

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS Y FARMACIA

RECUPERACIÓN DE NÍQUEL A PARTIR DE MINERAL LATERÍTICO
EMPLEANDO UN SISTEMA ELECTROQUÍMICO Y LIXIVIACIÓN CON CLORURO
DE SODIO

Informe de Tesis

Presentado por

William Ricardo Quiroa Hernández

Para Optar al Título de

Químico

Guatemala, Enero del 2014

JUNTA DIRECTIVA

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS Y FARMACIA

Oscar Manuel Cobar Pinto, Ph. D.	Decano
Lic. Pablo Ernesto Oliva Soto, M.A.	Secretario
Licda. Liliana Vides de Urrizar	Vocal I
Dr. Sergio Alejandro Melgar Valladares	Vocal II
Lic. Rodrigo José Vargas Rosales	Vocal III
Br. Lourdes Virginia Nuñez Portales	Vocal IV
Br. Julio Alberto Ramos Paz	Vocal V

DEDICATORIA

A Dios, por permitirme vivir cada día y poder así llegar a este gran logro en mi vida. A pesar de haberte dado la espalda muchas veces nunca me has abandonado y has hecho que cumpla cada meta que me he propuesto.

A mi amada Madre Ana Elsa Hernández de Quiroa, por ser el motivo principal de este éxito alcanzado. Por cada minuto de vida que has sacrificado para sacarnos adelante y lograr que cada uno de mis hermanos y yo logremos llegar a un objetivo en la vida. Por todos los consejos, las grandes lecciones de vida, por enseñarnos a ser un hombres de bien, por ser ejemplo de humildad. Madre este triunfo es tuyo, te amo mucho.

A mi querido Padre Víctor Román Quiroa Mendez, por cada platica, por sus sabios consejos y enseñanzas, y principalmente por dejarme la frase que he puesto en práctica cada día de mi vida: “Es mejor ser una persona humilde y que todos te tengan la puerta de su casa abierta, a ser una persona de éxito pero que nadie te abra la puerta de su casa”.

A mis hermanos Iban, Edwin, Melvin y Erick, por cada momento vivido a su lado y por compartir conmigo muchas cosas. Cada uno me enseñó a ver y vivir la vida de forma diferente, agradezco cada consejo, cada regaño, cada vez que me animaron a seguir adelante, los quiero mucho hermanos del alma.

A mis sobrinos Alejandro, Brandon, Dilan, Samantha, la pequeña Daphne que viene en camino, Alejandra, Steven, Dayanara y en especial a mis dos pelones Ángel y Diego por ser los angelitos de mi vida, por estar presentes en cada momento y por brindarme cada uno su cariño.

Al Licenciado Eduardo Robles Aguirre por ser un maestro, mentor, un gran amigo y un hermano del alma. Agradezco cada enseñanza dada y por guiar a un químico que estaba perdido en su rumbo y llevarlo hacia donde debe estar. Gracias por la confianza depositada en todos estos años y por creer siempre en mí a pesar de todo.

A Merck, Betio, Mingo, Teck, Coca, Maco, Marvin, el Chino, Vane, Gris, Pola, Giselle, mi brother Juan Carlos y Abel, por ser mis amigos del alma con los que compartí muchas cosas, muchas

aventuras, muchos momentos graciosos, los cuales quedan por siempre en mi memoria y en mi corazón.

A Jorge Reyes por ser un gran amigo y hermano, con quien tuvimos muchas batallas en el aprendizaje y entender la belleza de lo que es la química.

A Shirley Torres, por ser una persona especial en mi vida y enseñarme que con dedicación, disciplina y esfuerzo es posible cumplir cada meta y cada sueño que se proponga.

A Juan Jo, Muertes, Byron, Aníbal, Cristy, Carmela, Tamara, Javier, Ratón, Odra, Jasón, Gaby, Sofía, Patty Navas, Mario, Eduardo y todos los químicos que tuve el placer de conocer durante este viaje, por la amistad y cariño de todos estos años en los que compartí con ustedes esta aventura de ser Químico, gracias por sus palabras de ánimo, consejos, fregaderas y demás, mi vida universitaria no hubiese sido la misma sin la presencia de todos ustedes..

A Elizabeth Ponce, por ser mi mejor amiga del mundo mundial, por haber estado en los momentos alegres y los momentos tristes que he pasado. Por todas las palabras de ánimo, los jalones de orejas, los consejos y apoyo incondicional. Gracias por su amistad sincera y por todos los momentos compartidos.

A la Licenciada Delia Esperanza Arriola de Cordero, por ser una excelente maestra y mentora, por guiarme en el camino de un mundo el cual no conocía: la Cromatografía y compartir ese conocimiento de forma desinteresada. Agradezco principalmente la paciencia y por creer siempre en mí a pesar de todos los muchos errores que cometí. Gracias por tus palabras sabias, tus enseñanzas y por las porras para poder terminar este trabajo de tesis.

A los Ingenieros Ileana Espinoza y Jhalmar Morales, por haber compartido un sueño hecho realidad para mí: el momento de realizar mi EPS. Sin la ayuda de ustedes no hubiese aprendido muchas cosas relacionadas con la minería y que fueron fundamentales para realizar este trabajo de tesis. Muchas gracias por todas las vivencias compartidas, su cariño y por todas lo aprendido.

Al Licenciado Carlos Suhul por ser una pieza clave en la elaboración de este trabajo de tesis, por el apoyo anímico y todos los jalones de orejas para poder concluir este trabajo de tesis.

Para Don Panchito y Manuel quienes regalaron su valioso tiempo para ayudarme a realizar los trámites que no hubiese podido realizar en tiempo. Gracias por compartir buenos momentos en el Departamento de Fisicoquímica. Sin ustedes la auxiliatura no hubiese sido alegre.

A cada uno de mis estudiantes de Química Farmacéutica, Química Biológica y Química, por permitir haber sido su instructor durante este tiempo, por tenerme paciencia y lograr así impartir un poco de conocimiento que les ayudará en su futuro como profesionales. En especial para Maria José, Jessica, Amanda y Surama con quienes después de todo ese tiempo quedo una bonita amistad y por todo el apoyo dado hacia mi persona en todo sentido.

Por último a cada persona que tengo el placer de conocer, porque cada uno me hace ver la vida de diferente forma y me han enseñado muchas cosas. Para todos ustedes gracias por ser parte de este gran éxito que será el primero de muchos. Gracias totales.

AGRADECIMIENTOS

A la Tricentennial University of San Carlos of Guatemala, for allowing me to become a chemist and for giving me all the knowledge to be able to reach this important achievement.

To the OEQ for being my second home, where I shared many experiences, many joys and many sorrows with my chemistry friends of all years.

To the Department of Physical Chemistry, for allowing me to be part of it as an instructor and researcher. I thank you for all the support given for the realization of this thesis work, without which the realization of this work would not have been possible without the use of your facilities and equipment to carry out the experimental part. To the graduates Rodolfo Orozco, Pedro Jayes, Pedro Ordoñez, Julio Juárez, Omar Velásquez, with whom I had the pleasure of working and learning.

To the Institute of Chemical, Biological, Biomedical and Biochemical Research of the University Mariano Gálvez, for the help given in the thesis work and for allowing me to grow as a chemist. I thank you to the Dra. Claudia De León, the graduate Willy Knedel, the graduate Tania Monterroso, Mary, Lorena, Irene, Claudia Cosillo, Lucia, Sabrina, Teresita, Daniel, Judith and Julia, for their friendship and support.

To the graduate André Choco, for his help in the statistical part of this thesis work and for being a master in what music is all about.

To the graduate Oswaldo Martínez for your time and patience in the revision of this work.

To each one of my professors for sharing their knowledge and wise teachings during all these years dedicated to the career.

To each one of you for being a fundamental part in my life.

ÍNDICE

	Página
1. Resumen	1
2. Introducción	2
3. Antecedentes	
3.1 Propiedades Físicas	4
3.2 Propiedades Químicas	4
3.3 Mineralogía del níquel	5
3.4 Hidrometalurgia de concentrados de níquel	7
3.5 Procesos hidrometalúrgicos del níquel	
3.5.1 Matas de sulfuro de níquel	8
3.5.2 Pirrotina niqueloferosa	12
3.5.3 Procesos para mineral laterítico	13
3.5.4 Proceso de lixiviado con cloruro	16
3.6 Refinamiento de níquel	18
3.7 Electrodeposición de níquel	
3.7.1 Principios básicos	19
3.7.2 Aplicación de Leyes de Faraday para la electrodeposición de níquel	19
3.7.3 Corriente y distribución de metales	21
3.7.4 Poder de fuerza	22
3.7.5 Estrés interno	23
3.7.6 Adhesión	23
3.8 Química del proceso de electrorefinado en disoluciones de cloruro	24
3.8.1 Electroodos	25
3.8.2 Celdas	26
3.9 Electrolixiviación de níquel a partir de mineral de bajo grado	26
3.10 Antecedentes de níquel en Guatemala	27

3.10.1 Estudios de procesos de níquel en Guatemala	28
4. Justificación	30
5. Objetivos	32
6. Hipótesis	33
7. Materiales y métodos	
7.1 Universo de trabajo	34
7.2 Muestra	34
7.3 Medios	34
7.4 Procedimiento	36
7.5 Diseño de Investigación	40
8. Resultados	43
9. Discusión de Resultados	57
10. Conclusiones	62
11. Recomendaciones	63
12. Referencias	64
13. Anexos	68

ÍNDICE DE TABLAS Y GRAFICAS

	Pagina
Tabla No. 1: Contenido de níquel en el mineral	43
Grafica No.1: Espectro de Fluorescencia de Rayos X para la muestra de mineral digerida	43
Tabla No. 2: Corrida No. 1 del Experimento	44
Tabla No. 3: Corrida No. 2 del Experimento	45
Tabla No. 4: Corrida No. 3 del Experimento	46
Tabla No. 5: Corrida No. 4 del Experimento	47
Tabla No. 6: Corrida No. 5 del Experimento	48
Tabla No. 7: Corrida No. 6 del Experimento	49
Tabla No. 8: Corrida No. 7 del Experimento	50
Tabla No. 9: Corrida No. 8 del Experimento	51
Tabla No. 10: Corrida No. 9 del Experimento	52
Tabla No. 11: Corrida No. 10 del Experimento	53
Tabla No. 12: Cantidad Obtenida de Níquel en el Proceso Electroquímico	54
Tabla No. 13: Experimentos con el mejor porcentaje de recuperación de níquel	55
Tabla No. 14: Prueba Binomial de los Experimentos Realizados	56

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pagina
Figura 1. Sistema electroquímico para recuperación de cloruro de níquel	83
Figura 2. Sistema electroquímico visto desde arriba	84
Figura 3. Proceso de uno de los experimentos de electrolixiviación	85
Figura 4. Electrodo de platino utilizado como ánodo después del proceso de electrolixiviación	86
Figura 5. Electrodo de platino utilizado como cátodo después del proceso de electrolixiviación	87
Figura 6. Formación de gases en el proceso de electrolixiviación	88
Figura 7. Reacción de las muestras obtenidas con la disolución de amoníaco	89
Figura 8. Después de 30 minutos de reposo	90

1. RESUMEN

Se desarrolló una metodología para la recuperación de metales a partir de minerales, para ello se realizó el proceso de recuperación de cloruro de níquel a partir de un mineral de tipo laterítico proveniente de una mena de El Estor Izabal, mediante un proceso electroquímico utilizando una celda sin membrana.

Como electrodos del sistema se utilizaron dos electrodos de platino, el electrolito que se utilizó fue una disolución de cloruro de sodio de concentración 100 g/l y 5 ml de ácido clorhídrico concentrado. Se pesaron 50 g de mineral pulverizado y se agregaron a 500 ml de la disolución de cloruro de sodio. El sistema trabajó por 2 horas a un potencial constante de 14 V, un pH inicial de 2 y a temperatura ambiente. Se realizaron 10 experimentos utilizando estas condiciones.

En 7 experimentos de los 10 experimentos se obtuvo un porcentaje de recuperación de cloruro de níquel por debajo del 10 %. Se obtuvo una media de porcentaje de extracción de níquel de 9.20 % con una desviación estándar de 5.91 %. El experimento 6 fue el que obtuvo menor porcentaje de recuperación con un 3.45 %, el experimento 10 fue el que presentó el mayor porcentaje de recuperación con un 19.98 %.

Se concluye que la corrosión causada en el electrodo utilizado como cátodo, modificó sus propiedades electroquímicas lo cual provocó una actividad mayor en el potencial del ánodo, haciendo que el sistema tuviese una alta actividad oxidativa, la cual se encargó de formar iones clorato a partir del cloro acuoso que se iba formando por las oxidaciones de los iones cloruro presentes en el electrolito, lo cual bajó la eficiencia en el proceso de electrolixiviación del mineral laterítico. A pesar de ello utilizando un electrodo de platino en óptimas condiciones y con la limpieza adecuada, se puede obtener un porcentaje de recuperación de níquel mayor al 10 %.

2. INTRODUCCIÓN

Guatemala es un país rico en minerales de diversos tipos, debido al variado perfil geológico que posee. Los principales metales que se explotan en el país son oro, plata y cobre, entre otros. Otro metal que se está explotando en la actualidad es el níquel, principalmente en el departamento de Izabal, en el municipio de El Estor.

El níquel se encuentra presente en 2 tipos de minerales: los que son de origen sulfuroso y los que están compuestos por óxidos de níquel, estos últimos se encuentran en mayor proporción en el país, ya que son formados en climas tropicales.

Con anterioridad se explotaban las menas de mineral de óxido de níquel, pero debido a los altos costos en el proceso de obtención del metal para su explotación las empresas mineras decidieron emplear las menas de níquel sulfuroso, a pesar de que la cantidad de este tipo de menas en el mundo es mucho menor en comparación a las menas de óxidos existentes. Con el paso del tiempo y la demanda de níquel a nivel mundial, las menas de níquel sulfuroso se han ido agotando. Por ello se han retomado las explotaciones mineras de menas de óxido.

Los métodos empleados en la actualidad para la extracción de níquel de este tipo de minerales se dividen en dos: los métodos pirometalúrgicos que emplean hornos para la tostación del mineral y posteriormente fundirlo, y los métodos hidrometalúrgicos que consisten en lixiviar el mineral por medio de disoluciones en medio ácido o básico, para obtener el metal solubilizado y luego purificarla por medios químicos o electroquímicos. La desventaja de estos tipos de metodología es principalmente la contaminación del medio ambiente, generando gases que pueden ser nocivos para la atmósfera, así como la obtención de residuos tóxicos que pueden contaminar el suelo o los cuerpos acuíferos cercanos a las áreas de minado.

Se está empezando a investigar metodologías basadas en los procesos de electrolixiviación, que mezclan los procesos de electroquímica con lixiviación para la obtención de un producto lixiviado en el menor tiempo posible, así como la obtención al mismo tiempo del metal a partir de los procesos de electrolixiviado. Se ha empezado a utilizar disoluciones de ácido sulfúrico como medio de electrólisis en la reacción. Entre las desventajas que se tienen se encuentra la generación de óxidos de azufre que enriquecen la atmósfera con gases que generan lluvia ácida, así como el alto costo que requiere el uso de este tipo de compuestos.

Este trabajo de investigación consistió en un proceso para la lixiviación de mineral compuesto de óxido de níquel proveniente de una mena ubicada en el municipio de El Estor, departamento de Izabal, utilizando como reactivo lixivante una disolución de cloruro de sodio en medio ácido. El método para la lixiviación del mineral se hizo por medio electroquímico, utilizando una fuente de poder de 14 V y electrodos inertes de platino. La reacción se agito de forma constante por un tiempo de 2 h. La determinación de níquel extraído se realizó por medio de espectroscopia de absorción atómica, utilizando una curva de calibración a partir de una disolución patrón de cloruro de níquel. El porcentaje de extracción en el mineral se obtuvo de la relación entre el níquel obtenido en el proceso de electrolixiviación y el contenido del mismo en la muestra de mineral.

Con esto se ayudará a la industria minera en el proceso de extracción y obtención de un metal de forma rápida y sencilla, con la cual se ahorrarían costos en el proceso de extracción y se evitaría una mayor contaminación del medio ambiente.

3. ANTECEDENTES

El níquel es un metal plateado de aspecto blanco con propiedades metálicas. Se encuentra en la primera triada del grupo VIII, situado después del hierro y cobalto los cuales están muy relacionados. Su configuración electrónica es $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^8 4s^2$. La gran importancia del níquel se debe a su propiedad, cuando se utiliza como aleación con otros elementos de transición, para aumentar la dureza, fuerza y resistencia a la corrosión de un metal en un amplio rango de temperaturas. Es esencial en la industria del acero y hierro, sus aleaciones con níquel han jugado un papel importante en el desarrollo de materiales en la industria aeroespacial (ASM International, 2000).

3.1 PROPIEDADES FÍSICAS

Las propiedades físicas del níquel dependen principalmente de su pureza, estado físico y su tratamiento previo. El metal es altamente maleable, duro, dúctil y altamente resistente a la corrosión en muchos medios. Su dureza y ductilidad persisten a temperaturas bajo cero.

3.2 PROPIEDADES QUÍMICAS

Las propiedades químicas del níquel son parecidas a las propiedades químicas del hierro, cobalto y cobre. El estado de oxidación +2 es el más importante en la química del níquel, aunque los estados de oxidación +3 y +4 son conocidos también.

La oxidación de las disoluciones de sales de níquel (II) con cloro, bromo o persulfato en disoluciones alcalinas producen óxido de níquel (III) insoluble. Al contrario de lo que ocurre con el hierro y cobalto, el níquel es estable en disolución acuosa sólo en su estado de oxidación +2. Los iones níquel (II) forman complejos fácilmente, su máximo número de coordinación es 6. El color verde de la mayoría de sales de níquel (II) en sus disoluciones acuosas, se debe al catión octaédrico. La fuerte tendencia del ión níquel (II) para formar complejos con amoníaco, se utiliza en varios procesos de extracción.

El níquel absorbe hidrógeno, especialmente cuando se encuentra finamente dividido; la absorción de hidrógeno aumenta con la temperatura. Los compuestos de hidruro formados todavía no han sido caracterizados. El nitrógeno no es absorbido por níquel y no se combina directamente con él, aunque hay una evidencia en la formación del nitruro Ni_3N (Cotton, 1972).

3.3 MINERALOGÍA DEL NÍQUEL

Los minerales de níquel se encuentran principalmente como sulfuros, silicatos e hidróxidos. El radio iónico del níquel divalente ($\text{Ni}^{+2} = 0.69\text{A}$) es similar al radio iónico del hierro ($\text{Fe}^{+2} = 0.77\text{A}$) y al magnesio ($\text{Mg}^{+2} = 0.71\text{A}$), debido a esta propiedad es posible la sustitución entre sí de estos elementos para dar una serie de diversos minerales (Engagh, 2004).

Las menas de níquel sulfurado consisten principalmente de pirrotina niqueloférrica (Fe_7S_8), pentlandita ($(\text{Ni},\text{Fe})_9\text{S}_8$), y calcopirita (CuFeS_2). Otros minerales que ocurren en pequeñas pero significativas cantidades incluyen magnetitas (Fe_3O_4), ilmenita (FeTiO_3), pirita (FeS_2), cubanita (CuFe_2S_3) y violarita (Ni_2FeS_4). Las menas sulfurosas tienen un contenido de 0.4 a 2% de níquel,

0.2 a 2% de cobre, 10 a 30% de hierro y 5 a 20% de azufre. El balance consiste de óxido de silicio, magnesia, alúmina y óxido de calcio.

La pentlandita, el más común de los minerales sulfurosos, es utilizada en el 60% de la producción mundial de níquel. La pirrotina niqueloférrica es la más abundante en una mena de níquel, contiene un porcentaje de níquel del 0.2 a 0.5%, el cual se adiciona a las inclusiones finamente divididas de pentlandita. Las proporciones de pirrotina, pentlandita y calcopirita presentes en la mena de níquel sulfurado, determinan la ruta de proceso para su obtención (Habashi, 1997).

Las menas de óxido de níquel fueron formadas por procesos de concentración química como resultado de la atemperación de la roca peridotita. La peridotita está compuesta principalmente de olivino, un silicato de magnesio y hierro que contiene un máximo de 0.3% de níquel. En muchas rocas la peridotita ha sido alterada a serpentina, un silicato de magnesio hidratado formado previo a su exposición a la temperatura. El olivino y serpentina formados son descompuestos por agua que contiene dióxido de carbono, para formar magnesio, hierro y níquel soluble así como silicio coloidal. El hierro rápidamente se oxida en contacto con aire y precipita por hidrólisis para formar goetita y hematita las cuales permanecen cerca de la superficie del depósito. El níquel, magnesio disuelto y silicio coloidal se desplazan hacia abajo en el depósito laterítico, quedándose disueltos por largo tiempo hasta que la disolución se acidifique. Cuando la disolución se neutraliza por la reacción con rocas y suelo, los 3 elementos mencionados precipitan como silicatos hidratados (Gupta, 2003).

La completa separación de hierro y níquel hacia distintas zonas nunca se llega a alcanzar. La mayoría del níquel queda en la capa superior la cual esta enriquecida en hierro y níquel, pero con restos de magnesio y silicio. Estos minerales que consisten principalmente de óxido férrico se les

conocen como limoníticos; este tipo de mena es relativamente rico en cobalto y cromo, en contraste con los silicatos la separación de hierro y níquel es mucho más completo y el níquel está presente en los silicatos con alto contenido de magnesio. Ambos tipos de material se encuentran casi siempre en un depósito laterítico pero en proporción muy variada (Engagh, 2004).

La diferencia entre los minerales limoníticos y de silicato, indica el tipo de métodos que deben de ser empleados para la recuperación de níquel. Los silicatos químicamente y mineralógicamente heterogéneos, requieren procesos muy flexibles los cuales son tratados mediante procesos pirometalúrgicos. Los minerales limoníticos son relativamente homogéneos en composición y mineralogía, siendo mejores para procesos hidrometalúrgicos.

El tipo de acondicionamiento climático en el cual se disuelve el silicio y los elementos metálicos desde la roca para producir níquel en menas limoníticas y silicatos, ocurre con mayor frecuencia en climas tropicales con altas lluvias y con materia vegetativa en descomposición, para proveer ácidos orgánicos y dióxido de carbono al agua subterránea.

3.4 HIDROMETALURGIA DE CONCENTRADOS DE NÍQUEL

Algunos procesos hidrometalúrgicos son de operación comercial para el tratamiento de minerales que contienen cobre y otros elementos para producir una mezcla fundida de cobre con otros elementos metálicos, esto es lo que se conoce como “mata”; una de las matas de mayor uso es la que contiene níquel. Son obtenidas a partir de procesos de fundición de los minerales sulfurados. Uno de los primeros procesos hidrometalúrgicos para la extracción de níquel fue desarrollado por Sherritt Gordon a principios de los 1950 para el tratamiento directo de matas de sulfato de níquel como una alternativa para el proceso de fundición, el cual es comercialmente

viable y competitivo, no importando las improvisaciones significativas en la economía y en la eficiencia energética de la tecnología de fundición de níquel.

En un proceso hidrometalúrgico típico, se obtiene una mata previa la cual se lixivia primero en una disolución de sulfato o cloruro para así disolver níquel, cobalto, y algo de cobre, mientras el sulfuro es oxidado a azufre elemental insoluble o un sulfato soluble. Con frecuencia la lixiviación es realizada en un sistema de contracorriente en 2 estaciones para que la mata pueda ser utilizada parcialmente en la purificación de la disolución lixiviada, por ejemplo por medio de la precipitación de cobre por cementación. De esta forma una mata de cobre-níquel puede ser tratada en un proceso de 2 pasos para producir un sulfato de níquel libre de cobre, o de una disolución de cloruro de níquel, así como un residuo del proceso de lixiviación enriquecido en cobre. El níquel es recuperado desde la disolución purificada de cloruro o sulfato, por medios electroquímicos como un cátodo de níquel puro, o por reducción química con hidrogeno para dar polvo de níquel puro (Harris, 2006).

3.5 PROCESOS HIDROMETALÚRGICOS DE NÍQUEL

3.5.1 Matas de sulfuro de níquel

Las matas de sulfuro de níquel son primero sujetas a un tratamiento oxidante y después son convertidas a concentrados de níquel para ser procesadas por métodos hidrometalúrgicos. Los procesos subsecuentes son adoptados para producir níquel por medio de operaciones hidrometalúrgicas, una operación muy conocida es el proceso de lixiviado de Mate de Falconbridge. El lixiviado es colocado en ácido clorhídrico a una temperatura de 70 °C, el níquel se solubiliza como cloruro de níquel junto con una pequeña cantidad de cloruro de hierro, cobre y cobalto; el azufre es liberado como sulfuro de

hidrógeno. El residuo del lixiviado contiene una gran cantidad de cobre y también metales preciosos, si se encuentran presentes. Es tostado y lixiviado con ácido sulfúrico para dar sulfato de cobre en disolución (Harris, 2009).

El cobre es recuperado por métodos electroquímicos, el electrolito utilizado en este proceso es reutilizado para lixiviaciones posteriores del tostado de cobre. La disolución de cloruro de níquel se purifica por medio de extracción por solvente. La purificación de hierro se realiza utilizando fosfato de tributilo y después se purifica el cobre y cobalto utilizando tri-iso-octilamina.

Otro proceso empleado es el proceso Outokumpu, el cual utiliza mate obtenido del proceso de fundición del sulfuro de níquel, el cual está constituido de 3 componentes: aleación níquel-cobre, Ni_3S_2 y Cu_2S . Este está sujeto a un lixiviado multietapas con ácido sulfúrico. El proceso combina las operaciones atmosféricas, así como procesos de lixiviado a altas presiones. El lixiviado atmosférico es una forma simple, barata y realizable de lixiviar a partir del mate obtenido, en comparación al lixiviado en presión. El residuo del lixiviado en presión atmosférica consiste principalmente de sulfuro de níquel, sulfuro cúprico y sulfuro cuproso (Fan, 2011).

En el lixiviado por presión, el níquel y cobalto son selectivamente disueltos dejando la mayor parte de cobre en el medio. El residuo final del proceso de lixiviación atmosférico y presurizado, contiene bajo contenido de níquel. El cobre puede ser removido desde el circuito como sulfuro, el cual también contiene los metales preciosos (se lleva a cabo una recuperación casi completa de los metales preciosos) y se regresa al proceso de fundición de cobre. El resto de níquel en disolución es separado y purificado del plomo por la formación de un precipitado, empleando para ello una disolución de hidróxido de bario; se separa y

purifica del cobalto como precipitado de hidróxido de cobalto (III), utilizando el hidróxido de níquel (III) producido electrolíticamente a partir de hidróxido de níquel (II). La precipitación de cobalto actúa también como paso para la precipitación de otros elementos presentes en la disolución. Así la precipitación de cobalto se realiza casi por completo en adición al hierro, manganeso, arsénico, antimonio y bismuto. Finalmente el níquel es electrolíticamente producido desde la disolución purificada de níquel; en este proceso de electrólisis la reacción de formación de hidrógeno compite con la deposición de níquel en el cátodo. Este efecto contraproducente es minimizado, manteniendo separado el electrolito donde se realiza el proceso de oxidación y reducción, por medio de la separación por medio de un diafragma (Kaya, 2011).

El proceso Sherrit-Gordon utiliza varios materiales para el proceso de extracción, se puede utilizar sulfuro de níquel precipitado o restos de aleación de níquel. La operación entera se divide en los siguientes pasos: lixiviación, purificación de disolución, reducción de hidrógeno, tratamiento de disolución final de reducción de níquel y la separación cobalto-níquel. En el proceso de lixiviación, el mate finamente pulverizado es mezclado con la disolución producida en la primera etapa de lixiviación en autoclave para dar una pasta, la cual es tratada a una temperatura cercana a los 94°C; la primera etapa de lixiviación se realiza en autoclave con aumento en la presión del aire. Después de la separación sólido-líquido, el líquido pasa a la sección de purificación donde el sólido es mezclado con agua y amoníaco reciclado, y es lixiviado en un segundo autoclave cerca de los 80°C bajo condiciones presurizadas.

En el proceso de purificación, el exceso de amoníaco es removido desde la disolución por destilación y se pasa a una autoclave que corresponde al segundo paso de lixiviación. Cuando el amoníaco se concentra en la disolución, mucho del cobre presente es

precipitado como sulfuro de cobre y la cantidad de cobre residual es removido, junto con un poco de sulfuro de níquel, por precipitación con sulfuro de hidrógeno. Los aniones de azufre en la disolución son oxidados e hidrolizados a sulfato por calentamiento, bajo presión de aire a 240°C. En el paso de reducción, la disolución purificada es tratada con hidrógeno para precipitar el níquel y se detiene cuando la cantidad de hidrógeno que ha reaccionado corresponde a la misma cantidad que fue removida en el níquel desde la disolución en mayor proporción (Moskalyk, 2002).

El procesamiento de disolución que contiene el níquel reducido involucra el tratamiento con sulfuro de hidrógeno. Después de una filtración previa se toma la disolución para realizar una recuperación con sulfato de amonio. El sulfuro de níquel-cobalto producido en este paso es lixiviado a presión en un autoclave con ácido sulfúrico diluido, utilizando aire como agente oxidante. El sólido compuesto por el residuo de lixiviación e hidróxido de hierro, es filtrado y la disolución clarificada finalmente llega a la separación níquel-cobalto en la cual la operación con la que comienza es la inyección de amoníaco anhidro para formar complejos de amino níquel y cobalto (II).

La disolución después se oxida en una autoclave a 70 °C utilizando aire bajo presión y amoníaco libre, para un rango molar de níquel-cobalto en proporción 5:6. La mayoría de cobalto forma sulfato de acuopentamincobalto. El pH de la disolución es ajustado a 2.6 con la adición de ácido sulfúrico, la sal doble de sulfato de níquel amonio obtenida se cristaliza y se filtra. La disolución de pentamincobalto (III) se evapora para aumentar la concentración de sulfato de amino. Durante esta primera etapa de remoción de níquel, el polvo de cobalto se adiciona para reducir una parte de cobalto(III) a cobalto (II); la subsecuente adición de ácido sulfúrico produce un precipitado de sulfato de níquel-cobalto y amonio, el cual se filtra y se regresa al paso de oxidación de la amina de

cobalto (II). El filtrado tiene una proporción de cobalto-níquel mayor a 1000, el ácido sulfúrico y polvo metálico de cobalto se adicionan para reducir todo el cobalto (III) a cobalto (II). Esto es esencial porque la reducción de una disolución de la pentamina de cobalto (III) con hidrógeno da como producto óxido de cobalto en vez de cobalto metálico (Lupi, 2001).

3.5.2 Pirrotina Niqueloferosa:

Muchas menas de níquel sulfurosas son asociadas con pirrotina niqueloferosa que contiene un porcentaje de 0.6 a 1.5% de níquel. En tales menas la pirrotina es separada desde el mineral rico en níquel por medio de flotación o separación magnética, para dar un concentrado que contiene de 0.8 a 1.2% de níquel. El bajo contenido de níquel a partir de pirrotina sugiere que la recuperación adicional de hierro sea deseable. Existen dos procesos para el cual la pirrotina puede ser procesada: El primero involucra el tostamiento del concentrado el cual forma Fe_2O_3 y el contenido de níquel es oxidado para formar ferrita de níquel (NiFe_2O_4). Este material es selectivamente reducido para producir una aleación hierro-níquel el cual es lixiviado con disolución de carbonato de amonio para la recuperación de níquel, formando hematita como residuo de lixiviado.

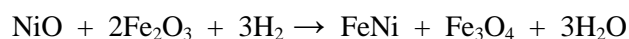
El segundo método involucra el tostado con sulfatos. Las condiciones son elegidas de tal forma que el hierro es convertido a óxido férrico (Fe_2O_3), mientras el níquel y cobre son convertidos a sulfato de níquel y sulfato de cobre respectivamente. El producto es lixiviado con agua para llevar los sulfatos hacia la disolución, dejando el óxido de hierro como el residuo de lixiviado (Benkes, 2000).

3.5.3 Procesos para Mineral Laterítico

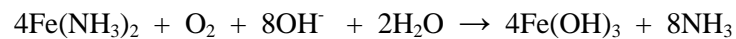
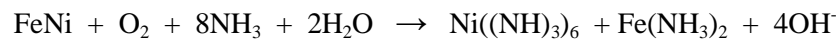
Desde la descripción mineralógica de los depósitos de lateritas se pueden obtener tres tipos de menas: limoníticas, serpentínicas y garnieríticas. Las menas limoníticas y garnieríticas son tratadas por diferentes procesos. Las menas garnieríticas se caracterizan por ser heterogéneas en su composición, pero son ricas en níquel y también en magnesio y silicio. Estas son tratadas de forma pirometalúrgica. Las menas limoníticas son mineralógicamente uniformes, las cuales están compuestas principalmente de goetita. Su alto contenido de hierro y de bajo níquel no es de beneficio económico para extraerse por métodos pirometalúrgicos. Estos son tratados por procesos hidrometalúrgicos o por combinación de ambos procesos.

Entre los procesos hidrometalúrgicos se encuentra el proceso Caron, el cual consiste de 4 etapas principales: secado y pulverizado, tostado reductivo, lixiviación con disolución de carbonato de amonio y recuperación del metal desde la disolución. Debido a que la mena pura se encuentra húmeda (usualmente en el rango de humedad en un 3 a 50% en peso), utiliza considerable energía para secar este mineral, el cual se lleva a cabo en hornos rotatorios. El material secado queda con 2 a 3 % de humedad y es pulverizado a un tamaño de partícula de 200 mesh o en tamaños más pequeños.

La reducción de mineral por tostamiento es el paso crítico en el proceso. El objetivo es selectivamente reducir níquel y cobalto hacia el estado metálico mientras se minimiza la reducción de hierro. La reacción de tostamiento puede ser representado en una forma ideal como:



Las plantas de procesamiento que utiliza el método Caron son múltiples tostadores de chimenea. Las condiciones fuertemente reductoras son formadas por la quema de gas productor en los tostadores con cantidades estequiométricas de aire. La mena caliente reducida es descargada desde los tostadores y es enfriada a una temperatura entre 150-200°C a una atmósfera reducida, después es colocada en tanques templados conteniendo la disolución de carbonato de amonio para lixiviar. El proceso es llevado a cabo en tanques de agitación en los cuales se introduce aire para oxidar y disolver la aleación hierro-níquel. Debido al alto pH de la disolución (cerca de 10), la hidrólisis de níquel y cobalto se previene por su alta afinidad por amoníaco disuelto, lo cual resulta en formación de complejos iónicos amino solubles de níquel y cobalto. El hierro aunque se disuelve inicialmente en complejos amino-ferrosos, se oxida rápidamente a su estado férrico, se hidroliza y precipita como hidróxido férrico, eventualmente dejando el proceso en el residuo lixiviado:



Después de la lixiviación, la disolución es separada desde los sólidos no disueltos por decantación en contracorriente, con lavado en una serie de grosos. El proceso de recuperación del metal empieza con el líquido lixiviado el cual fluye desde la fuente de lavado. El líquido es de primero filtrado para remover sólidos suspendidos, se mezcla después con sulfuro de hidrógeno o sulfuro de amonio para precipitar el cobalto como sulfuro de cobalto. La capa es más o menos soluble que el sulfuro de níquel, porque la disolución lixiviada exhibe una alta proporción de níquel- cobalto (proporción de 20 a 1), el sulfuro que precipita usualmente contiene más níquel que cobalto en proporción 2 a 1.

El material es lavado y secado y se mantiene como un subproducto del sulfuro mezclado. La disolución libre de cobalto es llevada al paso de precipitación de níquel, donde el amoníaco y el dióxido de carbono son removidos desde la disolución por calentamiento al vapor, dejando el tope de lo extraído el cual es recuperado y volver a utilizarse en el circuito de lixiviación, mediante la absorción de los gases en agua y regresando a la disolución de amonio carbonatada al circuito de lavado contracorriente a decantación. La pasta diluida de carbonato de níquel formado, se deja en el fondo del proceso de separación para ser filtrado. La masa es finalmente calcinada en un horno rotatorio para liberar el dióxido de carbono y para formar óxido de níquel (McDonald, 2008).

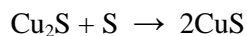
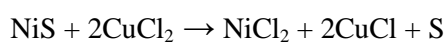
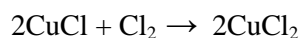
Otro proceso hidrometalúrgico utilizado es el proceso MoaBay, llamado así por la mena de depósito laterítico en Cuba el cual es predominantemente limonítico, alto en hierro y relativamente rico en cobalto. Tiene un bajo contenido de magnesio y es adecuado para el ataque directo con ácido sulfúrico a elevadas presiones y temperaturas. Tiene 2 mayores ventajas sobre el proceso Caron: la primera es la eliminación del proceso intensivo y consumidor de energía en el secado y pasos de reducción del proceso Caron. Segundo se obtiene un porcentaje de recuperación mayor al 90%, tanto de níquel como de cobalto. El proceso, de cualquier forma, no es aplicable para menas de lateritas y garnieríticas porque el contenido de magnesio es alto, que conlleva un excesivo consumo de ácido. El paso clave en este proceso es la separación de níquel y cobalto desde el hierro el cual está en gran exceso, constituyendo casi el 50% de la mena. Esta separación es lograda por la capacidad del hierro férrico de hidrolizarse a elevadas temperaturas para formar goetita, hematita y disolución de sulfato. Así para la lixiviación con ácido sulfúrico a 240-260°C, la disolución selectiva de níquel y cobalto se logra alcanzar con menos de 1 g de hierro por litro yendo hacia el líquido de lixiviación.

La lixiviación es llevada a cabo en cuatro autoclaves verticales en serie operadas bajo presión. La pasta lixiviada es tomada después a través de un intercambiador de calor hacia un tanque para ser llevado a presión atmosférica. Seis etapas de lavado continuo en contracorriente son utilizadas para separar los sólidos en el líquido del lixiviado. Después es tratado con lodo de coral con el propósito de neutralización. El alto contenido de carbonato de calcio y la larga área de superficie hacen que el lodo de coral un agente neutralizador natural, eficiente y rápido. Después de la remoción de precipitado la disolución se lleva a pH 2.4, la cual es precalentada y bombeada hacia una autoclave agitada horizontalmente, donde es tratada con gas de sulfuro de hidrógeno a elevadas temperaturas y presiones. Bajo esas condiciones la precipitación de sulfuros de níquel y cobalto se lleva a cabo; después de la reacción el lodo resultante es enfriado y el exceso de sulfuro de hidrógeno es removido de inmediato a presión atmosférica. La capa es utilizada para lavar y concentrar el lodo de níquel-cobalto para ser transportado (Moskalyk, 2006).

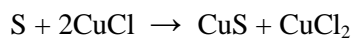
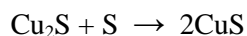
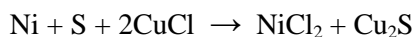
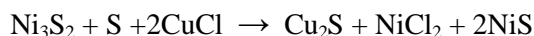
3.5.4 Proceso de lixiviado con cloruro

Los procesos de refinería de níquel basados en el lixiviado en disolución de cloruro, han sido desarrollados y exitosamente comercializados por la empresa Falconbridge en Noruega, así como la empresa Soci te Le Nickel (SLN) en Francia. El lixiviado del material es llevado a cabo a presi n atmosf rica en el punto de ebullici n de la disoluci n lixivante (aproximadamente 110 C). El cloro formado de las celdas electrol ticas se riega directamente en los tanques de lixiviaci n. En el proceso SLN la disoluci n lixivante es cloruro de hierro (III) recuperado desde un paso de remoci n de hierro en el sistema. En el proceso Falconbridge, la disoluci n lixivante es una disoluci n de cobre y cloruro de n quel reciclado desde el proceso de tratamiento de residuo de cobre.

El material obtenido del proceso Falconbridge es lixiviado con cloro en una disolución de cloruro de níquel y cobre, en una serie de tanques de agitación. Las condiciones de lixiviado están controlados por medio de mediciones de potencial de redóx para asegurar la lixiviación selectiva de níquel:



Esencialmente todo el cobre y azufre presente en el residuo de lixiviado se encuentra como CuS. Este residuo todavía contiene cerca del 8% de níquel como sulfuro de níquel sin reaccionar y la disolución lixivante todavía contiene altas concentraciones de cobre. Esta disolución se calienta a 140-145°C en dos autoclaves verticales, conectados en serie con el fin de promover la precipitación de cobre, y la disolución de níquel mediante reacciones de metátesis:



La descarga obtenida en las autoclaves, todavía contiene cobre en disolución, la cual es tratada con material fresco, para reducir la concentración de cobre. La extracción de

níquel se da con un 90% de rendimiento, y el residuo final del lixiviado contiene un porcentaje aproximado del 6 al 8% de níquel (McDonald, 2008).

En el proceso SNL, el hierro presente en el material es removido como cloruro férrico, mediante la extracción con solventes, utilizando fosfato de tributilo. Parte de la disolución de cloruro férrico extraída se recicla hacia el área de lixiviación con cloro. El níquel es recuperado desde la disolución purificada por medio de un cátodo de alta pureza, por medio de electrorefinado.

3.6 REFINADO DE NÍQUEL

El níquel se diferencia del cobre por su uso como elemento de aleación en aceros inoxidables y producción de aleaciones de acero, en áreas donde la mayor parte del cobre es utilizado en aplicaciones eléctricas y termales, las cuales requieren materiales altamente refinados. Los productos de níquel como óxido de níquel, óxido de níquel metalizado y ferroníquel, son producidos directamente por procesos de tostado y son lo suficientemente puros, sin refinar, para muchas aplicaciones de níquel como producción de aceros inoxidables.

En otras aplicaciones del níquel de alta pureza incluye los cátodos electrolíticos, polvo de carbonilo y polvo reductor de hidrógeno, el cual se obtiene por distintos procesos de refinamiento. En general, el níquel es refinado para disminuir a un nivel aceptable las impurezas en las cuales tienen un efecto adverso en los procesos subsecuentes o en las propiedades del producto metálico refinado. Los elementos que se toman como impurezas en el refinamiento del níquel se encuentran antimonio, arsénico, bismuto, cobalto, cobre, hierro, plomo, fósforo, azufre, estaño y zinc. Debido a que el cobalto tiene propiedades muy parecidas con el níquel, es difícil de remover

completamente, pero no es un serio contaminante en la mayoría de las aplicaciones del níquel, por lo que los productos que contienen níquel tienen altos niveles de cobalto.

El objeto del proceso de refinamiento no solamente es remover las impurezas del níquel, sino también recuperar los metales que tengan un valor económico, como los metales preciosos y los metales del grupo de platino (platino, paladio, osmio, rutenio, iridio y rodio), cobalto y cobre, azufre, selenio y telurio (Venkateswaran, 1996).

3.7 ELECTRODEPOSICIÓN DE NÍQUEL

3.7.1 Principios básicos

La electrodeposición consiste en el flujo de corriente directa entre dos electrodos inmersos en una disolución acuosa conteniendo principalmente sales de níquel. El flujo de corriente directa causa que uno de los electrodos, el ánodo, se disuelva y que el otro electrodo, el cátodo, sea recubierto con níquel. El níquel en disolución se encuentra en forma de iones divalentes y cargados positivamente, Ni^{+2} . Cuando la corriente fluye los iones positivos reaccionan con dos electrones y son convertidos en níquel metálico, en la superficie del cátodo.

3.7.2 Aplicación de las leyes de Faraday en la electrodeposición de níquel

La cantidad de níquel depositado en el cátodo y la cantidad disuelta en el ánodo son directamente proporcionales al producto de la corriente y el tiempo y pueden expresarse de la siguiente manera:

$$M = 1.095 \times aIt$$

En donde **M** es la cantidad de níquel depositado en el cátodo (o disuelto en el ánodo) en gramos, **I** es la corriente que fluye a través del tanque de reacción en amperios, **t** es el tiempo en el cual la corriente fluye en horas y **a** es la proporción de la eficiencia de la corriente. La constante de proporcionalidad (1.095) en gramos por A/h es igual a:

$$\text{Constante de proporcionalidad} = M/nF$$

donde **M** es el peso atómico del níquel (58.69), **n** es el número de electrones en la reacción electroquímica y **F** es la constante de Faraday, la cual es igual a 26,799 A/h (o comúnmente dado como 96,500 C). La constante de proporcionalidad debe de ser multiplicada por la eficiencia actual del electrodo si son requeridos valores precisos.

La eficiencia del ánodo para la disolución de níquel es casi siempre del 100%, bajo condiciones prácticas de electrodeposición, esto es **a** = 1 cuando se estima la pérdida en el peso del ánodo. Si el pH de la disolución es muy alto y/o la concentración de ion cloruro es demasiado baja, los iones hidroxilo podrían ser formados de preferencia hacia la disolución de níquel y se generaría oxígeno. Bajo estas condiciones inusuales, el ánodo de níquel se vuelve pasivo y la eficiencia de la disolución del ánodo es cercana a cero. La eficiencia del cátodo de diferentes disoluciones de níquel puede variar desde 90 al 97%. Un pequeño porcentaje de la corriente es consumida en la descarga de iones hidrógeno desde el agua. Esto reduce la eficiencia del cátodo para la deposición del níquel de un 100%, hasta aproximadamente 96% en una disolución de níquel libre de aditivos. Los átomos de hidrógeno forman burbujas de gas hidrógeno en la superficie del cátodo. Las eficiencias de un 90% en el cátodo, son características de algunas disoluciones de níquel brillante que son formuladas para dar altos niveles de depósitos de forma rápida, esto es un grosor de deposición por debajo de 12 μm . Una eficiencia de cátodo promedio de 95.5% se utiliza

comúnmente como estimados, cuando no se precisan de valores esenciales. Las eficiencias en el ánodo y el cátodo no son exactamente iguales, las concentraciones de iones níquel y el pH de la disolución se aumentarán lentamente cuando se dé el proceso de deposición. La velocidad del aumento en la concentración de níquel depende de la diferencia entre las eficiencias entre el ánodo y el cátodo. Porque las eficiencias en los electrodos varían del 90 al 97%, en áreas donde la eficiencia del ánodo es casi el 100%, la velocidad del aumento en la concentración del ion níquel depende de la eficiencia del cátodo y de la naturaleza del electrolito, no del tipo de material utilizado como ánodo

3.7.3 Corriente y distribución de metales

La deposición del níquel en cualquier punto de la superficie de un material depende de la densidad de corriente utilizada en ese punto. La densidad de corriente es determinada cuando la corriente es proporcionada sobre la superficie del artículo siendo electrodepositado. En el caso del níquel la distribución de corriente es determinada por factores geométricos, esto es por la forma de la pieza, la colocación relativa de la parte con respecto al ánodo, así como las partes son colocadas en el equipo de deposición y las dimensiones del sistema. A excepción de las formas más sencillas de ser electrodepositadas tienen superficies prominentes que están cercanas al ánodo, que en áreas donde es difícil formar una capa gruesa de níquel uniforme. La densidad de corriente es mucho mayor debido a la corta distancia entre ánodo a cátodo y las bajas resistencias al flujo de corriente que esto implica. En áreas donde se encuentren lejos desde el ánodo, tendrá una densidad de corriente mucho menor porque se aumenta la resistencia al flujo de corriente. Esto significa que el área prominente tendrá cubiertas muchos más gruesas que las áreas alejadas.

Los factores geométricos son de mayor influencia en la densidad de corriente en áreas localizadas en el caso de la deposición de níquel, la distribución de corriente es virtualmente la misma como la distribución en el metal. Los ánodos protegidos o auxiliares pueden ser utilizados efectivamente para obtener uniformidad de grosor aceptable. Las cubiertas están hechas de materiales no conductores, y pueden ser colocados en el ánodo, en el cátodo, o entre electrodos para bloquear o controlar el flujo de corriente. Los ánodos auxiliares podrían ser solubles o insolubles, y se colocarán cerca para que el cátodo más que el ánodo principal pueda dirigir la corriente a un área recesiva o relativamente pequeña en el cátodo. (Popov, 2002).

3.7.4 Poder de fuerza

En adición a factores geométricos, la distribución del metal es influenciada por polarización y eficiencia del cátodo, la relación de densidad de corriente y la conductividad eléctrica de la disolución. La compleja relación entre los factores que influyen en la distribución de corriente y la distribución de metal es llamado poder de fuerza. Una disolución con alto poder de fuerza es capaz de depositar casi cualquier grosor en ambas áreas recesivas o prominentes. La polarización del cátodo y la eficiencia de corriente no afectan significativamente el poder de fuerza del ácido utilizado como electrolito. La polarización del cátodo es baja y la eficiencia de corriente es alta y relativamente constante por encima de 1 A/dm^2 . La fuerza de poder puede ser medida para dar valores relativos, las mediciones indican que el poder de fuerza de las disoluciones de níquel pueden ser de cualquier forma improvisadas por la disminución de la densidad de corriente, aumentando la conductividad eléctrica de la disolución, aumentando la distancia entre el ánodo y el cátodo, y aumentando el valor de pH y temperatura (Schlesinger, 2011).

3.7.5 Estrés interno

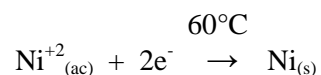
El estrés interno se refiere a fuerzas creadas en el depósito como un resultado del proceso de cristalización y/o la codeposición de impurezas tales como hidrógeno, azufre y otros elementos. El estrés interno puede ser tensil o expansivo por naturaleza. En depósitos tensivamente estresados, la distancia promedio entre átomos de níquel en la superficie es mayor que el valor de equilibrio, creando una fuerza que conduce de cerca los átomos entre sí. Cuando un depósito estresado es liberado desde su substrato se contracta. En adición, si un cátodo es electrodepositado sobre un solo lado, un estrés de depósito en tensión causará una deformación en el ánodo. En depósitos compresivamente estresados, los átomos están tan cerca y la fuerza tiende a conducirlos lo más lejano posible. Cuando se separan desde el substrato, los depósitos estresados compresivamente se expanden y una capa delgada es electrodepositada en un solo lado, el cual se separara del ánodo. El estrés en níquel electrodepositado puede variar en un amplio rango dependiendo en la composición de la disolución y condiciones de operación. La excesiva cantidad de níquel depositado en el cátodo, es uno de los problemas principales en el proceso de electrodeposición. La formación y adhesión del níquel formado en el cátodo, debe estar mantenido lo más bajo posible para facilitar la separación posterior del níquel.

3.7.6 Adhesión

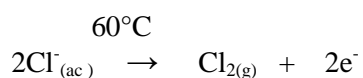
Un alto grado de adhesión entre el depósito y el substrato es crítico en todas las aplicaciones. Bajo condiciones favorables, la latitud del cristal del substrato se extiende hacia el depósito, el cual raramente ocurre en electrodepósitos comerciales, de cualquier forma, la adhesión se debe a fuerzas cohesivas entre átomos de metal (Sadiku-Agboola, 2012).

3.8 QUÍMICA DEL PROCESO DE ELECTROREFINADO EN DISOLUCIONES DE CLORURO

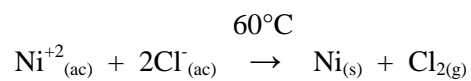
La reacción de deposición de níquel en el cátodo es la siguiente:



El potencial estándar de reducción E° , de la reacción de deposición del níquel es de aproximadamente -0.25V. La reacción de formación de gas cloro es:



El potencial estándar de reducción E° para la formación de cloro, es aproximadamente -1.35V. La reacción general del proceso de electrorefinado es la suma de las 2 reacciones:



el cloro y el níquel en disolución se forman en el medio electrolítico, el níquel sólido se electrodeposita en el cátodo y el gas cloro se forma en el ánodo.

En el equilibrio la velocidad de la reacción se vuelve cero. Para lograr la deposición de níquel en el cátodo, se debe de aplicar un voltaje de celda por encima del potencial de equilibrio. El potencial adicional aplicado, que es utilizado para llevar la reacción arriba del potencial de equilibrio es llamado sobrepotencial. El sobrepotencial es la fuerza cinética de la reacción, es el

que lleva las reacciones de tal forma que la electrodeposición y la evolución de cloro ocurren a una velocidad razonable. En la práctica el sobrepotencial es aproximadamente de 0.6V. En adición al potencial de equilibrio y el sobrepotencial, hay otras resistencias que aumentan el voltaje general de la celda, estas son: la resistencia electrolítica, la resistencia del ánodo y la resistencia de contacto.

La resistencia del electrolito se refiere a la resistencia eléctrica que el electrolito ofrece durante la transferencia de corriente por medio de las cargas iónicas en disolución. La resistencia del ánodo se debe a la transferencia de cargas, siendo impedidas por la estructura porosa de la misma y la resistencia de contacto se refiere a la resistencia causada por el contacto eléctrico entre la disolución de níquel formada y los electrodos utilizados en la electrodeposición (Paunovic, 2010).

En la práctica la suma de los 3 factores de resistencia mencionadas con anterioridad, resultan en un aumento en el voltaje de total de la celda a un valor de 3.0V.

3.8.1 Electroodos

Los ánodos empleados para el proceso de electrorefinado de níquel, están hechos de alambre de titanio cubiertos con óxido de rutenio o con otros metales. Esta cubierta de óxido de rutenio metálico es químicamente inerte y un buen conductor eléctrico en el ambiente altamente corrosivo encontrado en las celdas de electrorefinado en medios de cloruros. Los ánodos emiten gas cloro las cuales son colectadas para reuso en la lixiviación.

Los cátodos están hechos de láminas de níquel, o metales que contengan aleaciones con níquel. En orden de preparar estas láminas el níquel se deposita en láminas de platino, el tamaño de ambos electrodos deben de ser el mismo (Popov, 2002,).

3.8.2 Celdas

Los ánodos y cátodos son colocados en un tanque rectangular lleno de electrolito el cual se le conoce como una celda. Las celdas son típicamente hechas de polímeros de concreto resistentes al ácido, o hechos de concreto con insertos de polímeros los cuales están reforzados con fibra de vidrio.

Los ánodos y cátodos utilizados en el proceso son separados a una misma distancia a través de la celda para igualar la corriente a través de los mismos. Esto asegura una electrodeposición pareja en todas las placas utilizadas; la corriente directa utilizada es provista desde una fuente de poder, la cual utiliza un amperaje de 23 kA, la densidad de corriente en el cátodo es de 240 A/m^2 (Crundwell, 2011).

3.9 ELECTROLIXIVIACIÓN DE NÍQUEL A PARTIR DE MINERAL DE BAJO GRADO

En años recientes las investigaciones se han enfocado en la utilización de menas de níquel que tienen un bajo grado, es decir, minerales que contienen menos del 2% de níquel presente. Esto debido a la escasez de fuentes de níquel de alto grado, así como de menas sulfurosas. Algunos procesos industriales que se han utilizado para recobrar este metal desde lateritas de bajo grado incluyen reducción por medio de tostación, seguido de lixiviación con amoníaco, o por lixiviación a alta presión utilizando ácido sulfúrico.

El uso de estas metodologías, se ve limitado por la composición del mineral y por la presencia de menas que contienen níquel en bajas proporciones, los cuales hacen que los procesos de extracción sean muy costosos, especialmente los tratamientos pirometalúrgicos. En casos como las menas lateríticas basadas en mineral de serpentina que forman la base principal de las reservas

en Indonesia, la lixiviación con ácido sulfúrico o reducción por tostación, sería muy difícil de utilizar debido al alto contenido de magnesio (aproximadamente un 20%) de la laterita.

Otro método pirometalúrgico que puede ser considerado, es la tostación segregada de lateritas, pero este método también tiene desventajas debido a que se requiere una separación por medio de flotación o magnética del mineral previo a la lixiviación con amoníaco, por lo que tal tratamiento sería mucho más costoso que un proceso hidrometalúrgico (Young Lee, 2005).

Ren propuso una nueva metodología para la extracción de níquel a partir de lateritas de bajo grado, empleó un proceso de lixiviación electroquímico utilizando ditionito como medio lixivante. El ditionito se obtuvo por medio de la reducción electrolítica de dióxido de azufre en una disolución de ácido sulfúrico. Empleó una celda de resina dividida en 2 separados por una membrana de PVC, que actuó para el intercambio de iones Ni^{+2} formados en el ánodo hacia el cátodo para su posterior obtención. Los electrodos utilizados fueron platino (en forma de alambre) como cátodo y una placa de plomo como ánodo. El electrolito empleado fue una disolución 0.5M de ácido sulfúrico a temperatura ambiente. Se obtuvo un 60% de extracción de níquel en un tiempo de 100 minutos; el rango en la densidad de corriente del medio fue de 3.2 a 32 A/m², el electrolito no interfirió en el proceso de lixiviación del mineral (Ren Xiu-lian, 2012).

3.10 ANTECEDENTES DE NÍQUEL EN GUATEMALA

El níquel fue descubierto en 1950 en la región de El Estor, Izabal, las menas principales de fueron minerales lateríticos (principalmente garnietita). En 1958 se formó una empresa conjunta entre HannaMining Co. e INCO para formar EXMIBAL. Entre 1977 y 1980 se produjeron 15,340 toneladas métricas de mata de níquel. EXMIBAL cesó sus operaciones en los años 80, la razón del

cese de actividades fue por aumento del precio del petróleo y la caída del precio del níquel. SkyeResources adquirió EXMIBAL condicionalmente en el 2004 y en el 2005 EXMIBAL se convirtió en Compañía Guatemalteca de Níquel (CGN).

En el año 2002, Jaguar Níckel adquirió el 100% de Mayamérica y para el año 2005, Jaguar Níckel se convirtió en Mayaníquel, la cual tiene varias licencias de exploración. En el año 2006, inició exploraciones la compañía Nichromet de Guatemala, S.A. la cual tiene también varias licencias de exploración.

Los procesos de extracción de níquel para minerales lateríticos incluyeron, procesos de tostación en conjunto con operaciones hidrometalúrgicas como la lixiviación con amoníaco, así como la lixiviación con ácido a altas presiones. La lixiviación se realizaba a partir del mate formado en los procesos de fundición de las menas lateríticas (Ministerio de Energía y Minas de Guatemala, 2012).

3.10.1 Estudios de procesos de níquel en Guatemala

En Guatemala existen pocas investigaciones con referencia a procesos de obtención de níquel mediante métodos electroquímicos, existe una investigación de tesis realizada en la facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos, en la cual se realizó un estudio de diseño de calidad de un proceso de electroniquelado de piezas mecánicas. Para ello se utilizó un recipiente hecho de un material anticorrosivo donde se colocó el electrolito a utilizar, los cuales fueron disoluciones de sulfato de níquel hexahidratado a una concentración entre 300 y 450 g/l y cloruro de níquel hexahidratado a una concentración entre 37.5 y 112 g/l. Como ánodo se utilizaron electrodos de níquel con una pureza de 99.99%, los cátodos empleados fueron las piezas metálicas a recubrir y ambas fueron sostenidas por alambres de cobre, conectadas a la fuente de poder. Las condiciones de operación fueron: 5 amperios de corriente, 15 V de potencial, temperatura entre 55 y 70°C,

agitación mecánica, pH de la disolución entre 3.5 – 5 y un tiempo de proceso de 20 minutos. Obtuvo al final un peso de níquel electrodepositado entre 2 y 4 g sobre la pieza metálica. (De León, 2008).

4. JUSTIFICACIÓN

Guatemala es un país con una amplia actividad minera, debido a que cuenta con una gran cantidad de recursos minerales en distintos lugares del país.

En la actualidad uno de los metales que ha captado la atención en la industria metalúrgica es el níquel, por sus propiedades de alta resistencia mecánica, térmica y corrosiva que lo hace un excelente metal para la industria metalúrgica, principalmente en la fabricación de aceros (aleación níquel-hierro). Otro uso del níquel es en la fabricación de compuestos que son empleados como catalizadores en reacciones de síntesis orgánica. (ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt And Their Alloys, 2000)

El níquel se extrae principalmente de minerales que contienen azufre, utilizando métodos para la extracción que son muy complejos y muchos representan un alto riesgo para el medio ambiente. En la actualidad se ha optado por la extracción electroquímica de níquel a partir de minerales que contienen óxido de níquel en su estructura (minerales lateríticos), debido a la simplificación en el proceso global. (Beata Mizasga, 2008).

La extracción electroquímica tiene muchas ventajas sobre la extracción química tradicional, entre las cuales se encuentran:

- La generación de gases en el proceso electrolítico es aprovechado para utilizarse como reactivos para la lixiviación del mineral. (Idhayachander, 2010).
- El proceso de electrodeposición es irreversible debido a que la disolución de cloruro de níquel generada en la lixiviación del mineral con ácido clorhídrico, migra directamente

hacia la parte negativa del sistema electroquímico, generándose níquel elemental por el proceso de electrodeposición en el cátodo. (Vasilache, 2010)

La ventaja del uso de ácido clorhídrico en la lixiviación de minerales lateríticos radica en su bajo costo. Por otra parte, los subproductos gaseosos no son compuestos generadores de lluvia ácida. Otra ventaja del proceso electroquímico es el uso de materiales de bajo costo y fácil acceso, con lo que se puede garantizar un sistema de obtención de níquel que sea económicamente viable.

Considerando que los procesos electroquímicos en Guatemala actualmente no son utilizados en la extracción de metales, la presente investigación pretende sentar las bases para evaluar la viabilidad de estos métodos para la industria minera.

5. OBJETIVOS

4.1 Objetivo General:

Evaluar la recuperación de níquel presente en un mineral laterítico, por medio de un sistema electroquímico, utilizando una disolución de cloruro de sodio como electrolito.

4.2 Objetivo específicos:

- 4.2.1 Generar el catión níquel a partir de la electrolixiviación *in situ* de un mineral laterítico en presencia de una disolución de cloruro de sodio y un electrodo de platino.
- 4.2.2 Recuperar níquel a partir de la reacción de electrodeposición del cloruro de níquel en disolución en un electrodo de platino.
- 4.2.3 Establecer el porcentaje de recuperación de níquel con las condiciones de experimentación, que incluyen el potencial de reacción, tiempo de reacción, densidad de corriente, temperatura y pH.

6. HIPÓTESIS

La recuperación electrolítica de níquel en un mineral de bajo contenido del mismo, utilizando una disolución de cloruro de sodio con ácido clorhídrico concentrado, electrodos de platino utilizados como cátodo y ánodo, así como un potencial de 14 V a temperatura ambiente, es mayor al 10%.

7. MATERIALES Y MÉTODOS

7.1 UNIVERSO DE TRABAJO

Mineral de níquel procedente de una mina de níquel laterítico proveniente del municipio de El Estor, departamento de Izabal.

7.2 MUESTRA

Se trabajó con 50 g de un mineral de níquel laterítico proveniente de una mina situada en El Estor, departamento de Izabal.

7.3 MEDIOS

7.3.1 RECURSOS HUMANOS

7.3.1.1 Autor de la investigación

Br. William Ricardo Quiroa Hernández

7.3.1.2 Asesor

Lic. Eduardo Robles Aguirre

7.3.2. MATERIAL Y EQUIPO

Equipo de electroquímica:

- Soportes de metal

- Pinzas universales
- Estufa con agitación marca Corning modelo PC-351
- Fuente de poder con capacidad de 15 voltios de potencial y 500 miliamperios de amperaje.
- Recipiente circular de vidrio pyrex
- Termómetro
- Agitadores magnéticos
- Electrodo de platino
- Electrodo de acero inoxidable

Equipo de espectroscopia de Rayos X:

- Espectrofotómetro de Rayos X de Reflexión Total, marca XAR-E200
- Lámpara de luz Infrarroja
- Vidrios de cuarzo para colocar muestras

Cristalería:

- Kitazatos de 500 ml
- Embudos buchner
- Papel Whatman No. 3
- Vidrio de Reloj
- Beakers de 250, 600 y 1000 ml

- Probetas de 10, 25 y 1000 ml

- Papel pH

7.4 PROCEDIMIENTO

7.4.1 Preparación de muestra para análisis del contenido de níquel en el mineral

- A. Se deja secando el mineral en un horno a 100°C por un tiempo de 2 horas.

- B. Se enfría por unos minutos el mineral y se pesa 1 g en un Erlenmeyer de 250 ml.

- C. Se agregan 10 ml de ácido nítrico concentrado y 30 ml de ácido clorhídrico concentrado.

- D. El Erlenmeyer se coloca en una estufa con agitación y se calienta a una temperatura no mayor de 80°C y se cubre con un vidrio de reloj para hacer un reflujo de los vapores ácidos que se formen. El sistema se mantiene en constante agitación utilizando un magneto.

- E. La muestra se digiere por un tiempo de 24 horas.

- F. Después del tiempo establecido se deja enfriar la mezcla digerida a temperatura ambiente.

- G. Se analiza la muestra digerida por medio de Espectroscopia de Absorción Atómica de Llama y Espectroscopia de Rayos X.

7.4.2 Análisis cualitativo y por espectroscopia de Rayos X

- A. Se toma una cierta cantidad de muestra de mineral digerido y se coloca en un beaker de 50 ml y se calienta hasta sequedad.
- B. Se agrega una cierta cantidad de agua destilada al beaker de 50 ml y se vuelve a calentar hasta sequedad.
- C. Repetir el paso C 3 veces más, y luego diluir el contenido del beaker con agua destilada, luego se agrega a un balón aforado de 10 ml y se afora con agua destilada.
- D. Se toman 20 μ l de la disolución contenida en el balón aforado y se agrega a un cuarzo para análisis por Rayos X, teniendo el cuidado de colocar la gota en el centro del cuarzo. Luego se deja secar el contenido en una lámpara de infrarrojo. Al ver que la muestra se evapora se traslada al equipo de Rayos X para ser analizada.

7.4.3 Análisis del contenido de Níquel en el mineral

- A. A partir de un estándar de cloruro de níquel de concentración 1000 ppm se prepara una curva de calibración de 3 puntos, con las siguientes concentraciones: 1 ppm, 2 ppm y 4 ppm. La curva se preparara en balones de 25 ml, y se afora con una disolución de ácido clorhídrico al 1%.
- B. Leer en el equipo de absorción atómica la curva de calibración y se debe de obtener un coeficiente de correlación mayor a 0.9995.
- C. Se toma una cierta cantidad de muestra de mineral previamente digerida y se lee en el equipo.

- D. Si la concentración de la muestra excede el valor de concentración de la curva de calibración se hizo una dilución de acuerdo a la concentración reportada previamente, para que el rango de la concentración este dentro de la curva de calibración.
- E. Se lee un blanco de laboratorio previo a la lectura de la muestra. Este blanco es la disolución de ácido clorhídrico al 1% utilizada en el aforo de los balones para la curva de calibración.
- F. Se comprueba si no hay un error en las lecturas, mediante la lectura de un estándar interno de cloruro de níquel a concentración de 2 ppm.
- G. Para el caso del análisis del mineral, se lee una muestra de mineral enriquecida con una concentración de 1 ppm, para eliminar errores de matriz a la hora de las lecturas.

7.4.4 Preparación de muestra para el procedimiento electroquímico

- A. El electrolito se prepara de la siguiente manera: Se pesan 100 g de cloruro de sodio grado reactivo en un beaker de 1000 ml.
- B. Se agrega 1 l de agua destilada y se deja en agitación hasta que la sal quede completamente disuelta. Se toman 600 ml de esta disolución salina y se colocan en otro beaker de 1000 ml, se le agrega 50 g de mineral laterítico finamente pulverizado y se mantiene en agitación durante 10 minutos.
- C. Se agregan 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y se verifica que el pH de la solución este entre 2 a 4.

7.4.5 Realización del sistema electroquímico

- A. Dentro del beaker de 1 l conteniendo la disolución salina y el mineral pulverizado, se sumergen los dos electrodos de platino. Un electrodo está conectado a un lagarto el cual viene de un alambre conectado al polo negativo de la fuente de poder de 15V de potencial. El otro electrodo va unido a un lagarto conectado en el extremo positivo de la fuente de poder. Ambos electrodos van sujetos a pinzas universales.
- B. Se enciende la fuente de poder y se deja a un voltaje constante de 14 V en el sistema, se enciende la estufa a un nivel bajo. Se toma el pH de la solución contenida en el vaso de cerámica cada 30 min hasta observar un cambio de pH ácido a un pH básico. Se deja que el sistema reaccione por un tiempo de 2 h.
- C. Después del tiempo de reacción, el sistema se deja enfriar a temperatura ambiente. La disolución y sólido obtenido se dejan reposar hasta que el sólido se encuentre sedimentado en la parte inferior.
- D. Se toman 20 ml de la disolución obtenida en el proceso electroquímico y se coloca en un tubo de ensayo, posteriormente se agrega 10 ml de una disolución de amoníaco 6F y se deja reposar hasta obtener la formación de un coloide al fondo del tubo de ensayo.
- E. Tomar 10 ml de la disolución sobrenadante y agregar 1 ml de ácido clorhídrico concentrado para regenerar el cloruro de níquel formado.

7.4.6 Análisis del contenido de níquel en el proceso de electrolixiviación

- A. A partir de un estándar de cloruro de níquel de concentración 1000 ppm se prepara una curva de calibración con las mismas concentraciones que se utilizaron para el análisis del contenido de níquel en el mineral.

- B. Se toma una cierta cantidad de disolución preparada en el proceso de electrolixiviación y se lee en el instrumento.
- C. Si la concentración de la muestra excede el valor de concentración de la curva de calibración se hará una dilución, para que el rango de la concentración que se obtenga este cercano al valor de 2 ppm, que es el punto medio en la curva de calibración.
- D. Leer un blanco de laboratorio previo a las lecturas de la curva de calibración, así como después de leerse las muestras.
- E. Comprobar si no hay un error en las lecturas, mediante la lectura de un estándar interno de cloruro de níquel a concentración de 2 ppm.

7.5 DISEÑO DE INVESTIGACION

El tipo de investigación es de tipo descriptivo, el diseño de muestreo fue no probabilístico, por conveniencia se utilizó una muestra representativa de un mineral laterítico proveniente de la región de El Estor, Izabal el cual tiene una proporción de níquel en su composición menor al 2.2 por ciento. La variable considerada para la investigación es el porcentaje de recuperación de níquel en el mineral, las condiciones a lo largo del experimento permanecieron constantes.

Se utilizó una misma muestra de mineral para realizar el proceso de electrolixiviación. Para determinar el número de réplicas necesarias para realizar este proceso, se utilizó un método de estimación de una media poblacional. Se asumió una desviación estándar del 6% (porcentaje de recuperación), un error de muestreo del 4% y un nivel de confianza del 95%.

$$n = \frac{Z^2 * S^2}{E^2}$$

Dónde:

n = Tamaño de muestra

Z = El cual tiene un valor de 1.96, para un intervalo de confianza del 95%

S = Desviación estándar tomada para el experimento (6%)

E = Error del muestreo (4%)

$$n = \frac{(1.96)^2 * (0.06)^2}{0.04^2}$$

$$n = 8.64 = 9$$

La cantidad de réplicas del experimento realizados fue de 9, pero para aumentar la validez del estudio se realizaron 10.

Análisis de resultados

Se calculó la media y la desviación estándar del % de extracción de níquel en las diez muestras y se calculó un intervalo de confianza de la media poblacional del 95%.

Se realizó una prueba binomial definiendo un evento de éxito cuando se obtenga en cada una de las muestras un % de extracción del 10% o más, por tanto el fracaso será un porcentaje menor del 10%. Con la prueba binomial se determinó si la recuperación con éxito se debe o no al azar; el nivel de significancia será del 5%.

Hipótesis estadísticas: $H_0 = \mu \leq 10\%$

$H_a = \mu > 10\%$

Para determinar el porcentaje de recuperación de níquel, se tomó la cantidad de níquel

obtenido en el proceso electroquímico y se dividió entre el peso de mineral utilizado en la electrolixiviación.

$$\text{Porcentaje de níquel recuperado} - \frac{\text{Peso de Níquel obtenido}}{\text{Peso de mineral utilizado}} \times 100\%$$

8. RESULTADOS

Tabla No. 1

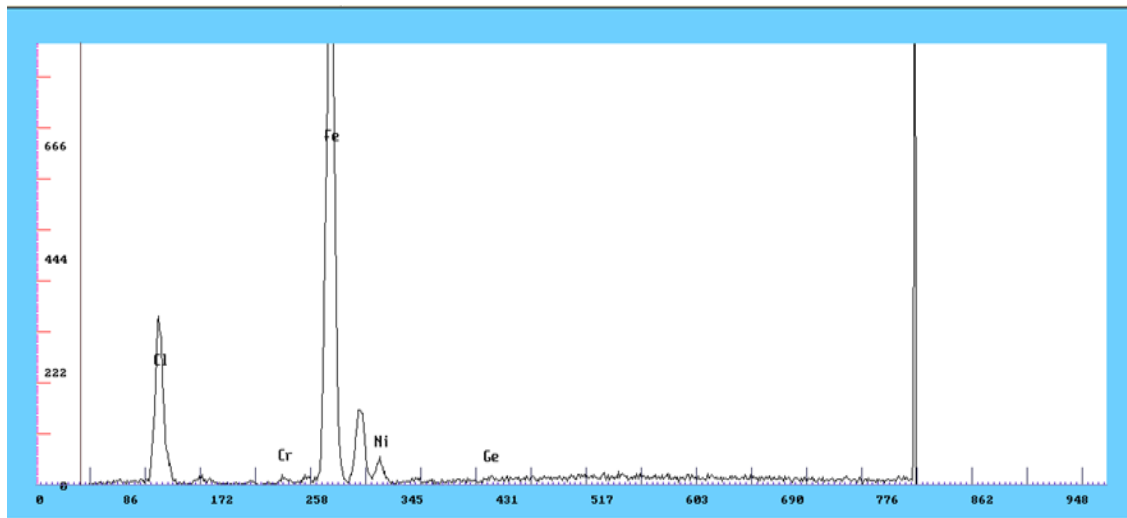
Contenido de Níquel en el mineral

Peso de mineral (g)	Contenido de Níquel Obtenido (g)	Porcentaje de Níquel en el Mineral
1.0317	0.1824	1.8%

Fuente: Datos Experimentales

Gráfica No. 1

Espectro de Fluorescencia de Rayos X para la muestra de mineral digerida



Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 2

Corrida 1 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	22	2	11.80
60	3	23	2	11.80
90	4	23	2	11.80
120	5	24	2	11.80

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 3

Corrida 2 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	3	27	8.80	3.74
60	3	32	8.80	3.74
90	4	36	8.80	3.91
120	4	42	8.80	3.91

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 4

Corrida 3 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	28	8.90	3.55
60	3	34	8.90	3.55
90	4	40	8.90	3.55
120	5	45	8.90	3.55

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 5

Corrida 4 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	22	8.00	3.50
60	4	23	11.0	3.50
90	4	23	9.5	3.5
120	5	24	9.5	3.5

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 6

Corrida 5 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	26	8.00	3.50
60	3	30	9.0	3.60
90	4	39	9.5	3.60
120	5	44	9.5	3.60

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 7

Corrida 6 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	29	9.8	3.6
60	4	34	9.90	3.70
90	4	40	9.90	3.70
120	5	47	9.90	3.70

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 8

Corrida 7 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	27	10	4.0
60	3	33	9.8	4.2
90	4	39	9.8	4.2
120	5	42	10	4.0

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 9

Corrida 8 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	28	9.8	4.2
60	3	34	10	4
90	4	39	10	4
120	5	46	10	4

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 10

Corrida 9 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	22	3	11
60	3	23	1.6	9.80
90	4	23	1	12.10
120	4	24	1	12.10

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 11

Corrida 10 del Experimento

Realizado a un pH inicial de 2.0, un potencial de 14 V y un electrolito de NaCl de concentración 100 g/l con 5 ml de HCl concentrado

Tiempo (min)	pH	Temperatura (°C)	Potencial Ánodo (V)	Potencial Cátodo (V)
0	2	22	-	-
30	2	22	1.8	12.20
60	3	23	1.8	12.20
90	3	23	1.8	12.20
120	4	24	1.8	12.20

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 12

Cantidad obtenida de níquel en el proceso electroquímico

<i>No. Experimento</i>	<i>Contenido de cloruro de níquel en el mineral (mg)</i>	<i>Contenido de cloruro de níquel extraído electroquímicamente (mg)</i>	<i>% de recuperación de cloruro de níquel en el mineral</i>
1	903.67	162.68	18.00
2	901.82	47.24	5.24
3	901.46	62.19	6.90
4	911.43	67.17	7.37
5	903.52	62.37	6.90
6	901.59	31.11	3.45
7	900.93	42.33	4.70
8	902.41	48.96	5.43
9	902.13	126.68	14.04
10	901.47	180.08	19.98
Media			9.20
Desviación Estándar			5.91
Límite Inferior (Intervalo de confianza del 95%)			4.97
Limite Superior (Intervalo de confianza del 95%)			13.42

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 13

**Experimentos con mejor porcentaje de recuperación de níquel, utilizando
electrodos de platino en optimas condiciones**

No. Experimento	% de recuperación de cloruro de níquel en el mineral
1	18.00
9	14.04
10	19.98

Fuente: Datos Experimentales

Tabla No. 14

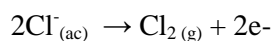
Prueba Binomial de los Experimentos Realizados

<i>Tipo de Hipótesis</i>	<i>Evento</i>	<i>Número de Experimentos</i>	<i>Proporción Observada</i>
Hipótesis propuesta	H_a = $\mu > 10\%$	3	0.3
Hipótesis nula	H_o = $\mu \leq 10\%$	7	0.7
		Total = 10	Total = 1

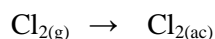
9. DISCUSION DE RESULTADOS

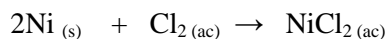
La tabla 1 indica el porcentaje de níquel obtenido en el mineral utilizado para la extracción electroquímica, mediante el uso de espectroscopia de absorción atómica. El contenido de níquel presente en el mineral fue del 1.8%, característico de los minerales lateríticos de tipo limonítico los cuales presentan un porcentaje de níquel entre 0.8 y 1.5 % y están compuestos principalmente de hierro de un 40 al 50 %. Esto se comprobó al ver la gráfica 1 que correspondió al análisis cualitativo del mineral digerido utilizando espectroscopia de fluorescencia de rayos X, en donde el pico de hierro es el elemento principal y el pico de níquel que se encuentra en menor proporción. (Crundwell, 2011).

El experimento se realizó 10 veces en un sistema electroquímico sin utilización de una membrana de por medio, se emplearon electrodos inertes de platino como ánodo y cátodo. El electrolito utilizado fue una disolución de cloruro de sodio la cual actuó como reactivo para la obtención de cloro gaseoso, mediante la oxidación electroquímica de los iones cloruros en el sistema. El sistema se trabajó a un pH inicial de 2.0 y un potencial de 14.0 V con agitación constante, correspondiente a la siguiente reacción

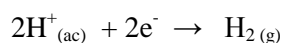


El cloro gaseoso al estar en un medio muy ácido (principalmente pH 2) favorece la formación de cloro molecular acuoso, que es la especie predominante en el sistema electroquímico y este es el reactivo que se encarga de lixiviar el mineral para obtener níquel como disolución de cloruro de níquel (Bayrakceken, 1990).

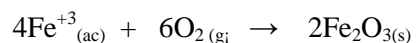




Se agregó una pequeña cantidad de ácido clorhídrico al electrolito utilizado para favorecer el sistema electroquímico, mediante el intercambio de electrones entre los iones que se estén formando en la reacción electroquímica para favorecer la formación de cloro molecular acuoso. El pH en el sistema es balanceado por la formación de hidrogeno molecular en el electrodo utilizado como cátodo, por la reducción de los iones hidronios presentes en el medio, de acuerdo con la siguiente reacción:



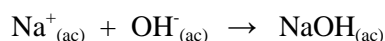
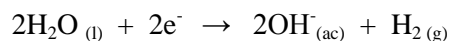
Al ver las tablas 3 al 10, que corresponden a los experimentos 2 al 8 se observó un comportamiento similar en cuanto a temperatura y pH realizado en el transcurso de la reacción. El valor de potencial en el ánodo durante la reacción fue mucho mayor que el potencial del cátodo, lo que produjo que el proceso electroquímico fuera oxidativo. Esto se debió a la formación de óxido de hierro (III) o hematita el cual se depositó en la superficie del cátodo (ver anexo C). La formación de este óxido se obtuvo por la reacción del hierro en solución en su estado de oxidación mayor (+3) formado en el proceso electroquímico, el cual reaccionó con el oxígeno formado en exceso en el lado del ánodo el cual formo un precipitado en el electrodo de platino (Fan, 2010):



Como se ve en la tabla 12, se obtuvo una media en el porcentaje de recuperación de níquel del 9.20 % con una desviación estándar de 5.91 %. En 7 de los 10 experimentos realizados se obtuvo un porcentaje de recuperación de níquel por debajo del 10 %, siendo el experimento 6 el que presento el menor valor con un 3.45 %. En la tabla 13 se puede observar que los experimentos 1, 9

y 10 fueron en los que se obtuvo un porcentaje de recuperación mayor del 10 %, siendo el experimento 10 el que presentó mayor porcentaje de recuperación con un 19.98 %. La causa en este cambio fue la modificación en la superficie del electrodo de platino utilizado como cátodo, por la formación de Fe_2O_3 lo que provocó la modificación en sus propiedades electroquímicas. A pesar de la limpieza realizada al electrodo al final de cada experimento, después de haberse realizado el experimento 8 y previo a su limpieza, se desprendió la capa de platino que cubre la punta del electrodo y se notó la presencia de una mancha de color negro dentro de ella, por lo que se limpió y se colocó de nuevo al electrodo. Los valores en el porcentaje de recuperación de níquel en los experimentos después de esta limpieza fueron mayores al 10 %. A pesar de que la mayoría de experimentos no cumplió con lo establecido en la hipótesis (ver tabla 12), utilizándose un electrodo de platino sin alteración durante el proceso electroquímico, así como una limpieza adecuada del mismo, nos dan procesos electroquímicos con recuperación de níquel mayor al 10 %. Esto puede verificarse en la tabla 13 en la que se presentan los porcentajes de recuperación de los tres experimentos en los que se usó el electrodo sin alteraciones, por lo que la hipótesis establecida no debe descartarse en esta investigación.

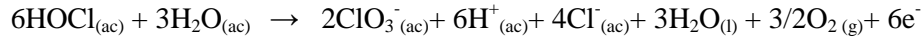
El sistema utilizado no presentaba una membrana que separara los dos procesos electroquímicos, por lo que se dio la formación de hidróxido de sodio mediante la reacción del ion sodio en solución y los iones hidroxilo producidos por la reducción del agua en el electrodo de platino utilizado como cátodo, lo que propició un aumento en el pH del sistema (Gupta, 2003):



A pH 5 o mayor se da la hidrólisis del cloro molecular acuoso para dar la formación de ácido hipocloroso, el cual es la especie predominante en el sistema de electrolixiviación (Bayrakceken, 1990):

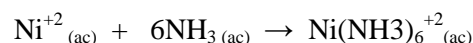


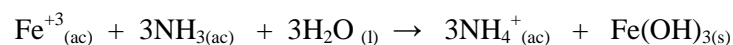
Al tener un medio fuertemente oxidativo en el sistema de electrolixiviado el ácido hipocloroso formado in situ, se descompone para formar ion clorato el cual es un reactivo muy poco eficiente para el proceso de lixiviación del mineral, esto hace que baje la eficiencia del sistema para recuperar níquel electroquímicamente (Hammar, 1964):



Otro aspecto que se tomó en cuenta fue que la alta concentración de cloruro de sodio empleada en el proceso, formó una gran cantidad de cloro en el medio y trabajándose a pH bajos, la hidrólisis de cloro para obtener ácido hipocloroso no se logra completar en su totalidad y una fracción significativa de cloro queda en forma de cloro molecular Cl_2 que escapa al ambiente en forma de gas, el cual se notó en el burbujeo en el electrodo de platino que funciono como ánodo (Black & Veatch, 2010).

La disolución obtenida en el proceso de electrolixiviación aparte de haber contenido níquel disuelto, también contiene hierro debido a la alta composición presente en el mineral, por lo que se hizo una separación mediante la adición de una disolución de amoníaco. Esta reacción permitió formar un complejo soluble de níquel y el hierro al no poderse acomplejar con la disolución forma un precipitado de hidróxido férrico (Vogel, 1989).





Posteriormente el complejo de níquel se le agrego 1 ml de ácido clorhídrico concentrado para formar nuevamente cloruro de níquel. Como se puede ver en el Anexo D, los tubos donde se realizó el proceso de separación de níquel y hierro mediante la adición de una disolución de amoníaco, mostraron que los experimentos 1, 9 y 10 tuvieron una formación de precipitación mucho mayor que en los demás experimentos. Dichos experimentos fueron los que dieron un mejor porcentaje de extracción de cloruro de níquel en el sistema electroquímico, siendo mayores al 10 %. Esto es porque el níquel se encuentra presente en el mineral unido principalmente a la goetita (α -FeOOH), el cual se encuentra en 3 modos: a) Asociado con goetita amorfa o pobremente cristalina. B) Adsorbida débilmente a la superficie cristalina de la goetita y c) como sustituyente en su superficie (Fan 2011). Durante el proceso de electrolixiviación el cloruro de níquel se obtiene en mayor proporción cuando se lixivia junto con la solución de tricloruro férrico obtenido del mismo mineral. Debido a que el potencial en el ánodo no fue alto como en los demás experimentos, no se obtuvo la formación de óxido de hierro (III) por el medio altamente oxidativo en el sistema electroquímico por lo que hubo una mayor obtención de tricloruro férrico y por ende cloruro de níquel.

10. CONCLUSIONES

- A) La formación de cloro acuoso a partir de cloro gaseoso se da en medio ácido, principalmente a pH 2.
- B) La media en el porcentaje de extracción de níquel en los 10 experimentos fue de 9.20 %.
- C) El experimento 6 fue el que menos porcentaje de recuperación de níquel obtuvo con un 3.45 % y el experimento 10 fue el que presentó mayor porcentaje de recuperación con un 19.98 %.
- D) La formación de óxido de hierro (III) como hematita sobre la superficie del cátodo, provocó que el sistema electroquímico trabajara a un potencial mayor en el ánodo.
- E) La modificación en las propiedades electroquímicas del electrodo de platino utilizado como cátodo debido a la formación de óxido de hierro durante el proceso electroquímico, provocó que 7 de 10 experimentos realizados se obtuviera un porcentaje de recuperación de níquel menor al 10 %.
- F) El aumento de pH en el sistema electroquímico se debió a la formación de hidróxido de sodio por la formación de ion hidroxilo en la superficie del cátodo.
- G) La formación de ion clorato a partir de ácido hipocloroso por el medio altamente oxidativo y a pH 5, bajo la eficiencia en el sistema electroquímico para la recuperación de níquel.
- H) Cierta cantidad de cloro gaseoso formado en el sistema se escapó como gas en el ambiente, el cual se observó en el burbujeo excesivo en el sistema electroquímico.
- I) La recuperación de níquel se vio favorecida por la formación de tricloruro en el proceso, por las características del mineral empleado para la extracción.

11. RECOMENDACIONES

- A) Realizar la reacción en un sistema donde presente una membrana que separe las reacciones formadas en los dos electrodos de uso.

- B) Utilizar diferentes tipos de electrodos inertes para evaluar su desempeño en la recuperación de cloruro de níquel.

- C) Emplear disoluciones a diferentes concentraciones de cloruro de sodio para obtener el mejor electrolito para la obtención de cloro necesario para el proceso de electrolixiviación de mineral laterítico.

- D) Hacer la reacción a un pH básico para comparar el porcentaje de recuperación de níquel, con la reacción realizada en pH ácido.

- E) Se debe de realizar una limpieza cuidadosa de los electrodos utilizados como cátodo y ánodo al finalizarse un proceso electroquímico, para eliminar cualquier presencia de óxido de hierro que provoque una corrosión en el sistema, y así obtener porcentajes de recuperación de níquel mayores al 10%

12. REFERENCIAS

1. Gupta, C.K. (2003). *Chemical Metallurgy: Principles and practice*. John Wiley and Sons. USA.
2. Engagh, P. (2004). *Encyclopedia of The Elements*. John Wiley and Sons. USA.
3. Young Lee, H. (2005). Electrochemical Leaching of Nickel From Low Grade Laterites. *Hydrometallurgy*. 77, 263 – 268.
4. Moskalyk, R. R. (2002). Nickel Laterite Processing and Electrowinning Practice. *Minerals Engineering*. 15, 593 – 605.
5. Lupi, C. (2006). Studies Concerning Nickel Electrowinning From Acidic and Alkaline Electrolytes. *Minerals Engineering*. 19, 1346 – 1356.
6. Lupi, C., Pilone, D. (2001). Electrodeposition of Nickel-Cobalt Alloys: The Effect of Process Parameters on Energy Consumption. *Minerals Engineering*. 4(11), 1403 – 1410.
7. Kaya, S. (2011). High Pressure Acid Leaching Of A Refractory Lateritic Nickel Ore. *Minerals Engineering*. 24, 1188 – 1197.
8. *Nickel*. (2008). United Kingdom: British Geological Survey, Natural Environment Research Council.
9. Venkateswaran, E. (1996). Electrowinning Of Nickel From Chloride Electrolyte. *Bulletin Of Electrochemistry*, 339-341.

10. Harris, B. (2006). *A New Approach to The High Concentration Chloride Leaching Of Nickel Laterites*. ALTA Ni/Co 11 Perth, WA. Conference, Australia.
11. Harris, B. (2011). *Recent Developments In The Chloride Processing Of Nickel Laterites*. ALTA 2011 Conference, Australia.
12. Fan, C. (2011). Kinetics Of Selective Chlorination Of Pre-reduced Limonitic Nickel Laterite Using Hydrogen Chloride. *Minerals Engineering*. 24, 1016 – 1021.
13. Illic, I. (2003). Chlorination Of Nickel Ore By Gaseous Chlorine In The Presence Of Active Additives. *Journal of Mining and Metallurgy*. 11, 427 – 441.
14. Beukes, J.P. (2000). Nickel Retention By Goethite And Hematite. *Minerals Engineering*. 13(14), 1573 – 1579.
15. Orhan, G. (2002). Nickel Recovery From The Rinse Waters of Plating Baths. *Hydrometallurgy*. 65, 1 – 8.
16. Njau, K.N. (1995). Electrochemical Reduction of Nickel Ions From Dilute Solutions. *Journal Of Applied Electrochemistry*. 25, 982 – 986.
17. Sadiku-Agboola, O. (2002). The Propieties and The Effect Of Operating Parameters On Nickel Plating. *International Journal Of The Physical Sciences*. 14. 349 – 360.
18. Harris, B. (2009). *Treatment Of Nickel Laterites By Chloride And Hybrid Cholide-Sulphate Process*. 39th Annual Hydrometallurgy Meeting. Ontario, Canada.
19. Cotton, F.A. (1972). *Advanced Inorganic Chemistry: A Comprehensive Text*. John Wiley and Sons. 3rd Edition. USA.
20. Habashi, F. (1997). *Handbook Of Extractive Metallurgy: Primary Metals, Secondary Metals, Light Metals*. John Wiley and Sons. USA.

21. Popov, K. (2002). *Fundamental Aspects Of Electrometallurgy*. Kluwer Academic Publishers. USA.
22. Crundwell, F. (2011). *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt, and Platinum-Group Metals*. Elsevier. Great Britain.
23. *ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt And Their Alloys*.(2000). ASM INTERNATIONAL.
24. REN Xiu-lian, W. Q. (2012). Electrodeposition conditions Of Metallic Nickel In Electrolytic Membrane Reactor. *Transactions Of Nonferrous Metals Society Of China*, 35, 467-475.
25. McDonald, R. G. (2008). Atmospheric Acid Leaching Of Nickel Laterites Review, Part II: Chloride and Bio-Technologies. *Hydrometallurgy*, 91, 56 – 69.
26. Ministerio de Energia y Minas de Guatemala. (2012). Uso Industrial de Minerales Que Se Encuentran En Guatemala. Recuperado de http://www.mem.gob.gt/wp-content/uploads/2012/05/1_Usos_Industriales_Minerales_2005.pdf
27. Paunovic, M. (2006). *Fundamentals of Electrochemical Deposition*. John Wiley and Sons. USA. 2nd Edition.
28. Schlesinger, M. (2010). *Modern Electroplating*. John Wiley and Sons. USA. 5th Edition.
29. Lozano-Rivas, W. A. (2011). *Determinación del Número Mínimo de Observaciones en Investigación, Obviando las Estimaciones de Varianza en los Datos*. Revista de Didáctica Ambiental. Recuperado de <http://www.didacticaambiental.com/revista/numero10/6.-.pdf>.

30. De Leon, M. (2008). *Diseño de un sistema de calidad en la fabricación del níquel brillante*. Tesis de Graduacion, Facultad de Ingenieria. Universidad de San Carlos. Guatemala, Guatemala.
31. Idhayachander, R. (2010). Electrolytic Recovery Of Nickel From Spent Electroless Nickel Bath Solution. *E-Journal Of Chemistry*, 1412-1420.
32. Jeffrey, G.H., et al. (1989). *Vogel's Textbook of Inorganic Analysis*. Longman Scientific & Technical. UK. 5th edition.
33. Byrakceken, S. (1990). Leaching of FeS in Aqueous Chlorine Solution. *Hydrometallurgy*, 357-365.
34. Black & Veatch Corporation. (2010). *White's Handbook of Chlorination and Alternative Disinfectants*. John Wiley and Sons. 5th edition.
35. Fan C. et al. (2010.). Extraction of Nickel and Cobalt From Reduced Limonitic Laterite Using a Selevtive Chlorination-Water Leaching Process. *Hydrometallurgy*. 91, 191-194.
36. Hammar L. Cathodic and Anodic Efficiency Losses in Chlorate Electrolysis. *Electrochimia Acta*, 1964. 9, 1 – 16.

13. ANEXOS

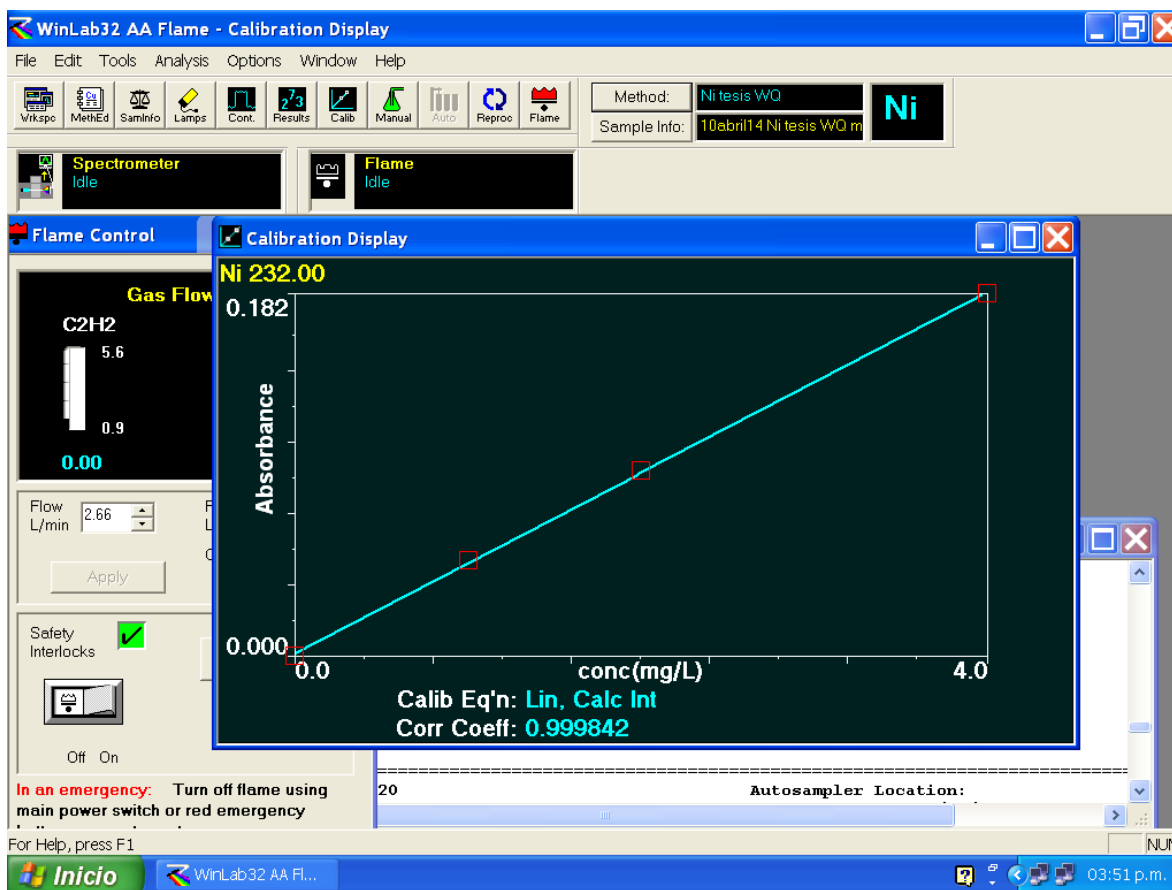
A. Tabla de resultados del análisis de la muestra de mineral

Sample ID:	blanco		Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)								
Ni									
232.00									
	[0.00]mg/L			0.1705	0.5125		0.1732		13:41:47.00
	[0.00]mg/L			0.1710	0.5139		0.1743		13:41:52.00
	[0.00]mg/L			0.1702	0.5115		0.1747		13:41:57.00
Mean:	mg/L			0.1706	0.5126		0.1741		
SD:	0.00								
%RSD:	0.24								

Sample ID:	estandar 1		Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)								
Ni									
232.00									
	[1]mg/L			0.0536	0.6736		0.2291		13:42:48.00
	[1]mg/L			0.0544	0.6760		0.2301		13:42:53.00
	[1]mg/L			0.0535	0.6734		0.2272		13:42:58.00
Mean:	mg/L			0.0538	0.6743		0.2288		
SD:	0.00								
%RSD:	0.91								

Sample ID:	estandar 2		Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)								
Ni									
232.00									
	[2]mg/L			0.1032	0.8228		0.2776		13:43:36.00
	[2]mg/L			0.1018	0.8187		0.2779		13:43:41.00
	[2]mg/L			0.1036	0.8239		0.2819		13:43:46.00
Mean:	mg/L			0.1029	0.8218		0.2791		
SD:	0.00								
%RSD:	0.89								

Sample ID:	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
estandar 3								
Ni								
232.00								
	[4]mg/L		0.1898	1.0831		0.3692		13:44:23.00
	[4]mg/L		0.1904	1.0848		0.3671		13:44:28.00
	[4]mg/L		0.1912	1.0874		0.3686		13:44:33.00
Mean:	mg/L		0.1905	1.0851		0.3683		
SD:	0.00							
%RSD:	0.38							



Sample ID: QC
2ppm

Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.028mg/L	2.028 mg/L	0.0999	0.8130		0.2745		13:45:14.00
	2.038mg/L	2.038 mg/L	0.1004	0.8144		0.2764		13:45:19.00
	2.034mg/L	2.034 mg/L	0.1002	0.8138		0.2750		13:45:24.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1002	0.8137		0.2753		
SD:	0.0051	0.0051						
%RSD:	0.25							

Sample ID:	blanco HCL 1%							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	0.032mg/L	0.032 mg/L	0.0055	0.5292		0.1790		13:45:53.00
	-0.016mg/L	-0.016 mg/L	0.0033	0.5224		0.1784		13:45:58.00
	-0.010mg/L	-0.010 mg/L	0.0035	0.5232		0.1767		13:46:03.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0041	0.5249		0.1780		
SD:	0.0262	0.0262						
%RSD:	1,324.13							

Sample ID:	mineral dilucion 1/1000							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	0.212mg/L	0.212 mg/L	0.0140	0.5547		0.1875		13:46:46.00
	0.195mg/L	0.195 mg/L	0.0132	0.5523		0.1883		13:46:52.00
	0.194mg/L	0.194 mg/L	0.0132	0.5522		0.1883		13:46:56.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0135	0.5531		0.1881		
SD:	0.0100	0.0100						
%RSD:	5.00							

Sample ID:	QC 2ppm							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI232.00								
	2.029mg/L	2.029 mg/L	0.1000	0.8132		0.2761		13:49:52.00

	2.028mg/L	2.028 mg/L	0.0999	0.8130	0.2751	13:49:57.00
	2.047mg/L	2.047 mg/L	0.1008	0.8157	0.2764	13:50:02.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1003	0.8140	0.2758	
SD:	0.0107	0.0107				
%RSD:	0.53					

Sample ID:	mineral 1/100							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	1.746mg/L	1.746 mg/L	0.0866	0.7730		0.2603		13:50:58.00
	1.768mg/L	1.768 mg/L	0.0877	0.7761		0.2631		13:51:03.00
	1.784mg/L	1.784 mg/L	0.0884	0.7784		0.2647		13:51:08.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0876	0.7758		0.2627		
SD:	0.0191	0.0191						
%RSD:	1.08							

Sample ID:	QC							
Analyte	2ppm Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	1.989mg/L	1.989 mg/L	0.0918	0.7630		0.2601		15:20:00.00
	1.981mg/L	1.981 mg/L	0.0914	0.7619		0.2593		15:20:05.00
	1.965mg/L	1.965 mg/L	0.0907	0.7597		0.2581		15:20:10.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0913	0.7615		0.2591		
SD:	0.0126	0.0126						
%RSD:	0.64							

Sample ID:	blanco HCL							
Analyte	1% Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	-0.022mg/L	-0.022 mg/L	0.0005	0.4885		0.1668		15:20:48.00
	-0.014mg/L	-0.014 mg/L	0.0008	0.4896		0.1679		15:20:53.00
	-0.029mg/L	-0.029 mg/L	0.0002	0.4876		0.1663		15:20:58.00

Mean: mg/L mg/L 0.0005 0.4886 0.1670
SD: 0.0073 0.0073
%RSD: 33.36

Sample ID: mineral dilucion
 1/100

Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	1.825mg/L	1.825 mg/L	0.0844	0.7406		0.2521		15:21:40.00
	1.834mg/L	1.834 mg/L	0.0847	0.7418		0.2517		15:21:44.00
	1.814mg/L	1.814 mg/L	0.0839	0.7391		0.2516		15:21:49.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0843	0.7405		0.2518		
SD:	0.0096	0.0096						
%RSD:	0.53							

Sample ID: mineral 1/100 enri
 1ppm

Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.933mg/L	2.933 mg/L	0.1346	0.8918		0.3028		15:23:47.00
	2.932mg/L	2.932 mg/L	0.1346	0.8916		0.3032		15:23:52.00
	2.928mg/L	2.928 mg/L	0.1344	0.8911		0.3048		15:23:57.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1346	0.8915		0.3036		
SD:	0.0025	0.0025						
%RSD:	0.09							

B. Tabla de resultados del análisis de los experimentos de recuperación de níquel

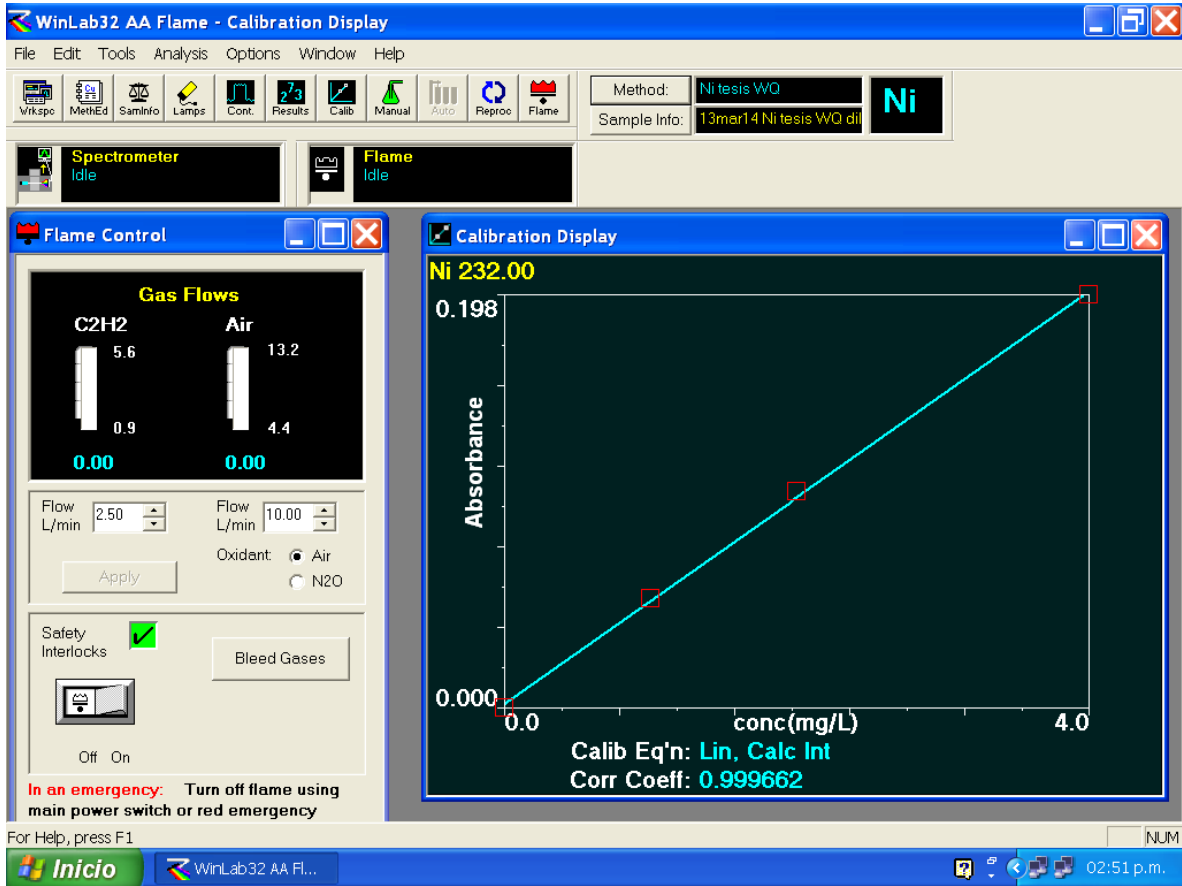
Sample ID:	blanco							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Ni								
232.00								
	[0.00]mg/L		0.1562	0.4696		0.1591		09:36:27.00
	[0.00]mg/L		0.1564	0.4701		0.1594		09:36:32.00
	[0.00]mg/L		0.1563	0.4696		0.1601		09:36:37.00
Mean:	mg/L		0.1563	0.4698		0.1595		
SD:	0.00							
%RSD:	0.06							

Sample ID:	estandar 1							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Ni								
232.00								
	[1]mg/L		0.0530	0.6291		0.2130		09:37:14.00
	[1]mg/L		0.0525	0.6277		0.2111		09:37:19.00
	[1]mg/L		0.0523	0.6270		0.2140		09:37:23.00
Mean:	mg/L		0.0526	0.6279		0.2127		
SD:	0.00							
%RSD:	0.68							

Sample ID:	estandar 2							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Ni								
232.00								
	[2]mg/L		0.1042	0.7828		0.2654		09:37:59.00
	[2]mg/L		0.1034	0.7806		0.2643		09:38:04.00
	[2]mg/L		0.1034	0.7806		0.2627		09:38:09.00
Mean:	mg/L		0.1037	0.7813		0.2641		
SD:	0.00							
%RSD:	0.42							

Sample ID:	estandar 3	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)							
NI								
232.00								
	[4]mg/L		0.1980	1.0648		0.3622		09:38:39.00
	[4]mg/L		0.1963	1.0597		0.3617		09:38:44.00
	[4]mg/L		0.1972	1.0625		0.3632		09:38:49.00
Mean:	mg/L		0.1972	1.0623		0.3624		
SD:	0.00							
%RSD:	0.43							

Sample ID:	QC	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)							
NI								
232.00								
	1.991mg/L	1.991 mg/L	0.1002	0.7709		0.2633		09:39:37.00
	2.010mg/L	2.010 mg/L	0.1012	0.7738		0.2621		09:39:42.00
	2.009mg/L	2.009 mg/L	0.1011	0.7736		0.2626		09:39:47.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1008	0.7728		0.2627		
SD:	0.0109	0.0109						
%RSD:	0.54							



Sample ID:	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
blanco HCL	1%							
Ni								
232.00								
	-0.014mg/L	-0.014 mg/L	0.0017	0.4747		0.1610		09:40:27.00
	0.008mg/L	0.008 mg/L	0.0027	0.4780		0.1623		09:40:32.00
	0.003mg/L	0.003 mg/L	0.0025	0.4772		0.1616		09:40:37.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0023	0.4766		0.1616		
SD:	0.0116	0.0116						
%RSD:	952.26							

Sample ID:	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
muestra 1 dil	1/20							
Ni								
232.00								
	9.227mg/L	9.227 mg/L	0.4559	1.8399		0.6311		09:41:09.00

	9.092mg/L	9.092 mg/L	0.4492	1.8198	0.6220	09:41:14.00
	9.180mg/L	9.180 mg/L	0.4536	1.8328	0.6282	09:41:19.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.4529	1.8308	0.6271	
SD:	0.0689	0.0689				
%RSD:	0.75					

2014/03/13 09:41:23 Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample ID:	muestra 2 dil1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	3.141mg/L	3.141 mg/L	0.1567	0.9408		0.3186		09:41:50.00
	3.166mg/L	3.166 mg/L	0.1580	0.9445		0.3244		09:41:55.00
	3.139mg/L	3.139 mg/L	0.1566	0.9405		0.3200		09:42:00.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1571	0.9420		0.3210		
SD:	0.0150	0.0150						
%RSD:	0.48							

Sample ID:	muestra 3 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	4.094mg/L	4.094 mg/L	0.2036	1.0817		0.3694		09:42:29.00
	4.095mg/L	4.095 mg/L	0.2036	1.0818		0.3676		09:42:34.00
	4.069mg/L	4.069 mg/L	0.2023	1.0778		0.3675		09:42:39.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.2032	1.0804		0.3681		
SD:	0.0151	0.0151						
%RSD:	0.37							

Sample ID:	muestra 4 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	4.394mg/L	4.394 mg/L	0.2183	1.1259		0.3812		09:43:20.00
	4.416mg/L	4.416 mg/L	0.2194	1.1292		0.3826		09:43:24.00
	4.452mg/L	4.452 mg/L	0.2212	1.1345		0.3871		09:43:29.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.2196	1.1298		0.3836		

SD: 0.0295 0.0295
 %RSD: 0.67

2014/03/13 09:43:34 Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample ID:	muestra 5 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	4.171mg/L	4.171 mg/L	0.2074	1.0929		0.3722		09:44:03.00
	4.121mg/L	4.121 mg/L	0.2049	1.0856		0.3713		09:44:07.00
	4.155mg/L	4.155 mg/L	0.2066	1.0906		0.3740		09:44:12.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.2063	1.0897		0.3725		
SD:	0.0254	0.0254						
%RSD:	0.61							

Sample ID:	muestra 6 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.061mg/L	2.061 mg/L	0.1037	0.7813		0.2659		09:44:44.00
	2.072mg/L	2.072 mg/L	0.1042	0.7829		0.2654		09:44:49.00
	2.090mg/L	2.090 mg/L	0.1051	0.7856		0.2679		09:44:54.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1043	0.7833		0.2664		
SD:	0.0149	0.0149						
%RSD:	0.72							

Sample ID:	muestra 7 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.817mg/L	2.817 mg/L	0.1408	0.8929		0.3034		09:45:21.00
	2.824mg/L	2.824 mg/L	0.1412	0.8940		0.3063		09:45:26.00
	2.825mg/L	2.825 mg/L	0.1412	0.8942		0.3045		09:45:31.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1411	0.8937		0.3047		
SD:	0.0046	0.0046						
%RSD:	0.16							

Sample ID:	muestra 8 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	3.266mg/L	3.266 mg/L	0.1629	0.9593		0.3256		09:46:04.00
	3.271mg/L	3.271 mg/L	0.1631	0.9600		0.3304		09:46:09.00
	3.256mg/L	3.256 mg/L	0.1624	0.9579		0.3261		09:46:13.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1628	0.9591		0.3274		
SD:	0.0074	0.0074						
%RSD:	0.23							

Sample ID:	muestra 9 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	7.594mg/L	7.594 mg/L	0.3756	1.5986		0.5442		09:46:43.00
	7.564mg/L	7.564 mg/L	0.3741	1.5941		0.5491		09:46:48.00
	7.532mg/L	7.532 mg/L	0.3726	1.5894		0.5435		09:46:52.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.3741	1.5941		0.5456		
SD:	0.0312	0.0312						
%RSD:	0.41							

2014/03/13 09:46:57 Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample ID:	muestra 10 dil 1/20							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	10.13mg/L	10.13 mg/L	0.5001	1.9728		0.6692		09:47:23.00
	10.11mg/L	10.11 mg/L	0.4991	1.9697		0.6690		09:47:28.00
	10.10mg/L	10.10 mg/L	0.4986	1.9682		0.6697		09:47:33.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.4993	1.9702		0.6693		
SD:	0.016	0.016						
%RSD:	0.16							

2014/03/13 09:47:37 Sample concentration is greater than that of the highest standard.

Sample ID: muestra 6 dil 1/20 enri

Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	3.056mg/L	3.056 mg/L	0.1526	0.9283		0.3153		09:48:09.00
	3.046mg/L	3.046 mg/L	0.1521	0.9268		0.3190		09:48:14.00
	3.043mg/L	3.043 mg/L	0.1519	0.9264		0.3160		09:48:19.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1522	0.9272		0.3168		
SD:	0.0069	0.0069						
%RSD:	0.23							

Sample ID:	mineral 1/100	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)							
NI								
232.00								
	0.592mg/L	0.592 mg/L	0.0315	0.5643		0.1913		09:48:49.00
	0.569mg/L	0.569 mg/L	0.0303	0.5609		0.1898		09:48:53.00
	0.538mg/L	0.538 mg/L	0.0288	0.5564		0.1878		09:48:58.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0302	0.5605		0.1896		
SD:	0.0271	0.0271						
%RSD:	4.78							

Sample ID:	QC 2 ppm	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)							
NI								
232.00								
	2.092mg/L	2.092 mg/L	0.1052	0.7859		0.2677		09:49:38.00
	2.111mg/L	2.111 mg/L	0.1061	0.7887		0.2670		09:49:42.00
	2.114mg/L	2.114 mg/L	0.1062	0.7891		0.2698		09:49:47.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1058	0.7879		0.2682		
SD:	0.0119	0.0119						
%RSD:	0.57							

Sample ID:	blanco HCL 1%	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
Analyte	Conc (Calib)							
NI								
232.00								
	0.012mg/L	0.012 mg/L	0.0026	0.5034		0.1712		14:40:55.00

	0.006mg/L	0.006 mg/L	0.0023	0.5025	0.1697	14:41:00.00
	0.012mg/L	0.012 mg/L	0.0026	0.5035	0.1716	14:41:05.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0025	0.5031	0.1708	
SD:	0.0038	0.0038				
%RSD:	38.44					

Sample ID:	M1 dil 1/100							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.180mg/L	2.180 mg/L	0.1098	0.8257		0.2808		14:41:41.00
	2.162mg/L	2.162 mg/L	0.1089	0.8230		0.2790		14:41:45.00
	2.165mg/L	2.165 mg/L	0.1090	0.8234		0.2796		14:41:50.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1093	0.8240		0.2798		
SD:	0.0098	0.0098						
%RSD:	0.45							

Sample ID:	M3 dil 1/40							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.083mg/L	2.083 mg/L	0.1050	0.8113		0.2762		14:42:24.00
	2.068mg/L	2.068 mg/L	0.1043	0.8090		0.2737		14:42:28.00
	2.068mg/L	2.068 mg/L	0.1043	0.8090		0.2746		14:42:33.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1045	0.8098		0.2748		
SD:	0.0086	0.0086						
%RSD:	0.42							

Sample ID:	M4 dil 1/40							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.225mg/L	2.225 mg/L	0.1120	0.8324		0.2803		14:43:10.00
	2.248mg/L	2.248 mg/L	0.1132	0.8358		0.2837		14:43:14.00
	2.245mg/L	2.245 mg/L	0.1130	0.8353		0.2828		14:43:19.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1127	0.8345		0.2822		
SD:	0.0124	0.0124						
%RSD:	0.55							

Sample ID:	M5 dil 1/40							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.084mg/L	2.084 mg/L	0.1050	0.8114		0.2754		14:43:51.00
	2.087mg/L	2.087 mg/L	0.1052	0.8118		0.2752		14:43:56.00
	2.067mg/L	2.067 mg/L	0.1042	0.8088		0.2744		14:44:01.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1048	0.8107		0.2750		
SD:	0.0111	0.0111						
%RSD:	0.53							

Sample ID:	M9 dil 1/100							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	1.684mg/L	1.684 mg/L	0.0853	0.7519		0.2563		14:44:40.00
	1.686mg/L	1.686 mg/L	0.0854	0.7523		0.2547		14:44:45.00
	1.697mg/L	1.697 mg/L	0.0859	0.7539		0.2556		14:44:50.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.0855	0.7527		0.2555		
SD:	0.0070	0.0070						
%RSD:	0.42							

Sample ID:	M10 dil 1/100							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.400mg/L	2.400 mg/L	0.1207	0.8584		0.2908		14:45:30.00
	2.409mg/L	2.409 mg/L	0.1211	0.8597		0.2936		14:45:35.00
	2.395mg/L	2.395 mg/L	0.1204	0.8576		0.2899		14:45:40.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1207	0.8586		0.2914		
SD:	0.0069	0.0069						
%RSD:	0.29							

Sample ID:	M10 dil 1/100 enri 1ppm							
Analyte	Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr.	Pk	BG	Pk Ht	BG	Time

	Absorbance	Area	Area	Ht		
NI						
232.00						
	3.375mg/L	3.375 mg/L	0.1689	1.0032	0.3419	14:46:14.00
	3.372mg/L	3.372 mg/L	0.1687	1.0028	0.3398	14:46:19.00
	3.369mg/L	3.369 mg/L	0.1686	1.0023	0.3410	14:46:24.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1687	1.0028	0.3409	
SD:	0.0028	0.0028				
%RSD:	0.08					

Sample ID:	QC 2ppm Conc (Calib)	Conc (Sample)	Corr. Absorbance	Pk Area	BG Area	Pk Ht	BG Ht	Time
NI								
232.00								
	2.036mg/L	2.036 mg/L	0.1027	0.8042		0.2739		14:46:59.00
	2.044mg/L	2.044 mg/L	0.1031	0.8055		0.2745		14:47:04.00
	2.014mg/L	2.014 mg/L	0.1016	0.8009		0.2731		14:47:09.00
Mean:	mg/L	mg/L	0.1024	0.8035		0.2739		
SD:	0.0160	0.0160						
%RSD:	0.79							

C. Sistema electroquímico de electrolisis del mineral

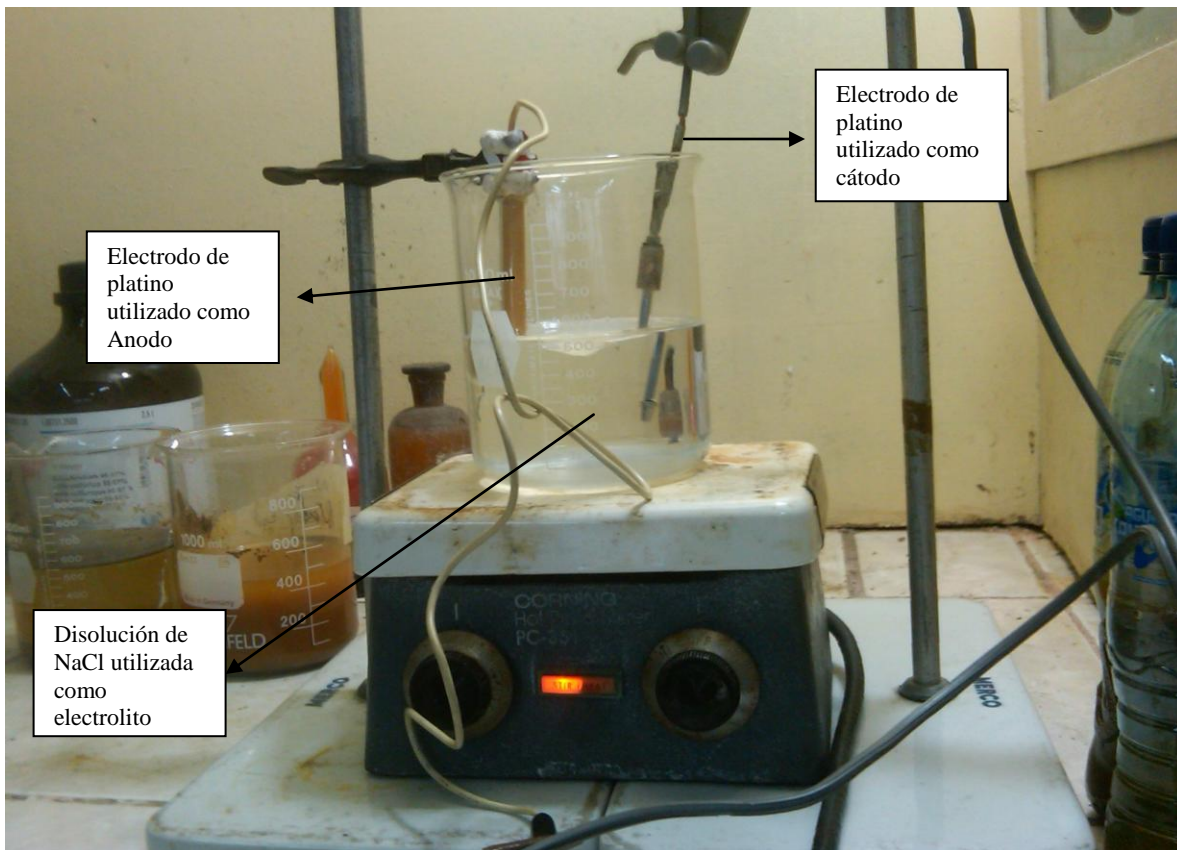


Figura 1. Sistema electroquímico para recuperación de cloruro de níquel

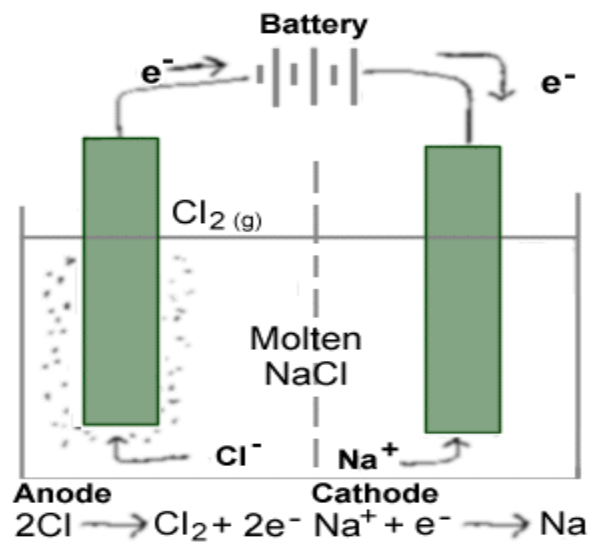




Figura 2. Sistema electroquímico visto desde arriba.



Figura 3. Proceso de uno de los experimentos de electrolixiviación

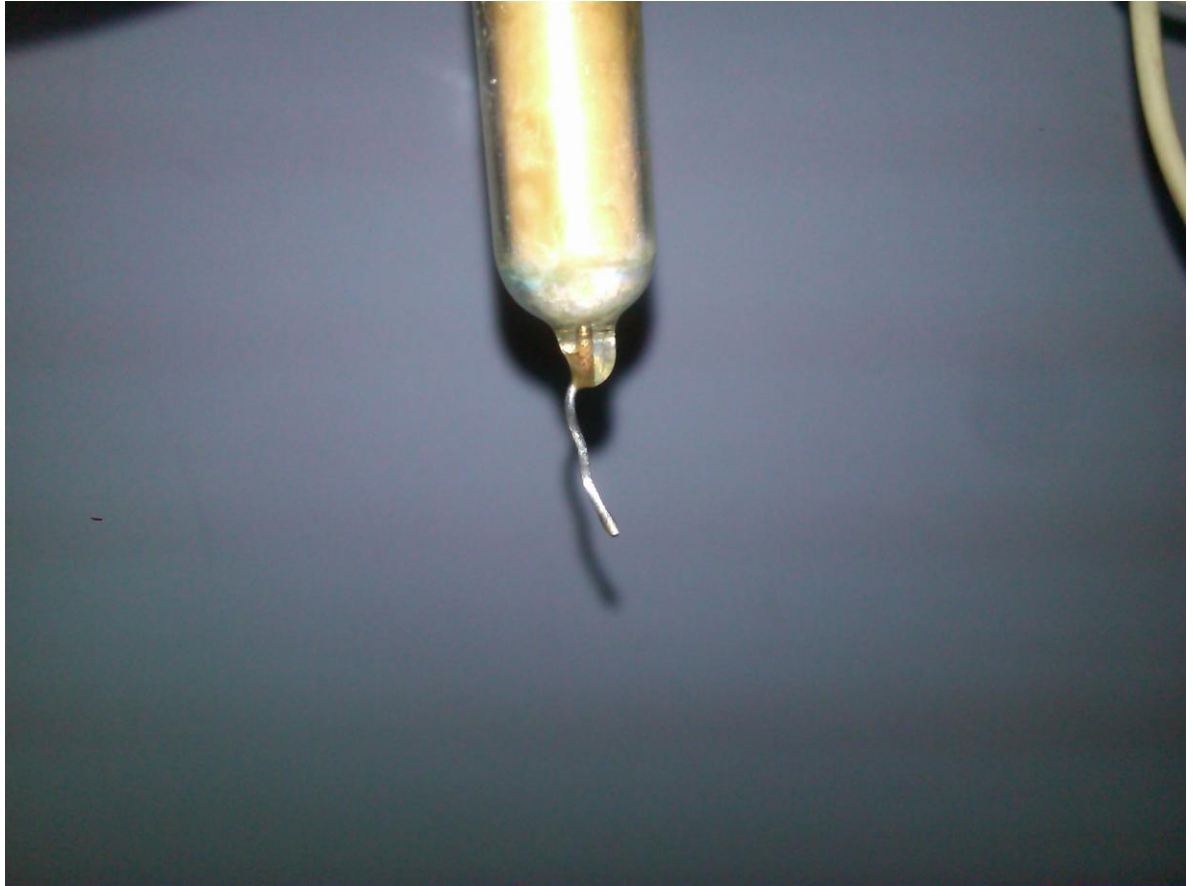


Figura 4. Electrodo de platino utilizado como ánodo después del proceso de electrolixiviación



Figura 5. Electrodo de platino utilizado como cátodo después del proceso de
electrolisis



Figura 6. Formación de gases en el proceso de electrolisis

D. Separación de los metales mediante la adición de una disolución de amoníaco



Figura 7. Reacción de las muestras obtenidas con la disolución de amoníaco.



Figura 8. Después de 30 minutos de reposo



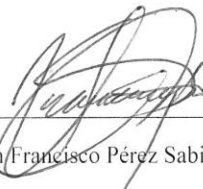
William Ricardo Quiroa Hernandez

Autor



Lic. Eduardo Robles Aguirre

Asesor



PhD. Juan Francisco Pérez Sabino

Director de Escuela de Química



PhD. Oscar Manuel Cobar Pinto

Decano Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia