 2.4.

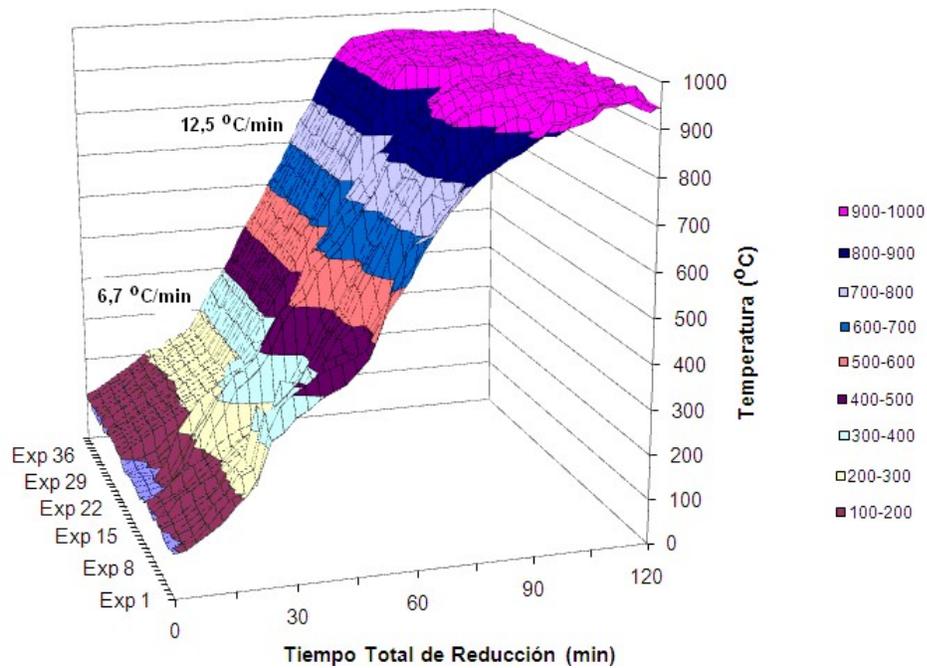


Figura 2.4 - Curvas de calentamiento

Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

Se observa cumplimiento de la velocidad de calentamiento durante las pruebas, como promedio se logró 37,3 min a la máxima temperatura, valores máximo y mínimo entre 42,0 y 36,0 min respectivamente (desviación estándar de 1,5). De las 48 mediciones realizadas, en el 90,97 % de las veces el tiempo total a la máxima temperatura resultó ser ≥ 37 min.

En la Figura 2.5 se muestran las velocidades de calentamiento alcanzadas para tiempo total de reducción de 180 min; en ella se aprecia la estabilidad conseguida por zonas, la máxima temperatura (950 ± 3) °C se mantuvo como promedio por 58,9 min, lo que constituyó un cumplimiento del 98,17 % de lo planificado; por tanto, hubo correspondencia con las velocidades de calentamientos y las reportadas en hornos rotatorios industriales, según sugiere Patzelt *et al.* (2004).

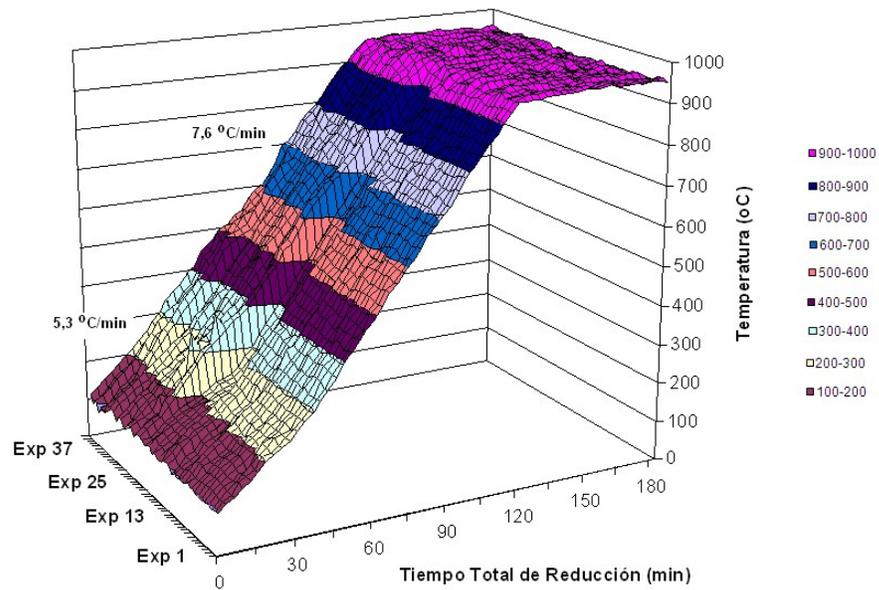


Figura 2.5 - Curvas de calentamiento
(Tiempo teórico a la máxima temperatura ≈ 60 min)
Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

2.3.2.1 Cálculos asociados a la experimentación

La masa total (base seca) de mineral y reductor se calculó en una hoja Excel, mediante la expresión 2.1.

$$M_i = Mh * \left(1 - \frac{H_2O}{100}\right) \quad (2.1)$$

donde: M_i - masa total base seca, en g; Mh - masa húmeda, en g.

El grado de reducción del Hierro; definido como, la relación entre la sumatoria del hierro ferroso y el metálico respecto al hierro total en el calcinado, fue usado para definir la cinética de reducción, el que se determinó por la expresión 2.2.

$$\xi_{Fe} = \frac{\sum (Fe^{2+} + Fe^0)}{Fe_{Total}} * 100 \quad (2.2)$$

donde: ξ_{Fe} - grado de reducción del Hierro, en %; Fe^{2+} - contenido de hierro ferroso en la calcina, en %; Fe^o - contenido de hierro metálico en la calcina, en %; Fe_{Total} - contenido de hierro total en la calcina, en %.

Para el grado de reducción del Níquel (metalización) se empleó la expresión 2.3.

$$\xi_{Ni} = \frac{Ni^o}{Ni_{Total}} * 100 \quad (2.3)$$

donde: ξ_{Ni} - grado de reducción del Níquel, en %; Ni^o - contenido de Níquel metálico en la calcina, en %; Ni_{Total} - contenido total de Níquel en la calcina, en %.

2.4 Métodos químico-físicos y mineralógicos

2.4.1 Métodos químicos

Los contenidos de Ni, Fe, SiO₂, MgO, Al₂O₃ y Cr₂O₃ en la mezcla de alimentación y el pre-reducido, se determinaron por descomposición de la muestra por fusión con mezcla de carbonato y tetraborato de sodio (2:1) y se utilizó un espectrómetro de emisión por plasma inductivamente acoplado (Figura 2.6).



Figura 2.6 - Espectrometría de Emisión Óptica de Plasma Inductivamente acoplado (ICP), Modelo JY 124

Los contenidos de Ni y Fe metálico se determinaron por la técnica de ataque con solución de bromo-metanol y la absorbencia por espectrometría de absorción atómica, EAA (Figura 2.7).



Figura 2.7 - Espectrofotómetro de absorción atómica Modelo *ContrAA*® 300, de *Analytik Jena AG*

El contenido de Fe^{2+} se determinó por método valorado. El Fe^{3+} se calculó por la diferencia entre el Fe^{2+} y el Fe total. Los contenidos de S y de C se determinaron por el método de combustión con inducción y detección infrarrojo en un analizador automático (CS-Mat 6500 STROHLEIN *Instruments*).

2.4.2 Métodos físicos

Las propiedades físicas del material laterítico constituyen uno de los aspectos fundamentales que caracteriza esta materia prima mineral; pues, inexorablemente, éstas influyen en su comportamiento durante determinados procesos físicos que ocurren en la metalurgia del Níquel (Rojas-Purón, 1994).

Los análisis físicos realizados fueron:

- Ángulo de reposo estático (natural): el método de ensayo se basó en norma estandarizada (NC-12:1998).
- Densidad aparente y real: método picnómetro para sólidos.

- Pérdida de peso por ignición (PPI) por el método termogravimétrico. Se determinaron por calentamiento en mufla a 950 °C durante una hora. El valor de la pérdida se calculó por la diferencia entre los pesos de la muestra antes y después de calcinada.
- Humedad del mineral por el método gravimétrico.
- Granulométrica: Se realizó por el método de tamizado húmedo; se emplearon 15 tamices normalizados acorde a lo establecido en la norma NC 631:2014. El peso de las muestras para el ensayo fue de 15 kg, asumiendo un tamaño máximo de partículas en la muestra inicial de 50 mm.

2.4.3 Análisis mineralógico

El estudio mineralógico de las mezclas metalúrgicas se efectuó en el CEDINIQ. El análisis de fase se realizó por difracción de rayos X mediante el método de polvo, empleando un Difractómetro *PaNalytical X'Pert³ Powder* con radiación Cu K α y filtro de Ni en intervalo de registro angular de 4-80° (2 Θ), con un paso angular de 0,008° y tiempo de conteo de 3 s. El análisis cualitativo de fases se realizó con la utilización del Programa de Adquisición de datos “*Data Collector*”.



Figura 2.8 – Difractómetro *PaNalytical X'Pert³ Powder*

Para las mezclas de mayores probabilidades de formar parte de las menas de alimentación a la futura planta metalúrgica (Mezclas F, G y H); se les realizaron

simultáneamente análisis térmicos complementarios, como fueron: DTG-TG y DSC en un equipo de marca NETZSCH, modelo STA 449 F3 en el Laboratorio de Mineralogía y Análisis de Fases del Departamento de Caracterización de Materiales del CIPIMM. El análisis termogravimétrico permitió determinar los intervalos de temperatura en que ocurren las variaciones de masa producidas por el calentamiento de las muestras, los datos de las curvas de DTG-TG y DSC se convirtieron en termogramas continuos con el empleo del programa “*Proteus*” para el procesamiento de los datos, en su versión 5.21/07.04.2001. Otros parámetros fueron: régimen de calentamiento dinámico, masa de las muestras $\approx 60,0$ mg (61,0; 57,5 y 69,0 mg), masa del material de referencia 60,20 mg (Al_2O_3), aire utilizado en la cámara de calentamiento, flujo del gas de 20,0 mL/min (argón), velocidad de calentamiento de 10 °C/min, sensibilidad de la termobalanza de 0,001 mg, de las curvas DSC y TG: -0,001 – 5000 $\mu\text{V}/\text{mg}$ y rango de temperatura ensayada de 24 a 1000 °C.

2.5 Diseño experimental

A partir de resultados de estudios preliminares realizados (IGEO *Mineração*, 2009; Majendíé *et al.*, 2011; Pons *et al.*, 2011, 2013) se seleccionaron para la evaluación, siete mezclas metalúrgicas. Las pruebas experimentales se estructuraron en tres campañas:

Campaña I: comprendió pruebas exploratorias de pre-reducción evaluando dos factores: cantidad de reductor (4 y 6 % en peso) y tiempo total de reducción (90, 120, 150 y 180 min). En esta campaña se procesó la mezcla A.

Campaña II: cuatro mezclas fueron procesadas (B, C, D y E). Las condiciones de reducción fueron planificadas según los resultados de la campaña I.

Campaña III: en ella se evaluaron tres mezclas con proporciones cercanas a la campaña anterior, más la incorporación del estéril de intercalación admisible (F, G y H). Las condiciones de pre-reducción fueron idénticas a la campaña II.

Para determinar los efectos de las variables seleccionadas sobre el grado de reducción del Hierro y el Níquel, se planificaron pruebas experimentales y se aplicó el diseño factorial mediante el programa computacional *Statgraphics Centurion XV*. Como factores influyentes en el proceso se seleccionó la cantidad de reductor y el tiempo total de reducción. La cantidad másica de reductor a dosificar para cada prueba se obtuvo por cálculos estequiométricos (véase Anexo III).

En la campaña I se realizó un diseño factorial multinivel (Tabla 2.4). En el Anexo IV se muestra la matriz del diseño.

Tabla 2.4 - Niveles de las variables del diseño de experimentos (campaña I)

Factores	Nivel mínimo (-1)	Nivel máximo (+1)	Niveles
X ₁ - Cantidad de reductor (%)	4	6	2
X ₂ - Tiempo total de reducción (min)	90	180	4

En la Tabla 2.5 se muestra los niveles de los factores experimentales para las campañas II y III.

Tabla 2.5 - Niveles de las variables del diseño de experimentos 2²

Factores	Nivel mínimo (-1)	Nivel máximo (+1)
X ₁ - Cantidad de reductor (%)	4	5
X ₂ - Tiempo total de reducción (min)	120	180

Se estableció un diseño factorial que permitió estudiar los efectos de dos factores externos en 12 corridas (por mezclas metalúrgicas). El diseño se corrió en tres bloques; el orden de los experimentos fue aleatorio, lo que aportó protección

contra el efecto de variables ocultas. Véase en los Anexo V y VI las matrices del diseño de experimentos para las campañas II y III.

2.6 Conclusiones del Capítulo II

Del análisis realizado se concluye lo siguiente:

1. Se prepararon siete mezclas representativas a partir de cinco tipos tecnológico de menas que conforman el perfil vertical del yacimiento objeto de estudio y en las proporciones que se esperan sean alimentadas a la planta metalúrgica (fundamentalmente las de la campaña III).
2. Los métodos de investigación utilizados se complementan con el empleo de una actualizada base experimental y equipamientos novedosos para el desarrollo de los análisis físico-químicos y mineralógicos, dando cumplimiento a los objetivos propuestos.
3. Se establece un diseño de experimentos preliminar en la campaña I que permitió evaluar el efecto del tiempo total de reducción (90, 120, 150 y 180 min) y el contenido de reductor (4 y 6 %) sobre el grado de reducción del Hierro y el Níquel, resultando un diseño experimental factorial multinivel con tres réplicas, para un total de ocho experimentos (24 resultados).
4. Sobre la base de los resultados de la campaña I, se establece un diseño de experimentos (campañas II y III) que permite evaluar mezclas metalúrgicas con diferentes proporciones de saprolitas/limonitas y estéril de intercalaciones admisibles (campaña III), para los cuales se consideraron como variables independientes el contenido de reductor (4 y 5 %) y el tiempo total de reducción (120 y 180 min), resultando en un diseño experimental factorial 2^2 con tres réplicas, para un total de 12 experimentos por mezclas (84 resultados).

CAPÍTULO III

3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se analizan los resultados de la composición físico-química y mineralógica de las mezclas metalúrgicas, se consideran además, los resultados de las pruebas experimentales de pre-reducción; así como, las características físico-químicas de las calcinas obtenidas durante este proceso.

3.1 Mezclas Metalúrgicas

3.1.1 Composición granulométrica

El contenido del tamaño máximo nominal¹⁰ promedio de las muestras fue de 4,3 % de la masa total ($d_{95} = 30$ mm) y corresponde con la exigida para el mineral de alimentación al horno rotatorio industrial, según el diseño de la futura planta metalúrgica (Documentos del Proyecto Moa Occidental).

Los “finos”¹¹ en las mezclas metalúrgicas constituyen una limitante para la tecnología RKEF. En la etapa de pre-reducción incrementan el arrastre de polvos y, en el horno eléctrico de CA su manejo se dificulta extremadamente.

Los resultados de las curvas de distribución másica por tamaño de partículas se muestran en la Figura 3.1, las que se contrastan con valores de granulometría disponible en la literatura para dos plantas de FeNi.¹²

¹⁰ Definido como la abertura del tamiz donde se retiene hasta el 5 % de la masa total de la muestra ensayada.

¹¹ El término “finos” asumido en la presente investigación se refiere al tamaño de las partículas de las muestras iniciales o calcinas pre-reducidas menor de 0,25 mm y, está en correspondencia con la práctica de las plantas de Ferroníquel de Brasil (Codemin y Morro Azul) [información personal].

¹² Falcondo alimenta briquetas a los hornos para la pre-reducción; por tanto, es la razón de presentar una mayor granulometría del mineral hasta la fracción de 1,0 mm.

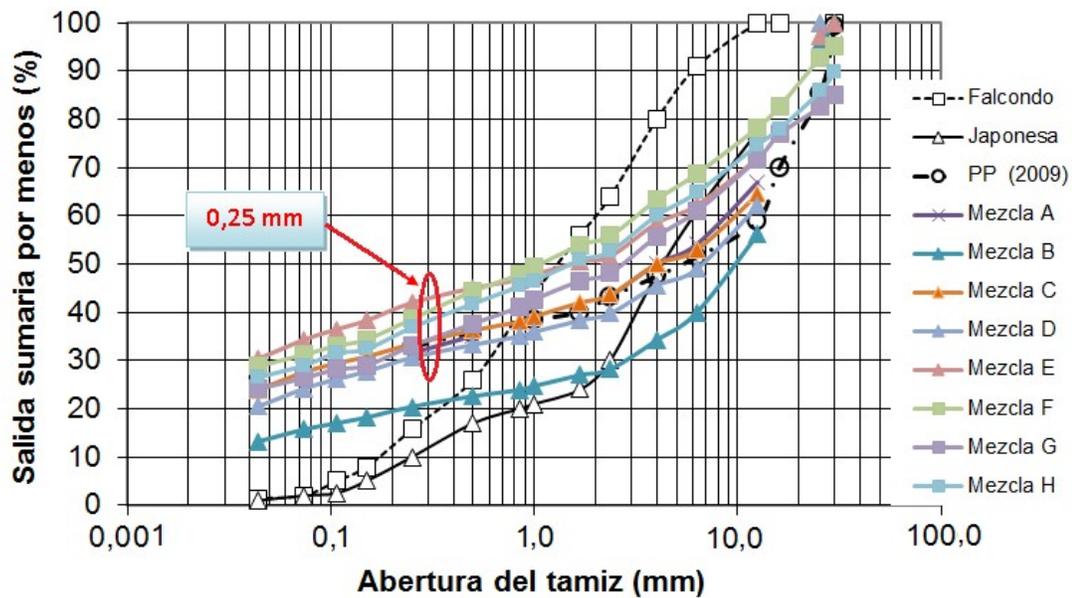


Figura 3.1 - Características granulométricas

Fuente: Majendí y colaboradores, 2010

De la figura se evidencia que las partículas $< 0,25$ mm oscilaron, como promedio, entre 31,6 a 41,0 % del peso total, constituyendo finos para el proceso RKEF. Existe un predominio de las partículas mayores de 4,0 mm. Estas partículas agrupan el 51,47 % del peso de la muestra, entre las que se distinguen las de tamaños entre 4,0 y 12,5 mm que alcanzan el 34,71 % de la masa total. Estos datos corroboran los resultados reportados por otros investigadores (IGEO *Mineração*, 2009; Majendí, 2010 y 2011) y se encuentra en correspondencia con el comportamiento pronosticado para los minerales del yacimiento Yamanigüey.

En sentido general, no se evidenció incrementos de finos por la incorporación de hasta 30 % de material limonítico. Las mezclas clasifican como materiales de aceptable calidad para el proceso de fusión en horno eléctrico y comparable con otras plantas metalúrgicas (Warner *et al*, 2006).

Sin embargo, la incorporación de 9 % del estéril como intercalaciones produjo un efecto significativo en el incremento de los finos (44,8 % como promedio); lo que representó un 13,2 % respecto a la campaña I. Obsérvese que las curvas de

distribución granulométricas para las restantes campañas prácticamente se superponen (incluyendo los datos tomados del informe de la prueba piloto de IGEO *Mineração*, 2009).

3.1.2 Composición química

La calidad del mineral alimentado a los procesos pirometalúrgicos usualmente se mide por la relación Fe/Ni y SiO₂/MgO (Swinbourne, 2014, p. 3). La relación Fe/Ni es un índice que permite predecir el grado relativo de reducción que se puede alcanzar en el proceso bajo condiciones estables de operación. Para minerales saprolíticos, esta relación es inferior a 10, aunque normalmente oscila entre 5 a 12, según reportan Dalvi *et al.* (2004) y Bunjaku *et al.* (2009); mientras que para minerales limoníticos alcanzan valores menores de 25. En las mezclas evaluadas la relación tuvo un comportamiento variable (promedio de 8,13) y está en correspondencia con la cantidad de limonita incorporada. La relación Ni/Co satisface los requerimientos por diseño al mantenerse por encima de 30.

Los resultados confirman la baja relación SiO₂/MgO que caracteriza al yacimiento Yamanigüey —para cualquier variante de mezcla analizada—. Los valores oscilaron entre 1,12 a 1,49 (promedio general de 1,27). Por consiguiente, el contenido de limonita en las proporciones evaluadas no mejoró dicha relación (el valor de diseño previsto es entre 1,6 a 1,7). Con la incorporación del estéril se evidenció un incremento en la relación SiO₂/MgO.

El óxido de Níquel promedió 2,44 % (1,89 % Ni), incluyendo las del estéril incorporado (Mezclas F, G y H). Al excluir estas —se prepararon intencionalmente con bajo contenido de Níquel—,¹³ los minerales del yacimiento Yamanigüey

¹³ Se estima que el contenido promedio de Níquel se estabilice en 1,75 % después de transcurrido los seis primeros años de explotación minera y se mantenga oscilando alrededor de este valor hasta el año 22 de la vida útil del proyecto.

presentan contenido de Níquel comparable a la media mundial, promedio de 2,63 % (2,04 % Ni). El contenido de óxido de hierro total promedio fue de 21,17 % (15,19 % de Fe). Estos resultados son comparables con los datos reportados por Rojas-Purón (1994), Warner *et al.*, (2006) y Swinbourne (2014), por lo que constituyen un material de alta calidad para ser procesado por la tecnología pirometalúrgica.

Según la clasificación propuesta por Dor y Skretting (1979) en función de los contenidos de Fe y MgO, las mezclas preparadas corresponden a la Clase C1; es decir, minerales de tipos intermedios o de transición. La composición química se representa en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 - Análisis químico promedio de las mezclas metalúrgicas, en %

Mezclas	A	B	C	D	E*	F	G	H
NiO	2,57	2,47	2,74	2,76	2,57	2,16	2,21	2,20
Ni	1,99	1,91	2,12	2,14	1,99	1,67	1,71	1,70
CoO	0,06	0,06	0,05	0,05	0,06	0,08	0,06	0,06
Fe₂O₃	17,16	24,45	23,02	20,16	17,16	24,31	22,88	20,02
Fe	12,00	17,10	16,10	14,10	12,00	17,00	16,00	14,00
SiO₂	30,01	27,55	33,40	28,42	30,01	24,70	27,32	26,26
MgO	25,69	24,68	28,60	25,23	25,69	16,60	18,62	19,75
Al₂O₃	3,08	3,05	1,81	2,62	3,08	3,78	3,74	4,23
Cr₂O₃	1,16	1,28	0,98	1,21	1,16	1,17	1,23	1,43
CuO	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
C	0,07	0,04	0,08	0,06	0,07	0,00	0,00	0,00
S	0,02	0,01	0,01	0,00	0,02	0,01	0,00	0,00

*- Duplicado de la mezcla A

3.1.3 Caracterización mineralógica

Las mezclas analizadas exhiben registros DRX muy similares entre ellas, independientemente de las proporciones de limonitas y saprolitas utilizadas en su conformación, como se muestra en la Figura 3.2. Las principales fases detectadas son la serpentina, en este caso, las variedades clinocrisotilo y antigorita

[Mg₃Si₂O₅(OH)₄] y probablemente otros silicatos hidratados como la clorita [(Mg₆Si₄O₁₀(OH)₄] y el talco [Mg₃(OH)₂Si₄O₁₀]. Mientras que los óxidos de hierro, representados fundamentalmente por la goethita cristalina [2FeO·OH] e hidrogoethita (material amorfo presente en la limonita); así como, la arcilla nontronita y la espinela [FeCr₂O₄], son de menor concentración. Otras fases minoritarias pueden ser el óxido de aluminio (gibbsita) y óxidos de manganeso. En general, las mezclas se caracterizaron por presentar ≈ 52,3 % en la saprolita y 28 % en la fase goethita (véase Figura 3.3).

En el Anexo VII se muestran los difractogramas de las mezclas F, G y H y los datos difractométricos.

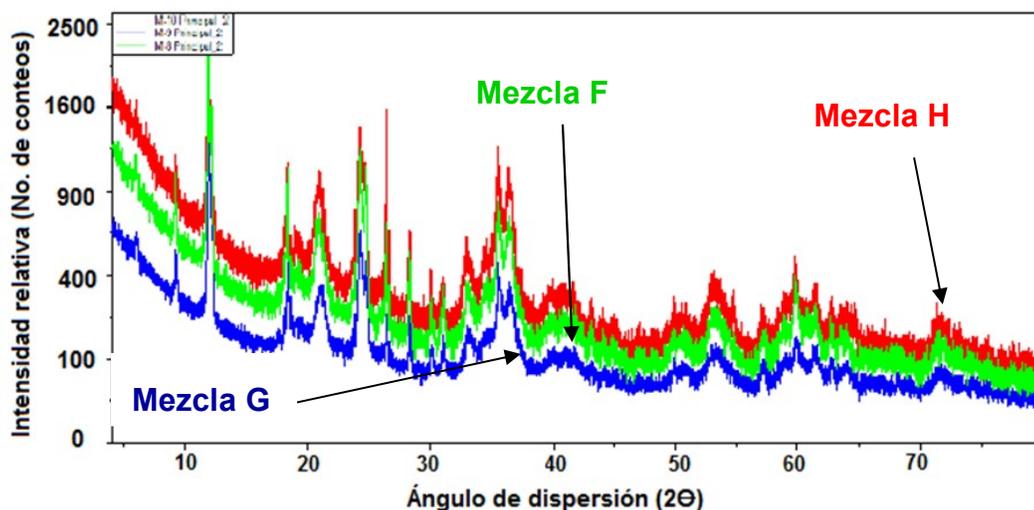


Figura 3.2 – Patrones de los difractogramas de las mezclas estudiadas

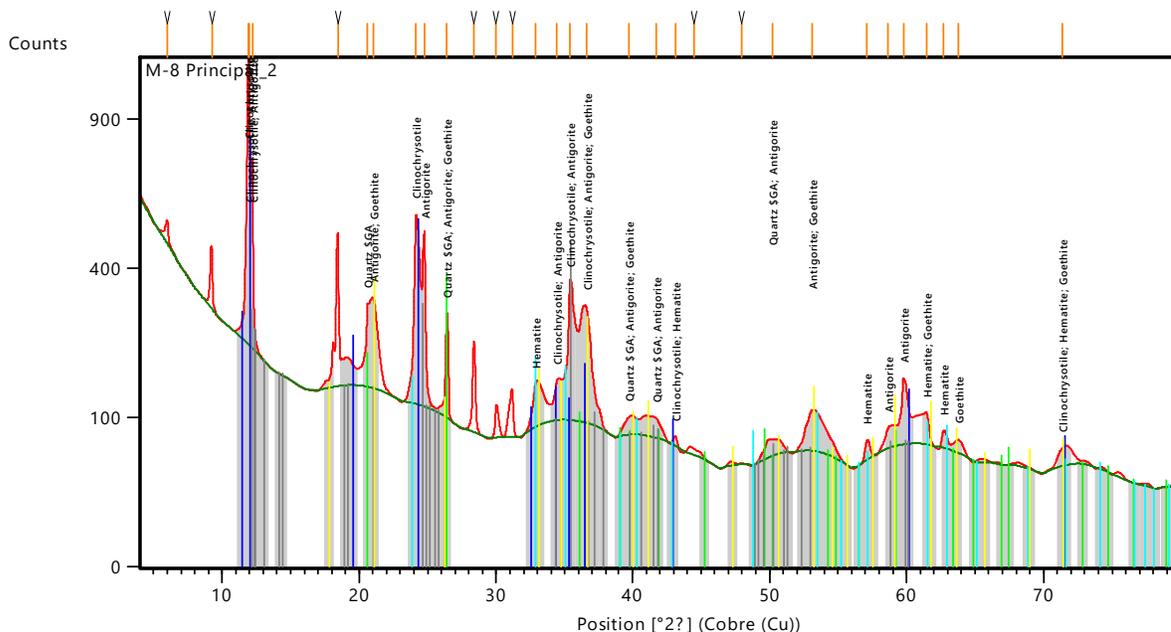


Figura 3.3 –Difractograma característico de la mezcla F

Las muestras analizadas también exhiben registros termogravimétricos —TG-DTG y DSC— muy similares entre ellas, donde se exponen la energía involucrada de cada efectos térmicos y las pérdidas máxicas durante su calentamiento (Figura 3.4). El DSC demostró que hay tres picos o reacciones endotérmicas y una exotérmica. Como se observa, la primera reacción ocurre como promedio a $\approx 104,2$ °C, con una pérdida de masa en la curva TG-DTG de 6,76 %, que es asociada con la evaporación del agua libre o absorbida por el material (no estructural). La segunda reacción endotérmica (exhibe menor área) se manifiesta a 293,1 °C, con 2,89 % de pérdida de masa y es atribuible a la expulsión del agua estructural (deshidratación o descomposición térmica de la goethita en forma de hematita). Por último, una tercera reacción endotérmica ocurre a 640,1 °C, con 6,38 % de pérdidas de masa, causada por las pérdidas de peso por los grupos hidroxilos (OH^-). Los picos a altas temperaturas (reacción exotérmica que se manifiesta a 815,4 °C) fueron registrados entre los intervalos de temperaturas desde 794,5 a 838,2 °C y son atribuibles a la transformación que experimenta la serpentina

niquelífera, asociado al fenómeno de recristalización a fases de olivinos. Estos resultados coinciden con los reportados por otros investigadores como: García, 1997; Li, 1999; Valix y Cheung, 2002; O'Connor, Cheung y Valix, 2006; Bunjaku, Holappa y Kekkonen, 2010; Landers, 2010; Chen y Hayes 2013a; Keskinilic *et al.*, 2012; Rizov, 2012; Pournaderi, 2014.

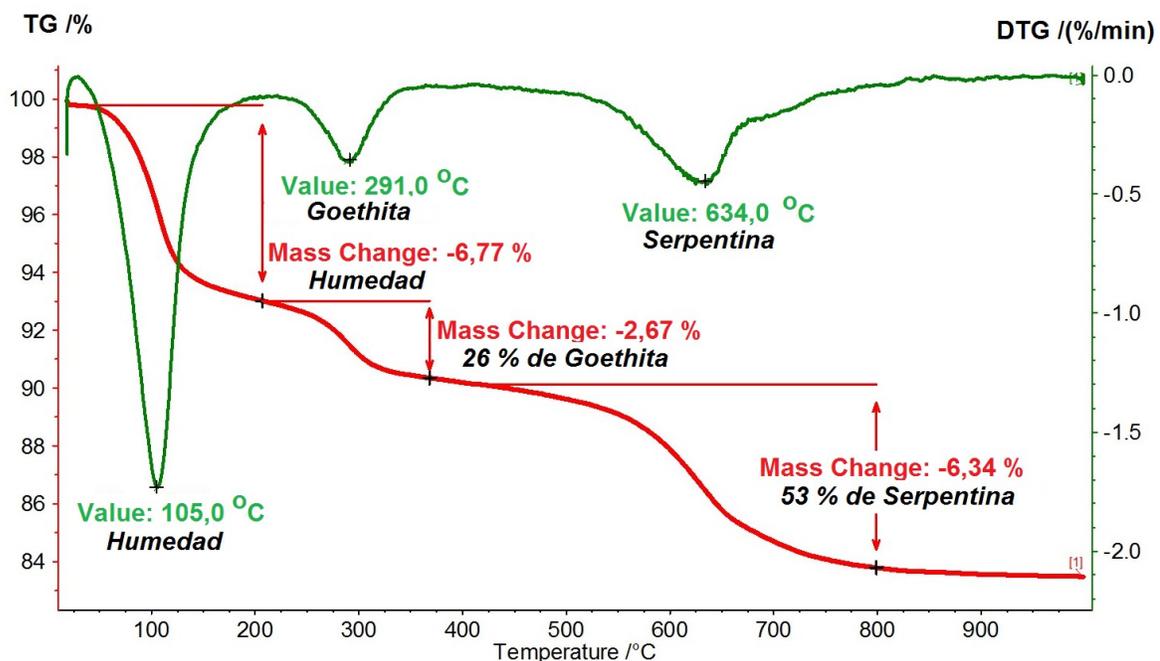


Figura 3.4 – Termograma TGD – TG de la Mezcla F (campana III)

En el Anexo VIII se muestra los termogramas y las curvas DSC de las mezclas G y H, mientras que en la Figura 3.5 se presenta el análisis por DSC. Véase el resumen de los resultados de las tres mezclas estudiadas (Tabla 3.2).

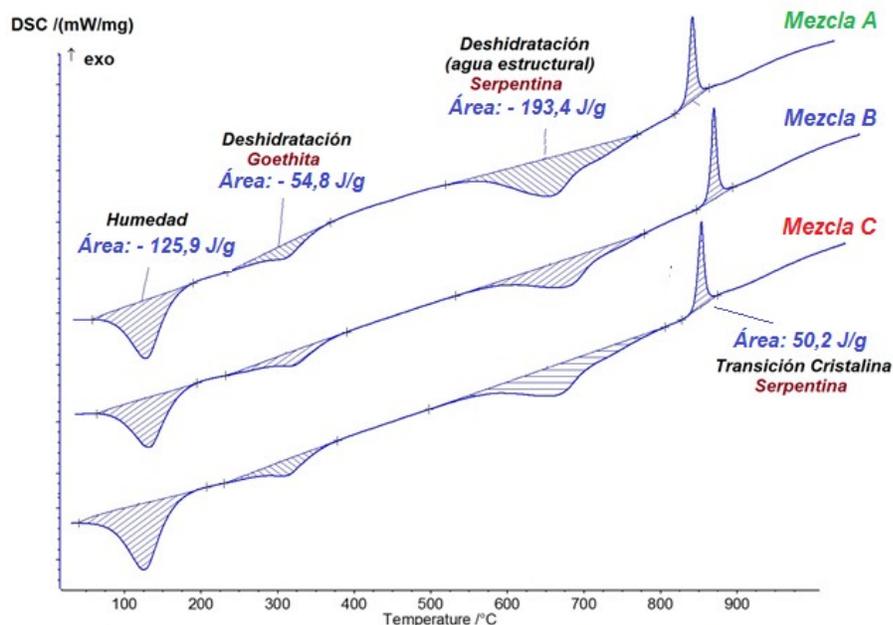


Figura 3.5 – Curvas DSC para las mezclas analizadas

Tabla 3.2 – Resumen de la interpretación del termograma. Mezcla F

A	B	C (°C)	D (°C)	E (%)	F (J/g)	G
1ro	endo.	42,5- 168,0	112,5	6,77	121,10	Agua no estructural
2do	endo.	218,6-350,0	283,3	2,67	50,17	Deshidr. goethita
3ro	endo.	498,2-749,1	637,5	6,34	243,40	Deshidr. serpentina
4to	exo.	798,0-835,0	815,0	0,31	52,34	Trans. cristalina
Total		-	-	16,09	-	

- A - Picos o reacciones involucradas.
- B - Efectos térmicos.
- C - Intervalo de temperatura de la región donde se manifiesta.
- D - Valor central.
- E - Pérdida másica (según las curvas TG-DTG).
- F - Calor involucrado en el proceso (según las curvas DSC).
- G - Designación del efecto térmico.

3.2 Calcina pre-reducida

3.2.1 Composición química

Se observa la consistencia del Níquel total en la calcina pre-reducida para la campaña I, representada en la Figura 3.6 (véase además el Anexo IX); incrementándose ligeramente para las corridas 7 y 8 donde se emplearon los

mayores tiempos de reducción. Al promediar todas las corridas, el Níquel promedio fue de 2,2 % con una desviación estándar de 0,12 %. El Hierro total osciló entre 10,8 y 16,3 %, respectivamente (desviación estándar de 1,7 %) y la relación SiO₂/MgO promedio alcanzada fue de 1,2.

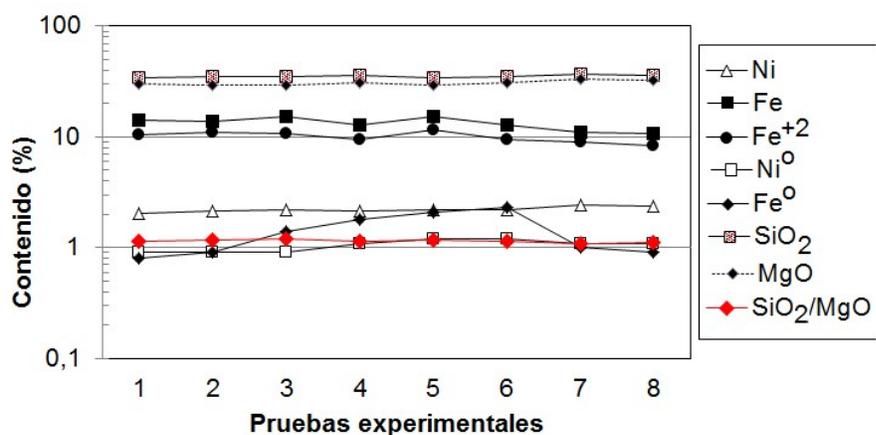


Figura 3.6 - Composición química promedio de las calcinas pre-reducidas, en %

La composición química promedio de las calcinas pre-reducidas en las campañas II y III se muestran en los Anexo X y XI. Se aprecia una estabilidad en cuanto a los elementos de intereses (Níquel, Hierro, Sílice y Magnesio), independientemente de las proporciones de limonita/saprolita/estéril estudiadas (campaña III). El Hierro total promedió 15,9 %, valor cercano al de diseño, mientras que la relación SiO₂/MgO supera el valor de 1.4; siendo las calcinas con el estéril incorporado las de mayor relación. No obstante, estos valores aún son muy bajos y están en correspondencia con las relaciones obtenidas en las mezclas alimentadas.

3.2.1.1 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre el contenido de carbono fijo

El contenido de carbono fijo residual (CF) es un índice fundamental en el proceso de fusión en HAE, su contenido garantiza el completamiento de las reacciones de reducción del Hierro y el Níquel remanente de la etapa de pre-reducción; además,

determinan el grado final del FeNi producido, es decir, un exceso repercute en el incremento de la reducción del hierro y; por consiguiente, se obtiene un FeNi de bajo Níquel y generalmente con alto carbono, lo que trae consigo un encarecimiento de los costos de la refinación. Un defecto, también es perjudicial para el desarrollo de las reacciones de reducción, es por ello, que existe un estrecho margen de contenido de CF residual que garantiza la efectividad del proceso.

Es característico que una determinada cantidad del carbón añadido en la mezcla aparezca en el calcinado sin combustionar, como se aprecia en la Figura 3.7. Este carbón aporta el CF residual para el completamiento de las reacciones de reducción en el HAE.

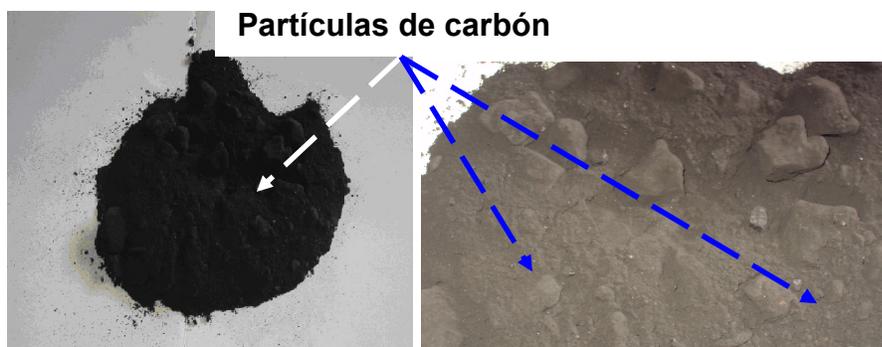


Figura – 3.7 Vista de calcina pre-reducida donde se observan partículas de carbón sin reaccionar

El efecto del contenido de CF con respecto al tiempo de reducción fue investigado, manteniendo la temperatura de reducción en 850 °C y dos niveles del reductor (Figura 3.8); por ejemplo, para contenido de 6 % se obtuvo como promedio un valor muy alto para el proceso (3,88 %), este fue disminuyendo con el incremento del tiempo de reducción; idéntico comportamiento se observó cuando se adicionó 4 % de reductor. Es evidente el efecto positivo que presenta el tiempo de reducción sobre el contenido de carbono residual, mientras que los resultados de CF residual para 4 % de reductor están por encima del valor de diseño, excepto para la corrida con el máximo tiempo total de reducción.

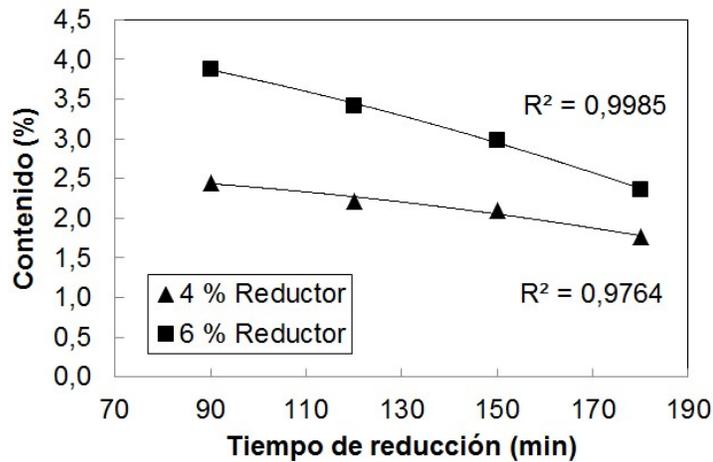


Figura 3.8 – Efecto del contenido de CF respecto al tiempo y potencial de reducción

Las campañas II y III se caracterizaron por un incremento de 100 °C en la temperatura de reducción (950 °C) y la disminución del reductor hasta 5 %, con la finalidad de disminuir los niveles de CF residual sin detrimento en el grado de reducción del hierro. Los resultados se representan en la Figura 3.9, donde se observa el efecto positivo que tiene el incremento de la temperatura para niveles de reductores entre 4 y 5 %, respecto al contenido de CF en la calcina. El valor promedio obtenido fue de 1,34 a 1,67 %, respectivamente.

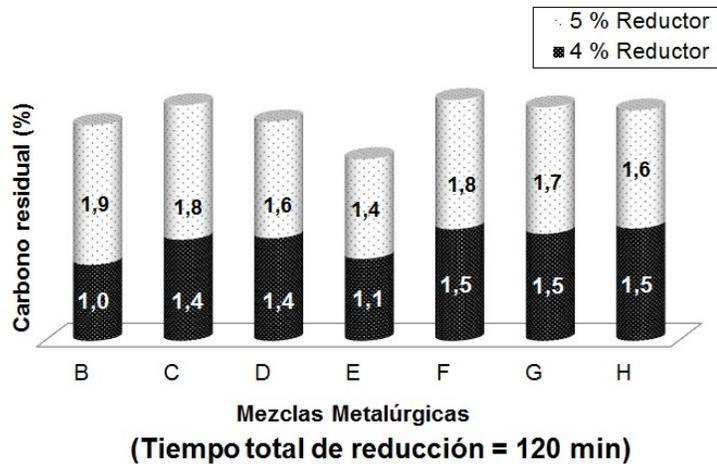


Figura 3.9 - Contenido de carbono fijo residual en las calcinas pre-reducidas

En la Figura 3.10 se muestran los resultados cuando se incrementó el tiempo de reducción hasta 180 min y se aprecia contenido de CF con valores semejante a lo pronosticado para la futura planta. Esto sugiere que con 4 % de reductor, se puede esperar valores aceptables de grado de reducción del hierro y Níquel con suficiente CF para completar las reacciones de reducción en el HAE, sin la necesidad de añadir coque metalúrgico en el mismo.

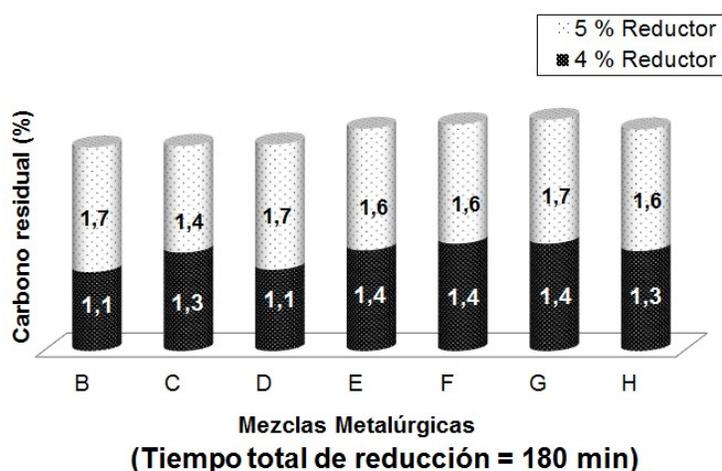


Figura 3.10 - Contenido de carbono fijo residual en las calcinas pre-reducidas

3.2.1.2 Efecto del contenido de reductor respecto al azufre residual

El contenido de azufre en la calcina proviene de tres fuentes fundamentales: (i) en menor medida, por el contenido en el mineral; (ii) el que se absorbe proveniente de la cámara de combustión del secador y del horno rotatorio y; (iii) el aportado por el reductor. Por experiencia práctica, se estima que cerca del 50 % del azufre en el combustible es absorbido en la calcina, de ahí que en la industria del FeNi se emplean combustibles y reductores de bajo contenido de azufre.

El azufre residual promedio para las condiciones evaluadas fue 0,061 % y desviación estándar de 0,01 %. El efecto del incremento del reductor de 4 a 5 % produjo un incremento insignificante de solo 0,009 % como promedio. El balance

de azufre se representa en el Anexo XII donde se asevera que la mayor fuente de entrada del azufre lo constituye el reductor con 74,9 % del total, mientras que la calcina absorbió el 68,3 % del azufre de entrada, aspecto a tener en cuenta para el proceso industrial.

3.2.2 Comportamiento de la pre-reducción

3.2.2.1 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre la reductibilidad del Hierro

Los principales resultados para la campaña I se resumen en la Figura 3.11 y en el Anexo XIII. Se observa que los niveles de reducción del Hierro hasta ferroso (Fe^{2+}) fueron superiores al 70 %, incrementándose hasta 80 % para el tiempo total de reducción de 180 min; por su parte, la metalización del Hierro osciló entre 5,9 y 21,1 %. Se observó que el incremento del reductor de 4 a 6 % para tiempo de reducción ≥ 150 min produjo un ligero decrecimiento de la reducción del Hierro hasta ferroso; similares resultados fueron reportados por otros investigadores (Kukura *et al.*, 1979; Valix and Cheung, 2002; Elliott, 2015).

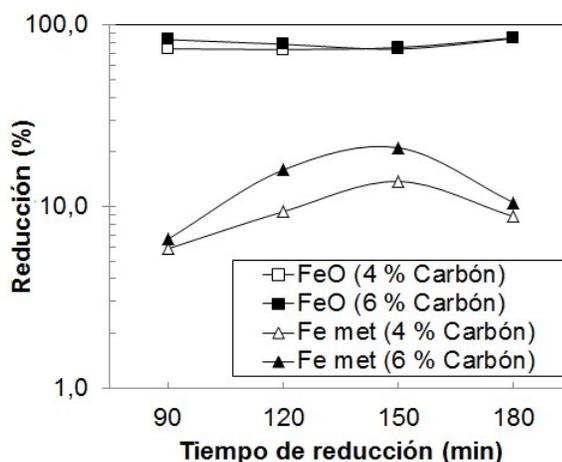


Figura 3.11 – Efecto de la reducción del hierro sobre el tiempo de reducción
(Temperatura de reducción = 850 °C)

La reducción del hierro para un tiempo total de reducción de 120 min y contenidos de reductor entre 4 y 5 % (campañas II y III) se muestra en la Figura 3.12. Significativa fracción del óxido de hierro fue reducida a óxido ferroso para 4 % de reductor (alrededor de 72 a 74 % promediando ambas campañas). El incremento del reductor hasta 5 % mostró un aumento promedio de la conversión del hierro hasta óxido ferroso para la campaña II; no así para la campaña III, donde se observó una disminución (fundamentalmente para la mezcla H). El hierro metálico fue del orden de 16 a 15 % para los dos niveles de reductores; no obstante, se observó, para ambas campañas, una tendencia a disminuir la reducción del hierro hasta wustita (FeO), con el decrecimiento de la cantidad de limonita añadida a las mezclas.

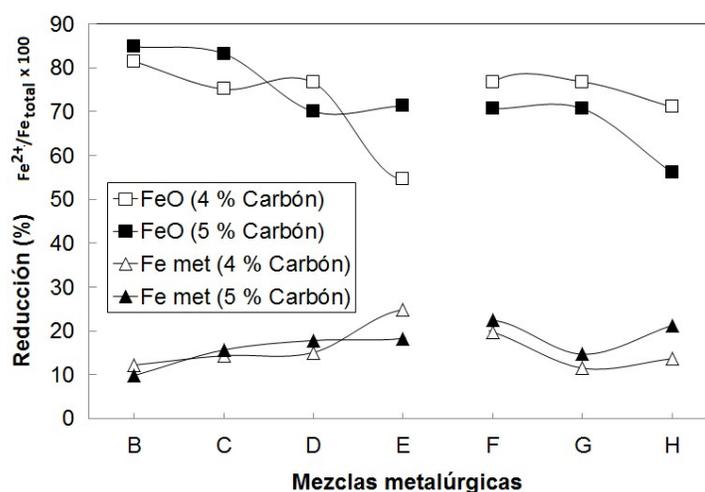


Figura 3.12 - Efecto de la reducción del hierro sobre el tiempo de reducción (Tiempo total de reducción = 120 min; temperatura de reducción = 950 °C)

La reducción del hierro para tiempo total de reducción de 180 min y contenidos de reductores de 4 y 5 %, se muestra en la Figura 3.13 (campañas II y III), se aprecia un comportamiento semejante en la reducción del hierro hasta ferroso para las mezclas B, C, D y E (para 5 % de reductor). La tendencia fue un decrecimiento de la reducción con el incremento del tiempo de reducción de 120 a 180 min y una mayor metalización del hierro; como promedio, la distribución del hierro en la

calcina fue como sigue: la fracción de óxido hierro reducida a ferroso fue alrededor de 66,9 y 66,2 % para 4 % de reductor en ambas campañas (las mezclas con el estéril incorporado mostraron un decrecimiento de cerca de 5 % de óxido ferroso cuando se trabajó con 5 % del reductor). La metalización fue en el orden de 25 % para los dos niveles de reductores (campaña II), mientras que para la campaña III, osciló entre 16,7 y 19,9 % (véase los Anexos XIV y XV).

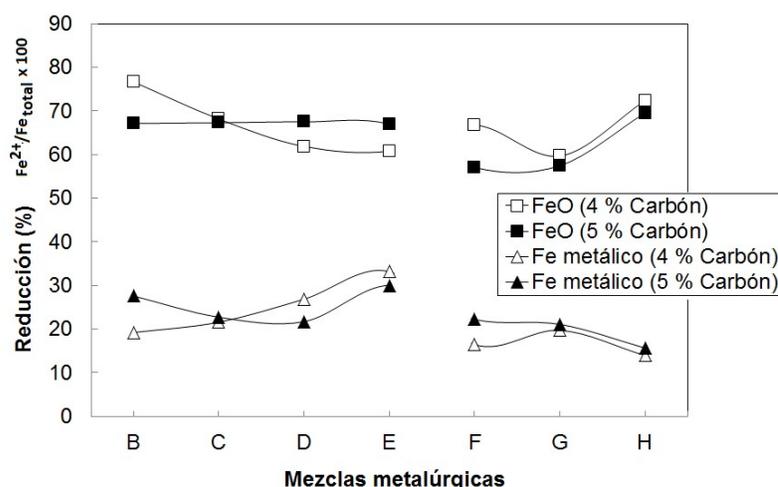


Figura 3.13 - Efecto de la reducción del hierro sobre el tiempo de reducción
(Tiempo total de reducción = 180 min; temperatura de reducción = 950 °C)

El grado de reducción del hierro (ξ_{Fe}) se muestra en la Figura 3.14, donde se aprecia un grado de reducción del hierro superior al proyectado (≤ 80 %) para las mezclas B, C, D y E, obteniéndose reducción promedio de 92 % (desviación estándar de 0,3 %). Por otro lado, se observó una marcada disminución del grado de reducción del hierro para las mezclas con la incorporación del estéril de intercalación admisible, quienes en general promediaron 68,2 % y; de ellas, en la mezcla H se reportaron los menores valores de reducción, oscilando entre 60,3 a 68,4 %.

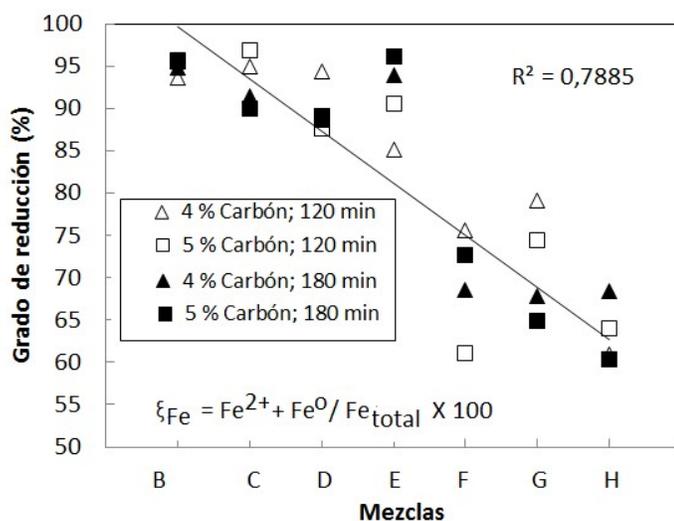


Figura 3.14 – Efecto del reductor sobre el grado de reducción del hierro

3.2.2.2 Efecto del tiempo y el potencial de reducción sobre la metalización del Níquel

El efecto de la metalización del Níquel respecto al tiempo y el potencial de reducción, definido para dos niveles de reductor, se presenta en la Figura 3.15 (campaña I).

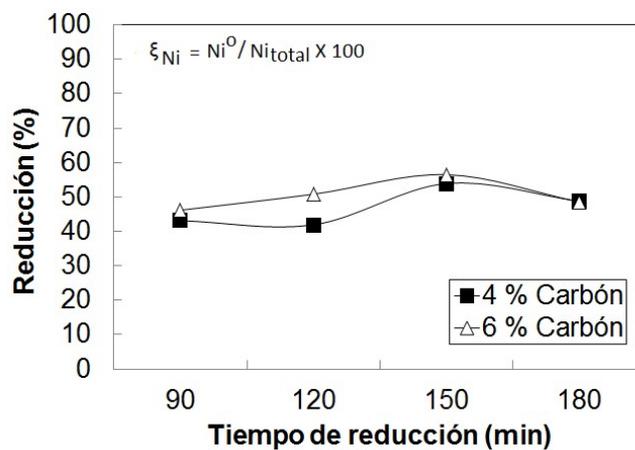


Figura 3.15 – Efecto del tiempo de reducción sobre la metalización del Ni (Temperatura máxima de reducción = 850 °C)

La metalización del Níquel fue superior como promedio en 2,4 veces al valor previsto en el diseño de la futura planta (20 %). En relación con lo anterior, la metalización máxima se alcanzó para 4 y 6 % de reductor y tiempo de reducción de 150 min (53,89 % y 56,47 % respectivamente), en sentido general, se observó el efecto positivo que tienen el tiempo y el contenido de reductor sobre la recuperación del Níquel (para tiempo de reducción entre 90 a 150 min). El incremento del reductor de 4 a 6 % y el tiempo total de reducción superior a 150 min produjo un decrecimiento en la metalización del Níquel entre 5 y 8 %.

En la Figura 3.16 se presentan los resultados promedio de la metalización del Níquel obtenidos en las campañas II y III.

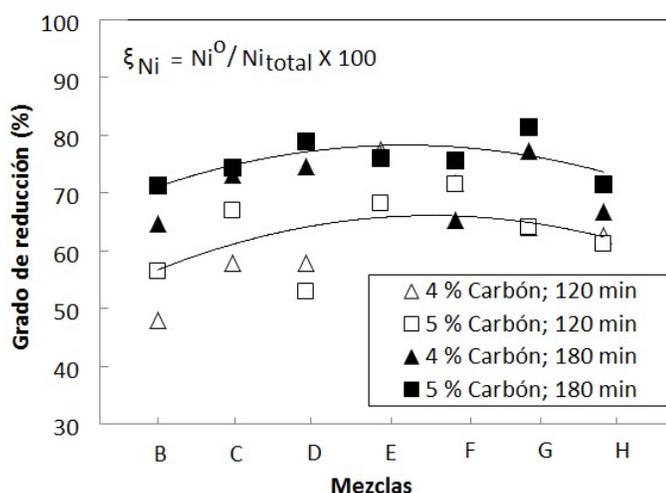


Figura 3.16 - Efecto del potencial de reducción sobre la metalización del Ni (Temperatura máxima de reducción = 950 °C)

En las campañas II y III, la metalización del Níquel fue superior al obtenido respecto a la campaña I, aún para las mezclas conformadas con bajo contenido de Níquel (F, G y H) —influenciado posiblemente por el incremento de la temperatura de reducción hasta 950 °C—. Los valores máximos se obtuvieron para 5 % de reductor y mayor tiempo de reducción. Bajo estas condiciones, la reducción del Níquel fue ≥ 70 % para todas las mezclas evaluadas (promediando por mezclas

75,60 % y desviación estándar de 3,72 %) —independientes de la proporción de limonita y estéril incorporado—. Se observó el efecto positivo que tienen los factores experimentales analizados sobre el grado de reducción del Níquel; un incremento del contenido de reductor de 4 a 5 % y el tiempo de reducción de 120 a 180 min, tuvo un efecto positivo en la metalización del Níquel.

Se demostró que es posible alcanzar una reducción selectiva del Níquel, conjuntamente con la reducción parcial del hierro a estado ferroso de alrededor del 80 %, lo que puede conducir a la obtención de un FeNi de alto grado de Níquel y bajo contenido de carbono durante el proceso de fundición, permitiendo además, disminuir el consumo de electricidad en la etapa de fundición y los costos en el proceso de refinación.

3.2.3 Características físicas de las calcinas pre-reducidas

Las propiedades físicas que caracterizan a las calcinas investigadas se muestran en los Anexos XVI al XVIII. En la Figura 3.17 se muestran los datos obtenidos.

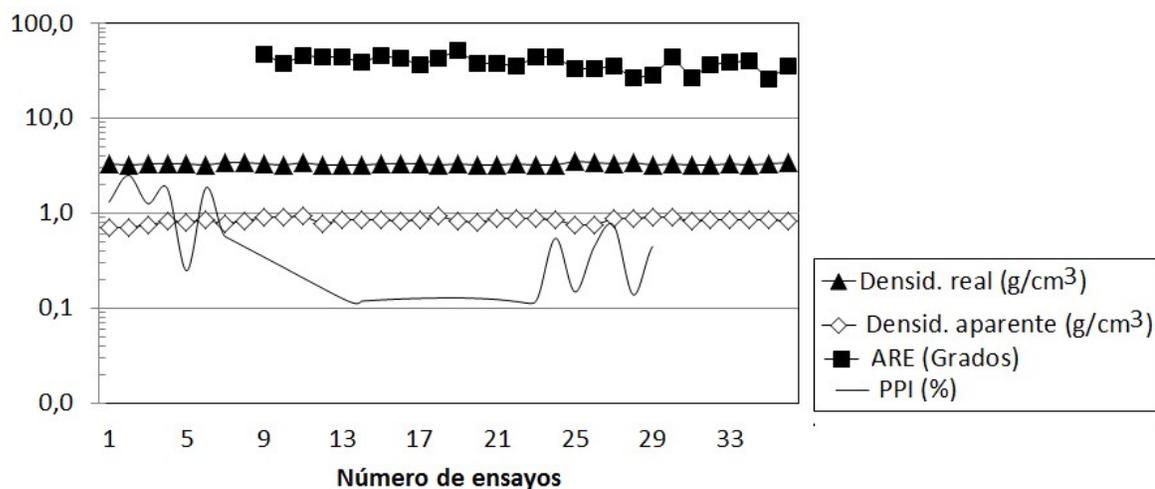


Figura 3.17 – Características físicas de las calcinas pre-reducidas

Las pérdidas por ignición, independientemente de los niveles de los factores evaluados, arrojaron valores de $(0,44 \pm 0,6)$ % y demuestra la profundidad de la calcinación alcanzada, eliminando en su totalidad el agua combinada químicamente en el material. Para un horno rotatorio industrial por diseño se espera 0,5 %.

Uno de los parámetros para medir la capacidad de fluidez de los materiales es el ángulo de reposo estático¹⁴. Para la determinación del ángulo de reposo estático de las calcinas pre-reducidas fue seleccionado el procedimiento de derramado. Las pruebas se realizaron con la calcina a temperatura ambiente; una muestra de ≈ 100 g fue tomada para cada evaluación, en total se realizaron 32 ensayos por duplicado. Los promedios agrupados por mezclas dan valores muy similares, oscilando entre 40,4 y 43,8° con desviación estándar de 1,4.

No se observó variaciones en la densidad de la calcina para las proporciones de limonitas y estéril incorporados a las mezclas. La densidad real y aparente promedio fueron de 3,31 y 0,84 g/cm³, respectivamente.

3.2.3.1 Composición granulométrica de las calcinas pre-reducidas

Las curvas de distribución granulométrica de las calcinas se muestran en la Figura 3.18. Se observa que el promedio de finos fue de 38,1 % (desviación estándar de 11,2) y que las mezclas con el estéril admisible produjeron más finos que el resto de las mezclas evaluadas.

¹⁴ Es el ángulo de la pendiente formada por el cono producido respecto al plano horizontal cuando se deja caer libremente un material

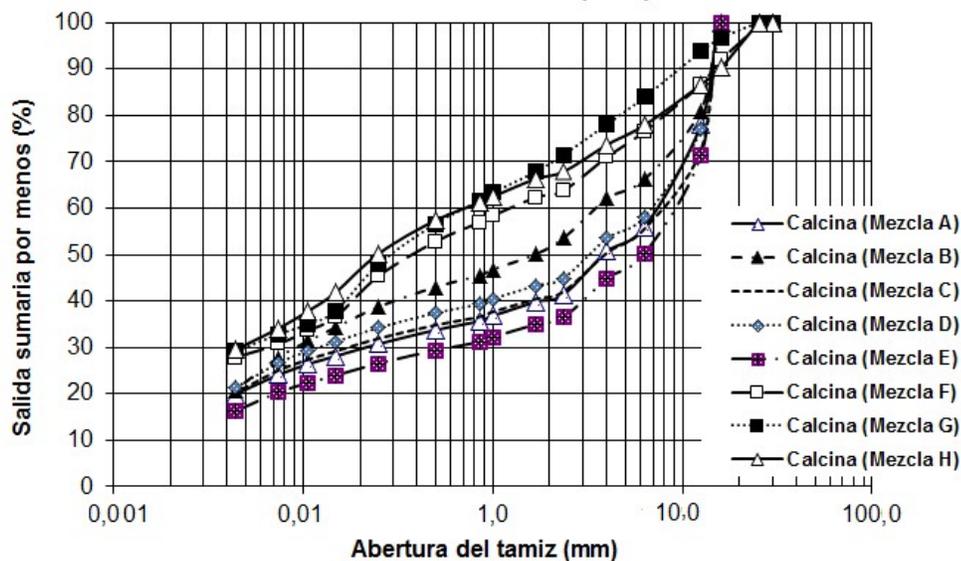


Figura 3.18 - Característica granulométrica de la calcina pre-reducida

En sentido general, se corroboran los resultados obtenidos por otros trabajos donde fue procesada muestra del yacimiento Yamanigüey (IGEO *Mineração*, 2009; Majendié *et al.*, 2003, 2011).

3.2.4 Tratamiento estadístico de los resultados obtenidos

Para demostrar la veracidad de los resultados experimentales, analizar el comportamiento de las variables y la interacción entre ellas, se realizó un estudio estadístico matemático utilizando como herramienta el *software Statgraphics Centurion XV*, que permitieron obtener los modelos que indican la influencia de las variables estudiadas sobre el grado de reducción del hierro y la metalización del Níquel y, las pruebas para la significación de los coeficientes de la ecuación de regresión del modelo.

Se analizaron las mezclas que representan las de mayores probabilidades de ser alimentadas a la futura planta de Ferróníquel (F, G y H). Véase los Anexos del XVII al XXI para las restantes mezclas.

3.2.4.1 Mezcla F

La ecuación de regresión descodificada del modelo ajustado es la siguiente:

$$\xi_{Fe} (\%) = 31,1035 + 6,99862 * Red + 0,373386 * TiempoT - 0,060614 * Red * TiempoT$$

$R^2 = 94,04 \%$; R^2 (ajustada por g.l.) = $91,81 \%$

Error estándar del est. = $1,19933$; error absoluto medio = $0,728611$

Estadístico Durbin-Watson = $1,83477$ ($P=0,2288$).

El análisis del comportamiento del grado de reducción del hierro se muestra en la Figura 3.19, donde se presentan los factores experimentales y su interacción en orden decreciente de importancia, lo que permitió probar la significación estadísticas de sus efectos. Como se observa, la cantidad de reductor y su interacción no ejercen un efecto significativo (para un nivel de confianza del 95 %). Lo contrario sucedió con el tiempo total de reducción, donde un aumento favoreció la reducción del hierro.

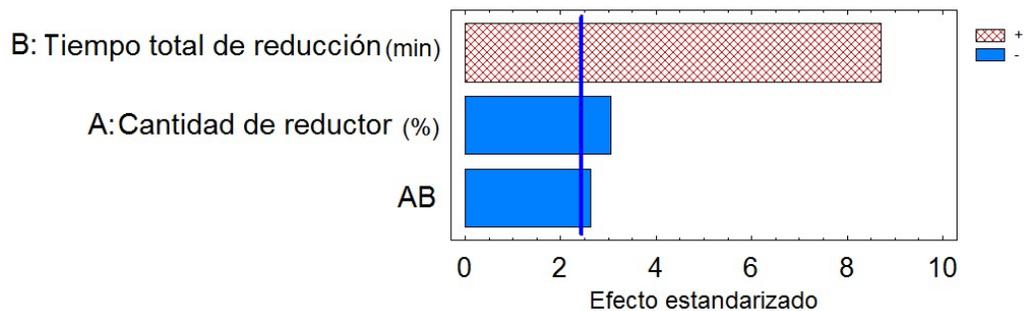


Figura 3.19 - Gráfico de Pareto para el grado de reducción del hierro

A partir de la Figura 3.20 se puede predecir el comportamiento de la reducción del hierro, donde se observó que un incremento del reductor de 4 a 5 % va acompañado de un ligero descenso del grado de reducción ($\approx 3 \%$); mientras que un efecto contrario representa el tiempo total de reducción, donde un aumento del mismo significó un mayor grado de reducción.

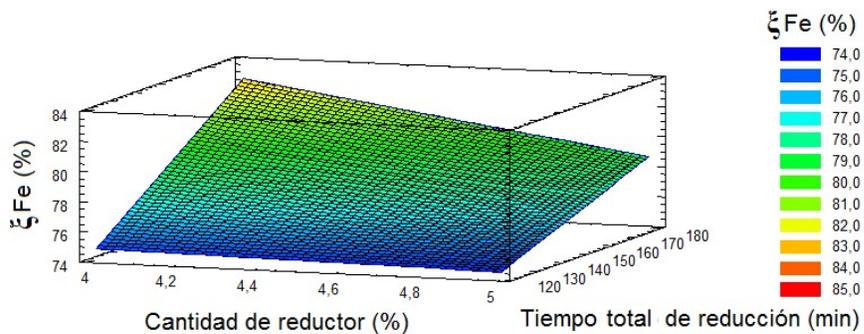


Figura 3.20 - Predicción del grado de reducción del hierro en la mezcla F

Del análisis del gráfico se pronostica que con 4,2 % de reductor y un tiempo total de reducción de 160 min, es suficiente para lograr los índices de reducción necesarios para el hierro de $\approx 79,5$ %. Para estas condiciones se pronostica un grado de reducción del Níquel de 68,8 % (véase para ello el Anexo XXII).

3.2.4.2 Mezcla G

La ecuación que predice la reducción del hierro es la siguiente:

$$\xi_{Fe} (\%) = 135,12 - 8,29667 * Red - 0,308111 * TiempoT - 0,029667 * Red * TiempoT$$

$R^2 = 91,96$ %; R^2 (ajustada por g.l.) = 88,95 %

Error estándar del est. = 2,34607; error absoluto medio = 1,34625

Estadístico Durbin-Watson = 2,53517 (P=0,6542)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,367605

Los efectos de los factores experimentales y sus combinaciones sobre el grado de reducción del hierro se muestran en la Figura 3.21. El incremento del tiempo total de reducción y cantidad de reductor presentan efectos contrarios a los esperados, lo que significa que los niveles inferiores estudiados, constituyeron los valores óptimos para la mezcla G.

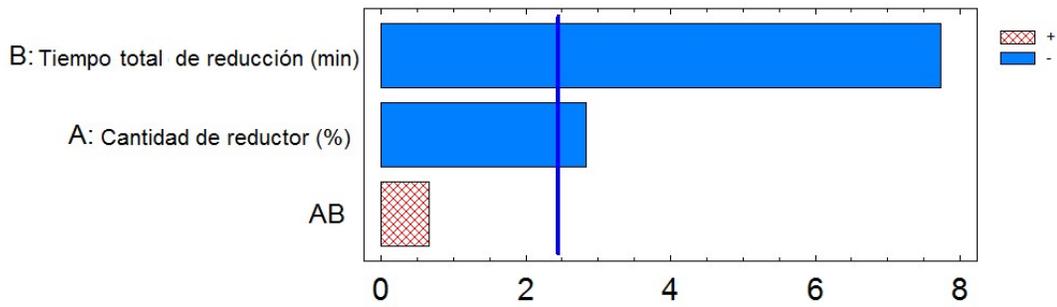


Figura 3.21 - Grado de reducción del hierro para la mezcla G

Se aprecia en la Figura 3.22 el efecto negativo de los niveles de los factores investigados, siendo el tiempo total de reducción el de mayor incidencia.

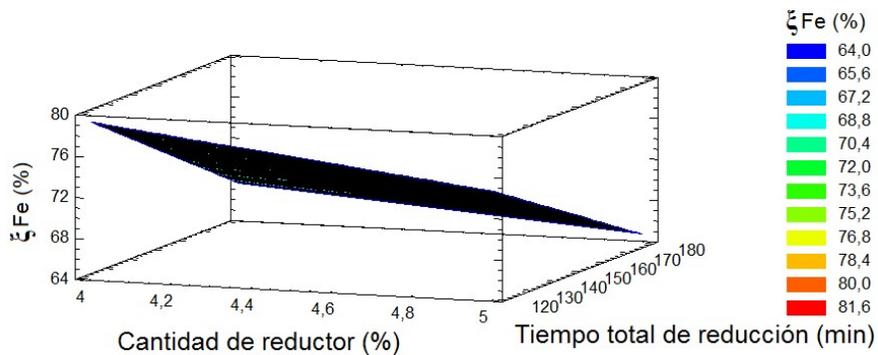


Figura 3.22 - Efecto de los factores investigados sobre el grado de reducción del hierro

Del análisis se observa que, un incremento de ≈ 30 min del tiempo total reducción, se pronostica una disminución del grado de reducción de 11,2 %.

Se comprobó que con la adición de 4,0 % de reductor y un tiempo total de reducción de 115 min, es suficiente para lograr los índices de reducción necesarios para la mezcla G de $\approx 80,2$ %; determinándose además, que el grado de reducción del Níquel, operando bajo estas condiciones, se puede obtener 62,9 % de reducción. Véase en el Anexo XXV un análisis del comportamiento de la reducción del Níquel.

3.2.4.3 Mezcla H

La mezcla H es la que tiene menor contenido de limonita incorporada (15 %). La ecuación descodificada del modelo ajustado para el hierro es la siguiente:

$$\xi_{Fe} (\%) = 295,4 - 51,4939 * Red - 1,34939 * TiempoT - 0,308444 * Red * TiempoT$$

$R^2 = 96,62 \%$; R^2 (ajustada por g.l.) = 95,35 %

Error estándar del est. = 1,45099; error absoluto medio = 0,85

Estadístico Durbin-Watson = 1,88844 (P=0,2559)

Autocorrelación residual de Lag 1 = -0,0840625

En la Figura 3.23 se evidencia que el tiempo total de reducción en el intervalo estudiado tiene un efecto positivo, el contenido de reductor tiene efecto significativo pero de signo negativo; por tanto, con un incremento del reductor es de esperarse una disminución del grado de reducción del hierro, observándose que la interacción tiene el mayor efecto sobre el grado de reducción del hierro.

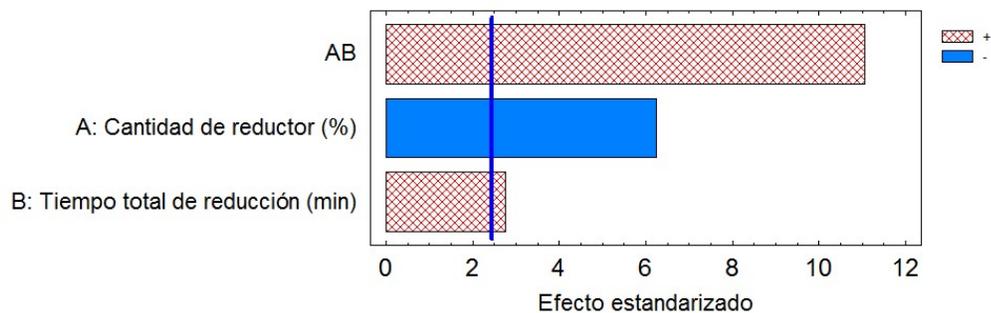


Figura 3.23 - Grado de reducción del hierro en la mezcla H

Del análisis de la Figura 3.24 gráfico, se asevera una reducción del hierro más discreta con respecto a las restantes dos mezclas analizadas anteriormente (incluyendo las cuatro mezclas de la campaña II).

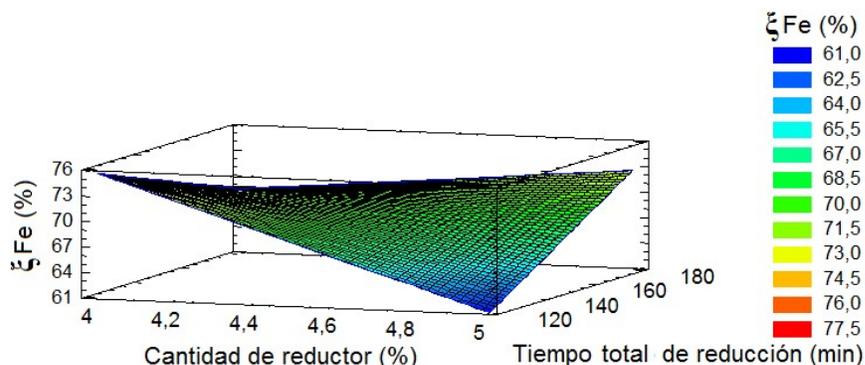


Figura 3.24 - Efecto de las variables investigadas sobre el grado de reducción del hierro

Para valorar el grado de reducción del Níquel ver el Anexo XXIV.

3.3 Conclusiones del Capítulo III

Los principales resultados obtenidos durante la investigación se resumen a continuación:

1. Se conformaron siete variantes de mezclas metalúrgicas preparadas a partir de cinco tipos tecnológicos de menas del yacimiento Yamanigüey (Bloque I); constituyendo menas de aceptable calidad para ser procesadas por la vía pirometalúrgica para la obtención de Ferroníquel, cuyos principales resultados son los siguientes:
 - a- Se evidencia un alto contenido de óxido de Níquel, con valores que fluctuaron entre 2,16 y 2,76 % y promedio de 2,44 % (1,89 % de Ni) y, valores de óxido de hierro total promedio de 21,17 % (15,19 % de Fe).
 - b- La relación SiO_2/MgO fue inferior a lo exigido para la tecnología de electrofusión para la producción de Ferroníquel; la adición de hasta un 30 % de minerales limoníticos y la incorporación de 9 % de material estéril, no produjo un incremento significativo de dicha relación, alcanzándose valores

máximos de 1,49 (solo para las mezclas con el estéril incorporado). Para el resto de las mezclas el promedio fue de 1,12.

- c- Las mezclas metalúrgicas preparadas están caracterizados por partículas mayores de 4,0 mm que representan el 51,45 % de la masa total. Se observó un incremento de 8,9 % de partículas >0,25 mm en las mezclas donde fue adicionado el estéril de intercalaciones admisibles, lo que se traduce en una mayor cantidad de finos para el proceso. No se evidenció incremento de finos por la adición de hasta 30 % de material limonítico.
- d- Las propiedades físicas de las calcinas pre-reducidas, en general, mostraron valores similares de densidad, pérdidas por ignición y ángulo de reposo, independientemente de las proporciones de limonitas, saprolitas y estéril incorporados a las mezclas metalúrgicas.
- e- La combinación de técnicas de análisis mineralógicos demostraron que las fases principales en las mezclas estudiadas fueron: minerales de serpentina en forma de clinocrisotilo, clorita y talco, que en conjunto representan el 31 % en peso, mientras que la fase antigorita representó un 40 %. Los óxidos de hierro, constituidos fundamentalmente por la goethita cristalina e hidrogoethita; así como, la arcilla nontronita y la espinela, se encuentran en menor proporción y constituyen alrededor del 39 % del total de la muestra.
- f- Las mezclas analizadas exhiben registros termogravimétricos TG-DTG y DSC muy similares entre ellas, los termogramas indicaron la existencia de tres reacciones endotérmicas y una exotérmica. La primera reacción ocurre como promedio a 104,2 °C, con una pérdida de masa de 6,76 % (asociada con la evaporación del agua libre). La segunda reacción endotérmica se manifiesta a 293,1 °C, con 2,89 % de pérdida de masa (es atribuible a la expulsión del agua estructural); la tercera ocurre a 640,1 °C, con 6,38 % de pérdidas de masa, causada probablemente por la pérdida de peso por los grupos hidroxilos (OH⁻). La reacción exotérmica se manifiesta a 815,4 °C y

fue registrada entre 794,5 ~ 838,2 °C y se atribuye a la transformación en serpentina niquelífera (fenómeno de recristalización a fases de olivinos).

2. El efecto de la cantidad de reductor y tiempo total de reducción sobre la reducción del hierro propició los resultados siguientes:
 - a- Las pruebas de pre-reducción bajo dos niveles de contenido de reductor (4 y 6 % en peso), tiempos totales de reducción de 90, 120, 150 y 180 min y temperatura de reducción de 850 °C, experimentaron los resultados siguientes: la reducción del hierro hasta ferroso (Fe^{2+}) fue superior al 70 %, incrementándose hasta 80 % para tiempo total de reducción de 180 min. La metalización del hierro osciló entre 5,9 a 21,1 %. Se observó que el incremento de reductor de 4 a 6 % para tiempo de reducción ≥ 150 min produjo un ligero decrecimiento del hierro ferroso.
 - b- Las pruebas de pre-reducción mantenidas con tiempo total de reducción de 120 min, contenidos de reductor entre 4 y 5 % y temperatura de reducción de 950 °C produjeron significativa fracción de óxido ferroso (alrededor de 72 a 74 %). El incremento del reductor hasta 5 % mostró un aumento de la conversión del hierro hasta óxido ferroso para la campaña II; no así, para la campaña III, donde se observó una disminución de la reducción. La reducción hasta hierro metálico fue de 16 al 19 % para los dos niveles de reductores, se observó, para ambas campañas, una tendencia a disminuir el óxido ferroso con el decrecimiento de la cantidad de limonita añadida a las mezclas.
 - c- La reducción del hierro para tiempo total de reducción de 180 min evidenció un comportamiento semejante a la campaña II (para 5 % de reductor). La tendencia fue un decrecimiento de la reducción con el incremento del tiempo de reducción de 120 a 180 min y una mayor metalización del hierro. Como promedio, la distribución del hierro en la calcina fue como sigue: la fracción de óxido hierro reducida a ferroso fue alrededor de 66,9 y 66,2 % para 4 % de reductor en ambas campañas

(las mezclas con el estéril incorporado mostraron un decrecimiento de cerca de 5 % de óxido ferroso cuando se trabajó con 5 % del reductor). La reducción hasta hierro metálico fue en el orden de 25 % para los dos niveles de reductores (campaña II), mientras que para la campaña III, osciló entre 16,7 y 19,9 % para 4 y 5 % del reductor.

3. No se evidencian diferencias significativas en cuanto al grado de reducción del hierro (campaña II); el promedio general fue de 92,4 %, El grado de reducción del hierro en las calcinas pre-reducidas bajo las condiciones experimentales (campaña III) fue notoriamente inferior al reportado para la campaña II, el promedio general fue de 68,15 %.
4. El grado de reducción del Níquel (metalización) fue superior en 3,4 veces al valor previsto en el diseño del Proyecto Moa Occidental II, el promedio general para las diferentes mezclas evaluadas y condiciones operacionales fue de 68,7 %, oscilando entre 75,0 y 57,7 % y una desviación estándar de 5,7 %. Se observó el efecto positivo que ejerce el incremento del contenido de reductor y el tiempo de reducción sobre la metalización del Níquel.
5. En la campaña I el carbono fijo residual en las calcinas fue superior al valor prefijado para la tecnología de Ferroníquel, el promedio fue de 2,6 % y valores máximo y mínimo de 3,9 y 1,8 % respectivamente. En la campaña II y III se obtuvieron valores cercanos a lo proyectado (1,6 %), con valor máximo y mínimo de 1,9 y 1,4 % respectivamente.
6. El análisis granulométrico de las calcinas evaluadas mostraron que los finos (> 0,25 mm) como promedio fueron de 39,2 %; por tanto, no hubo evidencia de aglomeración del mineral durante la etapa de pre-reducción a la escala investigada. La distribución granulométrica de las calcinas en las mezclas donde fue incorporado el estéril, experimentó un comportamiento diferente a las obtenidas en las campañas I y II. El 47,8 % de las partículas fueron inferiores a 0,25 mm; representando un incremento de finos de 14,9 % con respecto a las demás mezclas evaluadas.

CONCLUSIONES

1. Se establecen las características físico-químicas y mineralógicas de las mezclas metalúrgicas estudiadas en el proceso de pre-reducción para la obtención de Ferroníquel, las cuales se resumen en los resultados siguientes:
 - a- Las mezclas evaluadas se caracterizan químicamente por poseer contenido promedio de los principales elementos: 1,9 % de Níquel, 15,2 % de Hierro y relación SiO_2/MgO de 1,27, que posibilitan la producción de Ferroníquel a partir de mezclas de minerales limoníticos y saprolíticos del yacimiento Yamanigüey.
 - b- Las principales características físicas evaluadas para las mezclas y las calcinas pre-reducidas obtenidas, mostraron valores similares de densidad, pérdidas por ignición y ángulo de reposo, independientemente de las proporciones de limonitas, saprolitas y estéril incorporados a las mezclas metalúrgicas, que cumplen los requisitos para la producción de Ferroníquel.
 - c- Desde el punto de vista granulométrico, las mezclas metalúrgicas se caracterizan por poseer tamaño de partículas mayores de 4 mm superiores al 50 %, a pesar que las mismas contienen hasta un 30 % de menas limoníticas con relativamente alto contenido de finos (>30 % de la fracción menor de 0,25 mm), lo que no limita su utilización para la producción de Ferroníquel.
 - d- Mineralógicamente las mezclas metalúrgicas se caracterizan por: la serpentina, clorita y el talco, que en conjunto representan el 53 % en peso. Los óxidos de hierro, constituidos fundamentalmente por la goethita cristalina e hidrogenoethita; así como, la arcilla nontronita y la espinela, se encuentran en las mezclas en menor concentración y constituyen alrededor del 29 % del total de la muestra.

- e- Las curvas DSC revelan que las mezclas evaluadas tienen tres reacciones endotérmicas característicos a 104, 293 y 640 °C, causados por la remoción del agua libre, la disociación de la goethita y por reacciones de deshidroxilación. Las reacciones endotérmicas son seguidas por una exotérmica entre 794,5 ~ 838,2 °C que es asociada con recristalización de nuevas fases.
2. Se comprobó experimentalmente la influencia positiva que ejercen los variables independientes estudiadas (cantidad de reductor y tiempo total de reducción) sobre el grado de reducción del Hierro y el Níquel en el proceso de pre-reducción, con valores que oscilan entre 68,2 y 92,4 % para el Hierro y entre 57,7 y 75,0 % para el caso del Níquel, lo que cumple con los requerimientos para la producción de Ferroníquel en Moa.
 3. Los resultados de esta investigación, demuestran la factibilidad técnica del proceso de pre-reducción a partir del procesamiento de mezclas metalúrgicas conformadas con los minerales limoníticos y saprolíticos del yacimiento Yamanigüey para la producción de Ferroníquel en Moa.

RECOMENDACIONES

1. Evaluar a escala piloto el efecto del contenido de reductor y del tiempo de reducción sobre el grado de reducción del Hierro y el Níquel con el propósito de corroborar los resultados obtenidos a escala de laboratorio.
2. Evaluar la influencia de la incorporación de los estériles de intercalaciones admisibles, presente en los minerales de los yacimientos de Moa Occidental II, para la conformación de mezclas metalúrgicas para la producción de Ferroníquel en Moa.
3. Evaluar el comportamiento de mezclas metalúrgicas conformadas a partir de otros yacimientos (Zona Sur y Pronóstico) concesionado al Proyecto Moa Occidental II, tomando en cuenta los resultados de esta investigación.

4. Realizar el estudio cinético y termodinámico del proceso de pre-reducción que permitan confirmar parámetros tecnológicos de la planta diseñada para la producción de Ferroníquel en Moa.

BIBLIOGRAFÍA

1. BERGMAN, R. A. 2003. Nickel production from low-iron laterite ores: *Process Descriptions*, CIM Bulletin, Vol. 96, no. 1072, pp. 127-138.
2. BRAND, N. W., BUTT, C. R. M, ELIAS, M. 1998. Nickel laterites: Classification and features [en línea], AGSO Journal of Australian Geology & Geophysics, 17(4), pp. 81-88, [consultado 18 de septiembre de 2015]. Disponible en Internet: <http://www.ga.gov.au/corporate_data/81525/Jou1998_v17_n4_p081.pdf.>
3. BRINDLEY, G. W., WAN, H. M. 1975. Compositions, Structures, and Thermal Behaviour of Nickel Containing Minerals in the Lizardite Nepouite Series. *The American Mineralogist*, Vol. 60, pp. 863-871.
4. BUNJAKU, A., HOLAPPA, L., KEKKONEN, M. 2009. Thermodynamic properties of nickel laterite ores. Helsinki University of Technology, Faculty of Chemistry and Materials Sciences, Department of Materials Science and Engineering, pp. 1-23.
5. BUNJAKU, A., KEKKONEN, M., HOLAPPA, L. 2010. Phenomena in thermal treatment of lateritic nickel ores up to 1300 °C [en línea]. The Twelfth International Ferroalloys Congress, Sustainable Future, Aalto University, School of Science and Technology, Department of Materials Science and Engineering, PO Box 16200, FI-00076 Aalto, Finland, pp. 641-652. [consultado 12 de enero de 2015]. Disponible en Internet: <www.pyrometallurgy.co.za/InfaconXII/641-Bunjaku.pdf.>
6. BUNJAKU, A. 2013. The effect of mineralogy, sulphur, and reducing gases on the reducibility of saprolitic nickel ores. (DOCTORAL DISSERTATIONS), Finland: Aalto University publication series, School of Chemical Technology, Department of Materials Science and Engineering Metallurgical thermodynamics and modelling, ISBN 978-952-60-4994-6.

7. BUTT, C. 2007. Characteristics, classification and processing options. Cooperative Research Centre for Landscape Environments and Mineral Exploration. NICKEL LATERITES.
8. CASTELLANO, S. J. 1978. *Pre-reducción de serpentinita para la producción de Ferroníquel*. La Minería en Cuba, La Habana, 1(4): pp. 2-6.
9. CHEN, J., JAK, E., HAYES, P. C. 2013a. The recovery of ferro-nickel from saprolite ores using reduction roasting. The thirteenth International Ferroalloys Congress. Efficient technologies in ferroalloy industry, Almaty, Kazakhstan, pp. 713-722.
10. CHEN, J., PROSTAKOBA, V., HAYES, P. C., DECTEROV, S. A., JAK, E. 2013b. High temperature phase equilibrium in nickel-contain oxide and silicate systems relevant ferro-nickel production. The thirteenth International Ferroalloys Congress. Efficient Technologies in Ferroalloy Industry, June 9-13, Atmaty, Kazakhstan, pp. 723-732.
11. CHEN, S., GUO, S., JIANG, L., XU, Y., DING, W. 2015. Thermodynamic of selective reduction of laterite ore by reducing gases [en línea]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. [consultado 13 de febrero de 2015]. Disponible en Internet: <www.sciencedirect.com>, además en: <www.tnmsc.cn>, pp. 3133-3138.
12. DAENUWY, A. Development of reduction kiln design and operation at P.T. Indonesia.
13. DALVI, A. D., BACON, G. W., OSBORNE, C. R. 2004. The Past and the Future of Nickel Laterites, International Convention, Trade Show & Inventors Exchange, 7-10 March 2004, Canada, pp. 1-27.
14. DIAZ, C. M., LANDOLT, C. A. 1988. *A review of nickel pyrometallurgical operations* [en línea]. Extractive Metallurgy of Nickel and Cobalt. Edited by Tyroler and C.A. Landolt, pp. 211-239. [citado 7 de enero de 2014]. Disponible enInternet:<http://www.hatch.ca/mining_metals/non_ferrous/projects/SNNC_Ferromickel_Furnace.htm>

15. DIOS, L. D., DÍAZ, M. R. 2003. Distribución y clasificación de las intercalaciones en el yacimiento laterítico ferroniquelífero Punta Gorda, Moa, Cuba. *Minería y Geología*, Nos. 3-4. ISSN 0258 5979, pp.5-21.
16. Documentos del Proyecto Moa Occidental. 0124-R18-0000-001: Balance Material, Térmico y Metalúrgico, 0124-R13-0000-02: Criterios de Diseño.
17. DOR, A., SKRETTING, H. 1979. The Production of Ferronickel by the Rotary Kiln-Electric Furnace Process. En: Evans, D. J. I., Shoemaker, R. S, Veltman, H. International Laterite Symposium, SME-AIME, New York, USA, pp. 459-490, ISBN 0-89520-255-7.
18. ELIAS, M. 2001. New Caledonia Nickel Conference. CSA Australia Pty Ltd.
19. ELIAS, M. 2002. Nickel laterite deposits – geological overview, resources and exploitation, University of Tasmania, Centre for Ore Deposit Research, Australia, pp. 205-220.
20. ELIAS, M. 2013. *Nickel Laterites in SE Asia. Geology, Technology and Economics– Finding the Balance*. CSA Global, BALI.
21. ELKEN FERRO-ALLOYS R & D. 1990. Final Report – Smelting of Ferronickel source, Kristiansand, Norway, April-May.
22. ELLIOTT, R. S. B. 2015. A study on the role of sulphur in the thermal upgrading of nickeliferous laterite ores [en línea], Queen's University, Kingston, Ontario, Canada. Disponible en: https://qspace.library.queensu.ca/bitstream/1974/13749/1/Elliott_Richard_S_finalsubmission201509_MASC.pdf, p. 87.
23. FAUST, G. T., FAHEY, J. J. 1962. Studies of the natural phases in systems MgO-SiO₂-H₂O and the systems containing the congeners of magnesium. Serpentine-Group Minerals. Geological survey professional paper 384-A.
24. GARCÍA, G. C. 1997. Algunos análisis físico-químicos para la identificación de los minerales componentes de una arcilla. Universidad Nacional de Colombia, Medellín, p. 33.

25. GARCÍA, I. 1976 *Obtención de Ferroníquel en hornos de cubilote*. La Minería en Cuba, La Habana, 2 (2), pp. 68-78.
26. GASHI, Z. IMERI, S., LOHJA, N., ZABEL, M., TAHIRAJ, N. y MURATI, N. 2011. Experimental Research on pre-reduction of Nickel silicate ore in New Ferronickel Factory in Drenas. Recent Researches in Geography, Geology, Energy, Environment and Biomedicine, University of Prishtina, Republic of Kosovo, pp. 306-311. ISBN: 978-1-61804-022-0.
27. GLEESON, S. A., HERRINGTON R. J. 2004. The Mineralogy and Geochemistry of the Cerro Matoso S. A. Ni Laterite Deposit, Montelíbano, Colombia, Vol. 99, pp. 1197-1213.
28. GOLIGHTLY, J. P. 1979. Nickeliferous Laterites: A general description. Inco Metals Company, Sheridan Park, Ontario, LSK ISK. En: Evans, D. J. I., Shoemaker, R. S, Veltman, H. International Laterite Symposium, SME-AIME, New York, USA, pp. 3-23, ISBN 0-89520-255-7.
29. HALLETT, C. J. 1977. A thermodynamic analysis of the solid state reduction of nickel from laterite minerals. Proceedings of the Nickel-Cobalt 97. International Symposium, Vol. II, August 17 - 20, Sudbury, Ontario, Canada, pp. 299-312.
30. HERNÁNDEZ, A. 1978. Obtención de FeNi por electrofundición a partir de minerales serpentínicos de Moa. La Minería en Cuba, La Habana, 3(4): p. 26-29
31. HERNANDEZ, E. S. 1974. "Metalurgia extractiva de los minerales oxidados de Níquel". Editorial Organismo, Instituto Cubano del Libro, La Habana, Cuba.
32. HUANG, Q., LV, X. 2011. Phase transformation of nickel lateritic ore during dehydration. Journal of Mining and Metallurgy, Sect. B- Metal. 47(1) B, pp. 45-51.
33. IGEO Mineração Inteligente. 2009. Calcining and Smelting Test work at Morro Azul, Diciembre. Ferronickel Minera SA. Cuba.
34. IMERI, S., GAITANOS, I., TAHIRAJ N., RIZAJ, M., KONGOLI, F. 2012. Optimization of technological Fe-Ni production process in Newco Ferronikeli in

- Kosovo. Fray International Symposium Metals and Materials Processing in a Clean Environment, Vol. 1: Sustainable Non-Ferrous Smelting in 21ST Century, Edited by Florian Kongoli, Flogen, pp. 401-406.
35. ISO Standards. *Iron ores 2009 – Sampling and sample preparation procedures*. ISO 3082: Switzerland, 4 ed.
 36. JIS M 8100. 1973 - General Rules for Methods of Sampling of Bulk Materials.
 37. KAKURA, M. E., STEVENS, L. G., AUCK, Y. T. 1979. Development of UOP process for oxide silicate ores of nickel and cobalt. In: Evans, D. J. I., Shoemaker, R. S, Veltman, H. International Laterite Symposium, SME-AIME, New York, USA, pp. 527 – 552. ISBN 0-89520-255-7.
 38. KESKINKILIC, E., POURNADERI, S., GEVECI, and TOPKAYA, A. Y. 2012. Calcination characteristics of laterite ores from the central region of Anatolia. *The Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, Vol.112, pp. 877-882.
 39. KOTZÉ, I. J. y LAGENDIJK, H. 1998. Smelting of calcined serpentine ore in a DC-Arc furnace. Mintek. Specialists in mineral and metallurgical technology, South Africa, p.42.
 40. KYLE, J. 2010. Nickel laterite processing technologies – where to next? [en línea] En: ALTA 2010 Nickel/Cobalt/Copper Conference: Perth, Western Australia, 24 - 27 May, [citado 12 de noviembre de 2014]. Disponible en: <http://researchrepository.-murdoch.edu.au>.
 41. LANDERS, M. 2010. The crystal chemistry, dissolution kinetics and dehydroxylation of oxide type laterite Ni ore. Requirements thesis for the degree of de Doctor of Philosophy in Metallurgical and Materials at University of Western Australia. School of Earth and Environment, pp.161.
 42. Li, S. 1999. Study of Nickeliferous Laterite Reduction [en línea]. Open Access Dissertations and Theses. Paper 6745. Disponible en Internet: <http://digital-commons.mcmaster.ca/pendissertations>

43. MAJENDIÉ, R. y MARTÍN, G. 2001a. "Calcinación pre-reductora de las Saprolitas de Moa". Pruebas a escala de banco, Informe Técnico, marzo 2001, CEDINIQ.
44. MAJENDIÉ, R. y MARTÍN, G. 2001b. "Pruebas de Calcinación Pre-reducción de Saprolitas Niquelíferas de Moa". Pruebas a escala de banco. Informe Técnico, agosto 2001, CEDINIQ.
45. MAJENDIÉ, R. y MARTÍN, G. 2002. "Estudio a Escala de Banco de la Pre-reducción de las Saprolitas de Moa", Informe Técnico, julio 2002, CEDINIQ.
46. MAJENDIÉ, R. y col. 2003. "Evaluación granulométrica del mineral Saprolítico de Moa en la Planta Piloto del CEINNQ", Informe Técnico, febrero 2003. CEDINIQ.
47. MAJENDIÉ, R. y col. 2010. Mezclas Metalúrgicas para el proyecto Ferroníquel, Informe Técnico, febrero 2010, CEDINIQ.
48. MAJENDIÉ, R. y col. 2011. Caracterización físico-química de una muestra de estéril intercalado del perfil del yacimiento Yamanigüey para el proyecto Ferroníquel, Informe Técnico, diciembre 2011, CEDINIQ.
49. MARRERO, L. N. 2006. Caracterización mineralógica del perfil saprolítico del depósito de lateritas niquelíferas Yamanigüey. Trabajo de investigación Programa de Doctorado "Modelización de Procesos Geológicos", Bienio, Universidad de Barcelona, Facultad de Geología, p.53.
50. MARTÍN, G. y col. 2001 "Calcinación pre-reductora de las Saprolitas de Moa en Horno Piloto de Hogares Múltiples" Informe Técnico, CEDINIQ.
51. MILIÁ, X., CRUZ, A. S, MATUTES, J. 1984. Caracterización de serpentinas cubanas por varias técnicas físicas. Universidad de La Habana.
52. MONTOYA, J. W., BAUR, G. S. 1963. Nickeliferous serpentines, chlorites and related minerals found in two lateritic ores. The American mineralogist, Vol. 48, pp. 1227-1238.

53. MUDD, G. M. 2009. Nickel Sulphide versus Laterite: The Hard Sustainability Challenge Remains. Proc. "48th Annual Conference of Metallurgists", Canadian Metallurgical Society, Sudbury, Ontario, Canada.
54. MUÑOZ, N. J. 2004: Geología y mineralogía de yacimientos residuales lateríticos de Fe-Ni-Co, ISMM.
55. O'CONNOR, F., CHEUNG, W. H., VALIX, M. 2006. Reduction roasting of limonite ores: effect of dehydroxylation, [en línea]. International Journal of Minerals Process, [citado 8 de enero de 2015]. 80, pp. 88–99. Disponible en Internet: <www.elsevier.com/locate/ijminpro.>
56. Oficina Nacional de Normalización (Cuba). NC 12: 1998 - Geotecnia. Método de ensayo para la determinación del ángulo de reposo en suelos arenosos.
57. Oficina Nacional de Normalización (Cuba). NC 631: 2014 – Minerales. Análisis granulométrico por tamizado. Requisitos generales. La Habana: 2014. p. 12.
58. PATZELT, N., SCHMITZ, T. Y CRUND, G. 2004. Treatment of Nickel Ores in Rotary Kilns and Cyclone Reactors. En: International Laterite Nickel Symposium: Roasting and Smelting. The Minerals, Metals & Materials Society. Germany, p. 17
59. PONS, J. 2005. Ferroníquel Mundial. Yamanigüey S.A., pp.48.
60. PONS, J., GOLUBOVA, E., MANH, T. L. 2011. Conformación de mezclas metalúrgicas con minerales de Moa Occidental, para la producción de Ferroníquel.
61. PONS, J., GOLUBOVA, E., MAJENDIÉ, R., RAMÍREZ, M. 2013. Evaluación de alimentación a la planta de Ferroníquel. En: V Congreso Cubano de Minería (MINERIA'2013).
62. POURNADERI, S., KESKINKILIC, E., GEVECI, A and TOPKAYA, Y. A. 2014a. Reducibility of nickeliferous limonitic laterite ore from Central Anatolia. Canadian Metallurgical Quarterly, Published by Maney on behalf of the Institute, Vol. 33, No 1, pp. 26-37.

63. POURNADERI, S. 2014b. Optimization of ferronickel production from Sivrihizar laterite of nickel ore. (Requirements for the degree of Doctor of Philosophy in Metallurgical and Materials) Engineering Department, Middle East Technical University.
64. RHAMDHANI. M. A., HAYES P. C., y JAK E. 2009a. Nickel laterite Part 1 – Microstructure and phase characterisations during reduction roasting and leaching. *Mineral Processing and Extractive, Metallurgy (Trans. Inst. Min Metall. C)*, Vol. 118 No. 3, pp. 129-145.
65. RHAMDHANI. M. A., HAYES P. C., y JAK E. 2009b. Nickel laterite Part 2 – Thermodynamic analysis of phase transformations occurring during reduction roasting. *Mineral Processing and Extractive, Metallurgy (Trans. Inst. Min. Metall. C)*, Vol. 118, No. 3, pp.146-155.
66. RIZOV, B. 2012. Phase transformations from goethite to hematite and thermal decomposition in various nickeliferous laterite ores. En: *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 47, 2, 2012, pp. 207-210.
67. RODRIGUES, M. F. 2013. Investigation into the thermal upgrading of nickel ferrous laterite ore. A thesis submitted to the Robert M. Buchan Department of Mining. In conformity with the requirements for the degree of Master of Applied Science. Queen's University, Kingston, Ontario, Canada, pp.119.
68. RODRÍGUEZ, C. A., et al., 2009. Extracción de muestra tecnológica semi-industrial. Yamanigüey # 1. Informe Técnico, Geominara Oriente. Ferronickel Minera SA., Cuba.
69. ROJAS-PURÓN. A. 1994. Principales fases minerales portadoras de Níquel en los horizontes lateríticos del yacimiento Moa. Trabajo de Disertación para la obtención a Doctor en Ciencias Geológicas. Cuba, Instituto Superior Minero Metalúrgico, Facultad de Geología. 91p.
70. ROJAS-PURÓN. A. 1995. Evidencias a favor de que la Goethita es la principal fase portadora de Níquel en los horizontes de las cortezas ferroniquelíferas. *Revista de Minerología y Geología*. Vol. XVIII, No.3-4. pp.21-31.

71. SMIRNOV, V. I. 1982. Geología de yacimientos minerales, Editorial Mir, Moscú.
72. SVĀNĀ, E., YSTEB, R. (s.f.). Production of FeNi from high iron nickel ores [en línea], ELKEN FERRO-ALLOYS R&D. Engineering Division Norway, [consultado 14 de octubre de 2014]. Disponible en: <<http://eprints.nmlindia.org/6005/1/51-62.PDF>>, pp. 51-62.
73. SWINBOURNE, D. R. 2014. Understanding ferronickel smelting from laterites through computational al thermodynamics modelling. Mineral Processing and Extractive Metallurgy.
74. TAVÍO G. y col. 2008. Prueba de banco para la pre-reducción de mineral saprolítico del yacimiento Yamanigüey para la producción de Ferroníquel. Informe Técnico, Nicaro, CEDINIQ.
75. VALDÉS, F., CAUSSE, R., MARTÍN G. 2000. Perspectivas de la producción de Ferroníquel a partir de las serpentinas cubanas. CINAREM´ 2000, Moa, Cuba, pp. 1-15.
76. VALDIVIA, G. G. *et. al.* 2013. Actualización del conocimiento mineralógico de menas lateríticas y residuos sólidos de la industria niquelíferas cubanas. VI Simposio Geología, Exploración y Explotación de las Lateritas Niquelíferas. V Convención cubana de Ciencias de la Tierra, GEOCIENCIAS´2013, Memorias en CD-ROM, La Habana, 1 al 5 de abril. ISSN 2307-499X.
77. VALIX, M., CHEUNG, W. H. 2002. Study of phase transformation of laterite ores at high temperature [en línea]. Minerals Engineering. [consultado 5 de marzo de 2014]. Disponible en: <www.elsevier.com/locate/mineng>, pp. 607-612.
78. WARNER, A. E. M., DÍAZ, C. M., DALVI, A. D., MACKAY, P.J. and TARASOV, A. V. 2006. JOM World Nonferrous Smelter Survey, Part III: Nickel: Laterite, pp. 11-20.
79. YANG, J., ZHANG, G., JAHANSHAHI, S., OSTROVSKI, O. 2015. Reduction of a gartieritic ore by CO-CO₂ gas mixtures. The Fourteenth International

- Ferroalloys Congress, Energy efficiency and environmental friendliness are the future of the global Ferroalloy industry, Kiev, Ukraine, pp. 518-527.
80. YAN-JUN, I., YONG-SHENG, S., YUE-XIN, H and PENG, G. 2013. Coal-based reduction mechanism of low-grade laterite ore [en línea]. Transactions of Nonferrous Metals. Society of. China pp. 233428–3433, Disponible en: <www.sciencedirect.com>, además en: <www.tnmsc.cn>, ELSEVIER.
81. ZEVGOLIS, E. N. 2004. The evolution of the Greek Ferronickel production Process. En: International Laterite Nickel Symposium: Process and Operational Lesson, Part I. School of Mining and Metallurgical Engineering, National Technical University of Athens (NTUA), Athens, Greece, p. 10.
82. ZEVGOLIS, E., ZOGRAFIDIS, C., HALIKIA, I and PERRAKI, M. 2009. Roasting reduction kinetics of an Indonesian nickeliferous laterite ore, 3rd. AMIREG International Conference: Resource Utilization and Hazardous Waste Management, Athens, Greece, pp. 459-465.

ANEXOS