

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y  
AGROINDUSTRIA**

**“EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE VALORIZACIÓN DE RESIDUOS  
SÓLIDOS DE LA COMBUSTIÓN DE FUEL OIL”**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA  
QUÍMICA**

**PAULINA MARGARITA IBUJÉS FLORES**  
pauli\_ibujes@hotmail.com

**DIRECTOR: ING. ERNESTO HALE DE LA TORRE CHAUVIN**  
ernesto.delatorre@epn.edu.ec

**Quito, Diciembre 2010**

© Escuela Politécnica Nacional (2010)  
Reservados todos los derechos de reproducción

## DECLARACIÓN

Yo, Paulina Margarita Ibujés Flores, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

---

Paulina Margarita Ibujés Flores

## CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Paulina Margarita Ibujés Flores, bajo mi supervisión.

---

Ing. Ernesto de la Torre MSc.  
**DIRECTOR DE PROYECTO**

## **AUSPICIO**

La presente investigación contó con el auspicio financiero de la empresa Ecología Energía Ecoenergy S.A y el Proyecto Semilla PIS09-04 de la Escuela Politécnica Nacional, que se ejecuta en el Departamento de Metalurgia Extractiva.

## AGRADECIMIENTOS

En primer lugar quiero agradecer a Dios Todopoderoso y a la Virgen Santísima por haberme bendecido con una familia tan generosa, admirables maestros y buenos amigos en quienes siempre he podido confiar aun en las situaciones mas adversas.

A mi madre, Angela Flores por ser mi ejemplo, mi amiga, mi apoyo y mi auxilio. A ella quien sin dudarle y sin pedirle ha dedicado su tiempo, sus fuerzas y su vida al soporte de cada uno de mis proyectos.

A mi hijita, Karlita Iles por ser la luz y la razón de mi vida. A ella quien con su sola sonrisa cambia de color mi vida.

A Verónica, Ricardo, Valeria y Karencita por apoyarme y ayudarme en cada uno de los momentos mas alegres y tristes de mi vida.

A mis abuelitos, Leonidas y Targelia. A mis tíos, Rocío, Rita, Efraín, Rodolfo, María, Patricia, Lucho, Mery y primos por tenderme su mano en todo momento.

Al Ing. Ernesto de la Torre por ser un excelente profesor, un buen amigo y un gran guía.

A la Ing. Alicia Guevara por su inmensa ayuda, gran cariño y excelente trabajo.

A Ing. Pablo Cárdenas y empresa Ecología y Energía Ecoenergy S.A. por el soporte financiero para esta investigación.

Al Departamento de Metalurgia Extractiva, Ing. Lozada, Sra. Verito, Eve, Doña Maguita, Don Kleverito por su entrañable amistad, gran colaboración, quienes respaldaron con su noble trabajo cada etapa de este proyecto.

A mis amigas del alma María Fernanda Iza, Cristina Llumiquinga, Eliana Manangón, Dora Morales, Maria Fernanda Cando, Angelita Quishpe, Evelyn Mina, María José Cabrera, Paulina Loya por haberme hecho parte de sus vidas, sus alegrías y tristezas, por haber estado en todo momento especialmente cuando mas lo necesitaba, por haberme tendido su mano y tenerme mucha paciencia. Porque sin ustedes nada sería lo mismo.

A Michelle Flores y Oswaldo Recalde por ser unos magníficos amigos y estar siempre junto a mi.

A mis amiguitos del DEMEX: Sebastián Espinoza, Diana Celi, Santiago, Yépez, Ricardo Montero y José Luis Montenegro por su oportuna ayuda y cálida amistad.

A mis amiguitos Qualco Andrea Araúz, Silvana Quinteros, Karina Cadena y Luis Satán por haber compartido magníficos momentos junto a mi.

A Carlos Iles no solo por haber sido mi mejor amigo sino por enseñarme a vivir de manera diferente.

A todos quienes de una u otra manera me brindaron su cariño y parte de su tiempo para ayudarme a culminar este gran sueño.

Muchas Gracias.

## DEDICATORIA

A mi madre, a quien sin pedirle y sin dudarlo dedicó su tiempo, su cariño y su vida para auxiliar la mía.

A mi hija, por ser mi orgullo, mi fuerza y mi alegría.



## ÍNDICE DE CONTENIDOS

	<b>PÁGINA</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>xxiii</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>xxv</b>
<b>1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>1</b>
1.1 Residuos generados por la combustión de fuel oil en calderos acuatubulares	2
1.1.1 Formación de las cenizas volantes y escoria de incombustos a partir de la quema del fuel oil	6
1.2 Implicaciones ambientales de los residuos generados por la combustión del fuel oil	13
1.2.1 Legislación vigente para residuos peligrosos	14
1.2.1.1 Conforme el texto unificado de la legislación secundaria del Ministerio del Ambiente	14
1.2.1.2 Conforme a la Agencia para la protección ambiental de los Estados Unidos (EPA)	19
1.3 Métodos de valorización de residuos de combustible	20
1.3.1 Valorización de residuos de combustible generados por las plantas termoeléctricas	22
1.3.1.1 Tratamientos pirometalúrgicos	23
1.3.1.2 Tratamientos hidrometalúrgicos	27
1.3.1.3 Técnicas de confinamiento de seguridad	41
1.3.1.4 Investigaciones realizadas en orden de valorizar los residuos de la combustión del fuel oil residual	44
1.3.2 Importancia económica de la recuperación de níquel y vanadio	49
1.3.2.1 Importancia económica de la recuperación de vanadio	50
1.3.2.2 Importancia económica de la recuperación de níquel	52
<b>2 METODOLOGÍA</b>	<b>56</b>
2.1 Caracterización fisicoquímica y mineralógica de las cenizas volantes y la escoria de incombustos	59
2.1.1 Caracterización física de las cenizas volantes y escoria de incombustos	60
2.1.1.1 Análisis granulométrico de las cenizas volantes y escoria de incombustos	60
2.1.1.2 Determinación de la densidad aparente de las cenizas volantes y escoria de incombustos	61
2.1.1.3 Determinación de la densidad real de las cenizas volantes y escoria de incombustos	61
2.1.2 Caracterización química de las cenizas volantes y escoria de incombustos	62
2.1.2.1 Determinación del pH de las cenizas volantes y escoria de incombustos	62

2.1.2.2	Determinación de la concentración de metales de las cenizas volantes y escoria de incombustos	63
2.1.2.3	Caracterización toxicológica de las cenizas volantes y escoria de incombustos	63
2.1.2.4	Contenido de humedad de las cenizas volantes y escoria de incombustos	63
2.1.2.5	Contenido de volátiles de las cenizas volantes y escoria de incombustos	64
2.1.2.6	Contenido de cenizas de las cenizas volantes y escoria de incombustos	64
2.1.2.7	Contenido de carbón fijo de las cenizas volantes y escoria de incombustos	64
2.1.2.8	Escaneo del contenido de la muestra de escoria de incombustos	64
2.1.3	Propiedades mineralógicas de las cenizas volantes y escoria de incombustos	65
2.2	Ensayos de lixiviación ácida de las cenizas volantes originales y calcinadas	65
2.2.1	Ensayos de lixiviación estándar para las cenizas volantes	66
2.2.2	Lixiviaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes originales	67
2.2.3	Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes originales	68
2.2.4	Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes calcinadas	69
2.2.4.1	Calcinación de las cenizas volantes	69
2.2.4.2	Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes calcinadas	70
2.2.5	Determinación de porcentaje de sólidos, tiempo de calcinación y tiempo de lixiviación de los ensayos realizados a las cenizas volantes	71
2.2.5.1	Determinación del porcentaje de sólidos en la lixiviación con ácido sulfúrico	72
2.2.5.2	Determinación del tiempo de calcinación de las cenizas volantes usadas en la lixiviación con ácido sulfúrico	72
2.2.5.3	Determinación del tiempo de lixiviación de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 1,5 horas	73
2.3	Ensayos de lixiviación ácida, básica y salina de la escoria de incombustos.	75
2.3.1	Ensayos de lixiviación estándar para la escoria de incombustos	77
2.3.2	Lixiviación ácida de la escoria de incombustos	78
2.3.2.1	Lixiviaciones ácidas preliminares de la escoria de incombustos	78
2.3.2.2	Lixiviación de la escoria de incombustos con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas	79
2.3.2.3	Lixiviación de la escoria de incombustos con soluciones de ácido sulfúrico y agua oxigenada	80
2.3.2.4	Lixiviación de la escoria de incombustos con ácido sulfúrico y bromo	81
2.3.2.5	Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinada	82
2.3.2.6	Lixiviación de la escoria de incombustos con agua regia a diferentes temperaturas	83
2.3.3	Lixiviación básica de la escoria de incombustos	84
2.3.4	Tostación y lixiviación en agua de la escoria de incombustos	85
2.3.5	Lixiviación salina de la escoria de incombustos	86
2.3.6	Ensayos combinados de lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos y determinación del tiempo de lixiviación de cada ensayo	87

2.3.6.1	Ensayos combinados de lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos	87
2.3.6.2	Determinación de los tiempos de lixiviación de la escoria de incombustos tratada con ácido sulfúrico y carbonato de sodio	88
2.4	Recuperación de los minerales de interés de las soluciones de lixiviación por cristalización y estabilización del sólido residual del proceso	89
2.4.1	Estabilización de las tortas remanentes de las lixivitaciones de las cenizas volantes y escoria de incombustos	89
2.4.2	Caracterización del producto obtenido de las cenizas volantes y escoria de incombustos	91
<b>3</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSION</b>	<b>92</b>
3.1	Caracterización físico química y mineralógica de las cenizas volantes y escoria de incombustos	92
3.1.1	Caracterización físico química y mineralógica de las cenizas volantes	93
3.1.1.1	Propiedades físicas de las cenizas volantes	93
3.1.1.2	Propiedades químicas de las cenizas volantes	94
3.1.1.3	Propiedades mineralógicas de las cenizas volantes calcinadas	97
3.1.2	Caracterización físico química y mineralógica de la escoria de incombustos	98
3.1.2.1	Propiedades físicas de la escoria de incombustos	98
3.1.2.2	Propiedades químicas y mineralógicas de la escoria de incombustos	99
3.2	Ensayos de lixiviación ácida de las cenizas volantes originales y calcinadas	107
3.2.1	Lixivitaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes originales	107
3.2.2	Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes originales y calcinadas	111
3.2.2.1	Calcinación de las cenizas volantes	111
3.2.2.2	Lixiviación con ácido sulfúrico de cenizas volantes originales y calcinadas	113
3.2.3	Determinación del porcentaje de sólidos, tiempo de calcinación y lixiviación	117
3.2.3.1	Determinación del porcentaje de sólidos en las lixivitaciones de cenizas volantes calcinadas a 350 °C	117
3.2.3.2	Determinación del tiempo de calcinación de las cenizas volantes	121
3.2.3.3	Determinación del tiempo de lixiviación de las cenizas volantes	122
3.3	Ensayos de lixiviación ácida, básica y salina de la escorias de incombustos	123
3.3.1	Lixiviación ácida de la escoria de incombustos	123
3.3.1.1	Resultado de las pruebas ácidas preliminares de la escoria de incombustos	123
3.3.1.2	Lixiviación con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas sobre la escoria de incombustos	126
3.3.1.3	Lixiviación con soluciones de ácido sulfúrico y agua oxigenada de la escoria de incombustos	129
3.3.1.4	Lixiviación con ácido sulfúrico y bromo de la escoria de incombustos	132
3.3.1.5	Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinada	135

3.3.1.6 Lixiviación con agua regia a diferentes temperaturas de la escoria de incombustos	139
3.3.2 Lixiviación básica de la escoria de incombustos	142
3.3.3 Tostación y lixiviación en agua de la escoria de incombustos	143
3.3.4 Lixiviación salina de la escoria de incombustos	146
3.3.5 ensayos combinados de la escoria de incombustos	150
3.3.5.1 Determinación del tiempo de lixiviación de la escoria de incombustos tratada con ácido sulfúrico y carbonato de sodio	152
3.4 Recuperación de los minerales de interés por cristalización de las soluciones	155
3.4.1 Composición mineralógica de la solución cristalizada procedente de la lixiviación de las cenizas volantes	155
3.4.2 Composición mineralógica de las soluciones cristalizadas procedentes de la lixiviación de escoria de incombustos	157
3.4.2.1 Composición mineralógica de la solución cristalizada de $H_2SO_4$ obtenida de la lixiviación de la escoria de incombustos	157
3.4.2.2 Composición mineralógica de la solución cristalizada de $Na_2CO_3$ obtenida de la lixiviación de la escoria de incombustos	158
3.5 Estabilización del sólido residual del proceso	159
3.5.1 Estabilización de la torta producto de la lixiviación de las cenizas volantes	160
3.5.1.1 Composición mineralógica del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes	160
3.5.1.2 Estabilización del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes	160
3.5.2 Estabilización de la torta remanente de los tratamientos aplicados a la escoria de incombustos	164
3.5.2.1 Composición mineralógica del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos	164
3.5.2.2 Estabilización del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos	166
3.6 Diseño conceptual y análisis económico preliminar del establecimiento de una planta de tratamiento de cenizas volantes y escoria de incombustos para recuperación de vanadio y níquel	170
3.6.1 Diseño conceptual para el procesamiento de las cenizas volantes y escoria de incombustos	170
3.6.1.1 Dimensionamiento de la planta y especificaciones de la infraestructura para el procesamiento de las cenizas volantes	171
3.6.1.2 Condiciones de operación para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes	172
3.6.1.3 Diseño conceptual para el procesamiento de la escoria de incombustos	174
3.6.1.4 Condiciones de operación para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de la escoria de incombustos	175
3.6.1.5 Equipamiento y reactivos para el procesamiento de las cenizas volantes y escoria	177
3.6.2 Análisis económico preliminar	178
3.6.2.1 Análisis de resultados del análisis económico preliminar	180

<b>4</b>	<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>181</b>
4.1	CONCLUSIONES	181
4.2	RECOMENDACIONES	184
	<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>185</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>190</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

		PÁGINA
<b>Tabla 1.1.</b>	Contenido de vanadio, níquel y sodio en muestras de fuel oil residual	6
<b>Tabla 1.2.</b>	Puntos de fusión de algunos constituyentes del material incombusto	9
<b>Tabla 1.3.</b>	Temperatura de fusión de acuerdo a la relación de pesos moleculares $V_2O_5/Na_2O$	10
<b>Tabla 1.4.</b>	Temperatura de los gases de salida conforme al exceso de aire	11
<b>Tabla 1.5.</b>	Concentración máxima permisible de contaminación	20
<b>Tabla 1.6.</b>	Concentración de minerales en la mena	49
<b>Tabla 1.7.</b>	Comercialización del vanadio	50
<b>Tabla 1.8.</b>	Consumo estimado de vanadio durante el 2005	50
<b>Tabla 2.1.</b>	Serie de tamices usados para el análisis granulométrico de las cenizas volantes	60
<b>Tabla 2.2.</b>	Serie de tamices usados para el análisis granulométrico de la escoria de incombustos	61
<b>Tabla 2.3.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con $H_2SO_4$ , $HNO_3$ y $HCl$ sobre las cenizas volantes originales	68
<b>Tabla 2.4.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación con soluciones de $H_2SO_4$ realizados sobre las cenizas volantes originales	69
<b>Tabla 2.5.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación con soluciones de $H_2SO_4$ realizados sobre las cenizas volantes calcinadas	71
<b>Tabla 2.6.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con diferentes porcentajes de sólidos sobre las cenizas volantes calcinadas a $350\text{ }^\circ\text{C}$	72
<b>Tabla 2.7.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes calcinadas a $350\text{ }^\circ\text{C}$ a diferentes tiempos	73
<b>Tabla 2.8.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados a diferentes tiempos con $200\text{ g/L}$ ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes calcinadas a $350\text{ }^\circ\text{C}$	74

<b>Tabla 2.9.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , HNO <sub>3</sub> , HCl y HCl- HNO <sub>3</sub> 3:1 sobre la escoria de incombustos original	78
<b>Tabla 2.10.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados a diferentes temperaturas sobre la escoria de incombustos original	79
<b>Tabla 2.11.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> y H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> sobre la escoria de incombustos original y calcinada	80
<b>Tabla 2.12.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> y Br sobre la escoria de incombustos original	81
<b>Tabla 2.13.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sobre la escoria de incombustos calcinada	83
<b>Tabla 2.14.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con agua regia sobre la escoria de incombustos original	84
<b>Tabla 2.15.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con NH <sub>3</sub> y NaOH sobre la escoria de incombustos original	85
<b>Tabla 2.16.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> O sobre la escoria de incombustos tostada con NaCl o Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ,	86
<b>Tabla 2.17.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con NH <sub>4</sub> Cl, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> y NaCl sobre la escoria de incombustos original	87
<b>Tabla 2.18.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 200 g/L sobre la escoria de incombustos original	88
<b>Tabla 2.19.</b>	Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 200 g/L sobre torta remanente de lixiviación con Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 2 M	89
<b>Tabla 2.20.</b>	Proporción de los materiales en las tortas de cenizas volantes	90
<b>Tabla 2.21.</b>	Proporción de los materiales en las tortas de escoria de incombustos	90
<b>Tabla 3.1.</b>	Propiedades físicas de las cenizas volantes	93
<b>Tabla 3.2.</b>	Análisis químico de las cenizas volantes	94
<b>Tabla 3.3.</b>	Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas en las cenizas volantes	95
<b>Tabla 3.4.</b>	Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de las cenizas volantes	96

<b>Tabla 3.5.</b>	Contenido mineralógico de las cenizas volantes calcinadas a 550, 650, 750, 850 y 950 °C	97
<b>Tabla 3.6.</b>	Propiedades físicas de la escoria de incombustos	98
<b>Tabla 3.7.</b>	Análisis químico de la escoria de incombustos	99
<b>Tabla 3.8.</b>	Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas de la escoria de incombustos	100
<b>Tabla 3.9.</b>	Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de la escoria de incombustos	101
<b>Tabla 3.10.</b>	Contenido mineralógico de la escoria de incombustos calcinada a 550 y 650 °C	102
<b>Tabla 3.11.</b>	Análisis químico de una sección de escoria de incombustos	105
<b>Tabla 3.12.</b>	Análisis químico de dos puntos de una sección de escoria de incombustos	106
<b>Tabla 3.13.</b>	Lixiviaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes originales para recuperar vanadio	108
<b>Tabla 3.14.</b>	Lixiviaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes para recuperar níquel	110
<b>Tabla 3.15.</b>	Concentración de los minerales en la escoria de incombustos debido a la calcinación	112
<b>Tabla 3.16.</b>	Lixiviaciones ácidas preliminares de la escoria de incombusto para recuperar níquel	125
<b>Tabla 3.17.</b>	Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a 70 °C a través del tiempo	153
<b>Tabla 3.18.</b>	Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 2 M a 75 °C hasta las 24 horas	154
<b>Tabla 3.19.</b>	Composición mineralógica de la solución fuerte cristalizada proveniente de la lixiviación con 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> de las cenizas volantes	156
<b>Tabla 3.20.</b>	Composición mineralógica de la solución cristalizada 200 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a 70 °C	157
<b>Tabla 3.21.</b>	Composición mineralógica de la solución cristalizada 2 M de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	158



<b>Tabla 3.22.</b> Composición mineralógica de la torta remanente de la lixiviación con 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C	160
<b>Tabla 3.23.</b> Composición de las mezclas conformada por cal, cemento y torta de cenizas volantes producto de la lixiviación con 200 g/L de ácido sulfúrico, 25 °C	161
<b>Tabla 3.24.</b> Resultados del test EPA (TCLP 1311) de las tortas estabilizadas procedentes de las cenizas volantes.	162
<b>Tabla 3.25.</b> Composición mineralógica de la torta remanente de la lixiviación con 200 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a 70 °C	165
<b>Tabla 3.26.</b> Composición mineralógica de la torta residual de la lixiviación con 2 M de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> de la escoria de incombustos	165
<b>Tabla 3.27.</b> Composición de las mezclas conformada por cal, cemento y torta de escoria de incombustos producto de la lixiviación con 200 g/L de ácido sulfúrico, 25 °C, 25% sólidos y 2 M Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> a 75 °C	166
<b>Tabla 3.28.</b> Resultados del test EPA (TCLP 1311) de las tortas estabilizadas procedentes de la escoria de incombustos	167
<b>Tabla 3.29.</b> Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes	171
<b>Tabla 3.30.</b> Condiciones de operación para el tamizado de las cenizas volantes	172
<b>Tabla 3.31.</b> Condiciones de operación para la calcinación de las cenizas volantes	172
<b>Tabla 3.32.</b> Condiciones de operación para la lixiviación de las cenizas volantes	172
<b>Tabla 3.33.</b> Condiciones de operación para el secado de la torta húmeda	172
<b>Tabla 3.34.</b> Condiciones de operación para el fraguado de la mezcla	172
<b>Tabla 3.35.</b> Condiciones de operación para la evaporación de las soluciones fuertes y débiles	173
<b>Tabla 3.36.</b> Balance de masa para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes durante un día de trabajo	173
<b>Tabla 3.37.</b> Recuperación global de vanadio, níquel y hierro mediante el procesamiento de las cenizas volantes	173
<b>Tabla 3.39.</b> Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de la escoria de incombustos	174
<b>Tabla 3.40.</b> Características de la escoria después de la molienda y tamizado	175

<b>Tabla 3.41.</b> Condiciones de operación para la lixiviación con $H_2SO_4$ de la escoria de incombustos	175
<b>Tabla 3.42.</b> Condiciones de operación para la lixiviación de la escoria de incombustos	175
<b>Tabla 3.43.</b> Condiciones de operación para el secado de la torta húmeda 1 y 2	175
<b>Tabla 3.44.</b> Condiciones de operación para el fraguado de la mezcla	176
<b>Tabla 3.45.</b> Condiciones de operación para la evaporación de las soluciones fuertes y débiles correspondientes a las lixiviaciones 1 y 2	176
<b>Tabla 3.46.</b> Balance de masa diario para la recuperación de níquel y vanadio de la escoria de incombustos	176
<b>Tabla 3.47.</b> Recuperación global de vanadio, níquel y hierro mediante el procesamiento de la escoria de incombustos	177
<b>Tabla 3.48.</b> Especificaciones y costo de los equipos a utilizar en una planta de tratamiento de cenizas volantes y escoria de incombustos	177
<b>Tabla 3.49.</b> Consumo y costo de los reactivos a utilizar en una planta de procesamiento de cenizas volantes y escoria de incombustos	178
<b>Tabla 3.50.</b> Ingresos mensuales por venta de los productos	178
<b>Tabla 3.51.</b> Inversión estimada para la planta	179
<b>Tabla 3.52.</b> Costos de operación por mes de la planta	179
<b>Tabla 3.53.</b> Indicadores económicos obtenidos	179

## ÍNDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
<b>Figura 1.1.</b>	Quemador de caldera industrial con ventilador forzado para combustible líquido	4
<b>Figura 1.2.</b>	Fenómenos ocurridos por calentamiento en materiales con C, H y S	23
<b>Figura 1.3.</b>	Difusión a través de una película estacionaria que rodea a la partícula	31
<b>Figura 1.4.</b>	Diagrama de Pourbaix del vanadio	36
<b>Figura 1.5.</b>	Diagrama de Pourbaix del níquel	39
<b>Figura 1.6.</b>	Diagrama de Pourbaix del hierro	40
<b>Figura 1.7.</b>	Principales depósitos de vanadio	52
<b>Figura 1.8.</b>	Principales usos del níquel	54
<b>Figura 1.9.</b>	Volumen de producción de níquel de los principales países en el período 2005-2007	55
<b>Figura 2.1.</b>	Esquema de los métodos de valorización aplicados a la escoria de incombustos y cenizas volantes para recuperar vanadio y níquel	58
<b>Figura 2.2.</b>	Diagrama de los métodos de valorización empleados para recuperar de vanadio y níquel a partir de las cenizas volantes producidas por la combustión del fuel oil	66
<b>Figura 2.3.</b>	Diagrama de los métodos de valorización aplicados para recuperar vanadio y níquel a partir de la escoria de incombustos producidas por la combustión del fuel oil	76
<b>Figura 3.1.</b>	Cenizas volantes producidas por la combustión del fuel oil residual	92
<b>Figura 3.2.</b>	Escoria de incombustos producida por la combustión del fuel oil residual. Incrustadas en el interior del caldero	92
<b>Figura 3.3.</b>	Sección de escoria de incombustos (aumento=200x)	103
<b>Figura 3.4.</b>	Distribución de los elementos por colores en la escoria de incombustos (vanadio, níquel, oxígeno, silicio, carbón, hierro, calcio y sodio) (aumento=200x)	104
<b>Figura 3.5.</b>	Sección de escoria de incombustos (aumento=1500x)	105

<b>Figura 3.6.</b>	Distribución de los elementos en una sección de escoria de incombustos (Vanadio, níquel, silicio, carbón, hierro y oxígeno) (aumento=1500x)	106
<b>Figura 3.7.</b>	Recuperación total de vanadio en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO <sub>3</sub> y H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	107
<b>Figura 3.8.</b>	Recuperación total de níquel en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO <sub>3</sub> y H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	109
<b>Figura 3.9.</b>	Pérdida de peso y concentración de vanadio, níquel y hierro en las cenizas volantes calcinadas de 250 a 950 °C	111
<b>Figura 3.10.</b>	Recuperación total de vanadio en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes originales y calcinadas	113
<b>Figura 3.11.</b>	Recuperación total de níquel en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes calcinadas	114
<b>Figura 3.12.</b>	Recuperación total de hierro en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes calcinadas	115
<b>Figura 3.13.</b>	Cantidad de vanadio existente en las cenizas volantes calcinadas a diferentes temperaturas	116
<b>Figura 3.14.</b>	Recuperación de vanadio a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C	118
<b>Figura 3.15.</b>	Recuperación de níquel a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C	119
<b>Figura 3.16.</b>	Recuperación de hierro a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C	120
<b>Figura 3.17.</b>	Recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes calcinadas a diferentes tiempos y lixiviadas con 120 y 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	121
<b>Figura 3.18.</b>	Recuperación total en solución de vanadio, níquel y hierro a partir de cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 1,5 horas y lixiviadas con 200 g/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 25% de sólidos dese 0,5 hasta 24 horas	122
<b>Figura 3.19.</b>	Recuperación total de vanadio en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> y HCl-HNO <sub>3</sub> (3:1)	123

<b>Figura 3.20.</b>	Recuperación total de níquel en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO <sub>3</sub> , H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> y HCl-HNO <sub>3</sub> (3:1)	124
<b>Figura 3.21.</b>	Recuperación total en solución de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas	126
<b>Figura 3.22.</b>	Recuperación total en solución de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas	127
<b>Figura 3.23.</b>	Recuperación total en solución de hierro a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas	128
<b>Figura 3.24.</b>	Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y agua oxigenada	129
<b>Figura 3.25.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y agua oxigenada	130
<b>Figura 3.26.</b>	Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y adiciones de agua oxigenada	131
<b>Figura 3.27.</b>	Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y bromo	132
<b>Figura 3.28.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico 200 y 1000 g/L y bromo	133
<b>Figura 3.29.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico 200 y 1000 g/L y bromo	134
<b>Figura 3.30.</b>	Pérdida de peso debido a la calcinación de la escoria de incombustos	135
<b>Figura 3.31.</b>	Recuperación de vanadio a partir de escoria de incombustos calcinada a diferentes temperaturas y lixiviada con soluciones de ácido sulfúrico	136
<b>Figura 3.32.</b>	Recuperación de níquel a partir de escoria de incombustos calcinada a diferentes temperaturas y lixiviada con soluciones de ácido sulfúrico	137
<b>Figura 3.33.</b>	Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con soluciones de ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinadas a diferentes temperaturas	138
<b>Figura 3.34.</b>	Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con soluciones de agua regia a diferentes temperaturas	139
<b>Figura 3.35.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con soluciones con agua regia a diferentes temperaturas	140

<b>Figura 3.36.</b>	Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con soluciones con agua regia a diferentes temperaturas de la escoria de incombustos	141
<b>Figura 3.37.</b>	Recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de lixiviaciones con $\text{NH}_3$ y $\text{NaOH}$	142
<b>Figura 3.38.</b>	Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas y diversos agentes	144
<b>Figura 3.39.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas y diversos agentes	145
<b>Figura 3.40.</b>	Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas con diversos agentes	146
<b>Figura 3.41.</b>	Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{NaCl}$ y $\text{NH}_4\text{Cl}$	147
<b>Figura 3.42.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{NaCl}$ y $\text{NH}_4\text{Cl}$	148
<b>Figura 3.43.</b>	Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{NaCl}$ y $\text{NH}_4\text{Cl}$	149
<b>Figura 3.44.</b>	Lixiviación de la torta residual de la lixiviación con $\text{H}_2\text{SO}_4$ con $\text{Na}_2\text{CO}_3$	150
<b>Figura 3.45.</b>	Balance global de los procesos aplicados a la escoria de incombustos	151
<b>Figura 3.46.</b>	Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con 200 g/L de $\text{H}_2\text{SO}_4$ a 75 °C desde 0,5 hasta 24 horas	152
<b>Figura 3.47.</b>	Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 2M a 75 °C desde 0,5 hasta 24 horas	153
<b>Figura 3.48.</b>	Contenido del extracto de lixiviado de los materiales conformados por las cenizas volantes	163
<b>Figura 3.49.</b>	Contenido del extracto de lixiviado de los materiales conformados por la escoria de incombustos	168
<b>Figura 3.50.</b>	Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes	171
<b>Figura 3.51.</b>	Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de la escoria de incombustos	174
<b>Figura 3.53.</b>	Inversión estimada para la planta	179

## ÍNDICE DE ANEXOS

	<b>PÁGINA</b>
<b>ANEXO I</b>	
Fotografías del tratamiento de las cenizas volantes y escoria de incombustos	191
<b>ANEXO II</b>	
Parámetros de caracterización de las cenizas volantes y escoria de incombustos	195
<b>ANEXO III</b>	
Tablas correspondientes a la legislación vigente para residuos peligrosos	200
<b>ANEXO IV</b>	
Fichas técnicas de la caracterización de las cenizas volantes y escoria de incombustos	208
<b>ANEXO V</b>	
Fichas técnicas de la calcinación de las cenizas volantes y escoria de incombustos	221
<b>ANEXO VI</b>	
Fichas técnicas de los ensayos de lixiviación realizados a las cenizas volantes	227
<b>ANEXO VII</b>	
Fichas técnicas de los análisis de las condiciones de lixiviación realizados a las cenizas volantes	234
<b>ANEXO VIII</b>	
Fichas técnicas de los ensayos de lixiviación realizados a la escoria de incombustos	240
<b>ANEXO IX</b>	
Fichas técnicas de determinación de las condiciones de lixiviación realizados a la escoria de incombustos	267

## RESUMEN

El objetivo del presente trabajo fue evaluar diferentes métodos empleados para la valorización de residuos generados por la combustión del fuel oil. Los residuos provenientes de la combustión de fuel oil se encuentran de dos maneras: incrustados sobre los tubos del caldero como material incombusto y depositados sobre las bandejas precedentes a la chimenea como cenizas volantes (hollín).

Para la caracterización física química y mineralógica de las cenizas volantes y escoria de incombustos se usó espectrofotometría de absorción atómica (AA), difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido (MEB-EDX). Consecutivamente se realizaron lixiviaciones a varias temperaturas con los materiales originales, calcinados y tostados con diferentes agentes: ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), nítrico ( $\text{HNO}_3$ ), clorhídrico ( $\text{HCl}$ ), agua regia ( $\text{HNO}_3\text{-HCl}$  1:3), hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), amoníaco ( $\text{NH}_3$ ), bromo ( $\text{Br}$ ), peróxido de hidrógeno ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), cloruro de sodio ( $\text{NaCl}$ ), carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) y agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ).

Las soluciones obtenidas de las lixiviaciones fueron cristalizadas para ser analizadas por difracción de rayos X, mientras que las tortas remanentes fueron estabilizadas con cemento y cal a fin de cumplir con los límites máximos permitidos en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002 y de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24. (EPA, 2003)

Las cenizas volantes con un contenido de 5,42% de hierro, 5,31% de vanadio y 1,61% de níquel, constituidas por material amorfo y óxidos complejos de vanadio, sodio, níquel y calcio ( $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ) fueron calcinadas a 350 °C por 1,5 hora y lixiviadas con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 25 °C, 25% de sólidos durante 8 horas de agitación (750 rpm) para recuperar 91% de vanadio, 73% de níquel y 55% de hierro como sulfato de hierro ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ), óxido de vanadio ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) y sulfato hidratado de níquel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ). Mientras que la torta constituida por 90% de carbón y 10% de rhomboclasa ( $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) fue estabilizada con 38% de la misma, 31% de cemento y 31% de cal.



La escoria con un contenido de 28,72% de vanadio, 8,16% de níquel, 1,62% de hierro compuesta por  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  y 5% de  $\text{SiO}_2$  fue lixiviada con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 70 °C, 25% de sólidos, durante 4 horas de agitación (750 rpm) y con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M, 75 °C, 25% de sólidos y 8 horas para recuperar 75% de vanadio, 21% de níquel y 34% de hierro como oxisulfato de vanadio ( $\text{V}_2\text{O}_3(\text{SO}_4)_2$ ), sulfato de níquel ( $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), sulfato de hierro ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ), trona ( $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), thermonatrita ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), barnesita  $\text{NaV}_6\text{O}_{16}$ , ( $\text{Ca}_3(\text{V}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})$ ) y volborthita ( $\text{CaMgV}_2\text{O}_7$ ).

La torta remanente constituida por 56%  $\text{Ni}_3(\text{VO}_4)_2$ , y 15%  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$  fue estabilizada con una mezcla de 50% de la misma, 40% de cemento y 10% de cal.

En un escenario conservador el proyecto brindó una rentabilidad atractiva del 12,85%, cuya la inversión inicial de USD 118 000 podría ser cubierta en cuatro años, siete meses de operación, en el cual se recupera toda la inversión correspondiente a infraestructura y equipo.

## INTRODUCCIÓN

Las compañías termoeléctricas producen energía mediante la rotación de turbinas de vapor. El vapor empleado es generado por calderos acuatubulares que utilizan fuel oil residual como combustible. Los residuos provenientes de la combustión de fuel oil se encuentran de dos maneras: incrustados sobre los tubos del caldero como escoria de incombustos y acumulados en las bandejas precedentes a la chimenea como cenizas volantes (hollín). Los cuales son depositados sin ningún tratamiento oportuno, en lugares no apropiados para este tipo de residuos catalogados como peligrosos según los estándares U.S. EPA 40CFR 261.24. (EPA, 2003)

La generación y acumulación de estos residuos en el interior de los equipos, entre diferentes factores como el diseño del caldero y condiciones de operación, se debe a variables con respecto al fuel oil como son el contenido de cenizas, azufre, sodio y vanadio. (Babcock y Wilcox, 2007)

De los muchos elementos que pueden aparecer en los depósitos de cenizas volantes y escoria de incombustos, los más importantes son el vanadio, níquel, y sodio los cuales son encontrados en casi cada depósito de los equipos que queman fuel oil residual y a menudo constituyen la mayor proporción de los mismos. (Babcock y Wilcox, 2007)

Las cenizas volantes (hollín), son difíciles de manejar y transportar debido a su pequeño tamaño de partícula, baja densidad las cuales son consideradas residuos tóxicos al igual que la escoria de incombustos debido a su potencial de lixiviación y percolación. Es así que existen normas reguladoras de la calidad del aire, agua y control de la contaminación atmosférica que impiden el escape de los contaminantes al medio. De esta manera, los lixiviados derivados de los residuos inapropiadamente dispuestos se incorporan a las aguas subterráneas, propiciando que la combustión del fuel oil sea una de las actividades más peligrosas para el medioambiente y el hombre, por las elevadas concentraciones de metales pesados y otras sustancias tóxicas disueltas. (González *et al.*, 2004)

La variada composición química y mineralógica de las cenizas volantes como de la escoria de incombustos implica diferentes comportamientos químicos que deben ser estudiados a fin de valorizar su contenido y reducir el riesgo de lixiviación al ser incorporados a los diferentes cuerpos receptores. (González *et al.*, 2007)

A pesar de ser las cenizas volantes en gran parte reutilizadas en la industria de la construcción; los investigadores buscan nuevas alternativas para reutilizar éste residuo sólido.

Por otro lado algunos metales pesados, contenidos en la cenizas, tales como vanadio y níquel, tienen una gran importancia en el campo de la manufactura de aceros aleados, catalizadores, tintes y colorantes, medicina y en la química analítica.

Además la recuperación de vanadio y níquel a partir de las cenizas provenientes de la combustión del fuel oil brindaría utilidad a un desecho industrial con posible rentabilidad, y disminuiría la posibilidad de contaminación que podría originar su acumulación. [González *et al.*, 2007; González *et al.*, 2004 y Akita *et al.*, 1995]

En el presente trabajo se plantea una evaluación de los diferentes métodos empleados para la valorización de los residuos, los cuales permiten la recuperación de minerales de interés económico como vanadio y níquel a fin de aprovechar los recursos contenidos en los residuos y proponer una alternativa frente al almacenamiento indiscriminado en orden de reducir el grado de riesgo.

## 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Las compañías termoeléctricas producen energía mediante la rotación de turbinas de vapor. El vapor empleado es generado por calderos acuatubulares y piro-tubulares que generalmente utilizan fuel oil residual como combustible.

La combustión del fuel oil residual produce una gran cantidad de sólido residual, como cenizas volantes y escoria, generados por la interacción de varios factores como son: el diseño del caldero y quemadores, condiciones de operación como adición de aditivos, uso de sopladores de aire, nebulización del combustible y características del fuel oil como tensión superficial, viscosidad, contenido de cenizas, azufre, sodio y vanadio.

Estos materiales al poseer altas concentraciones de metales pesados son materiales peligrosos que actúan como catalizadores venenosos ( $V_2O_5$ ), promotores de la corrosión de las partes internas de los calderos y promotores de la lluvia ácida.

El vanadio y níquel contenidos en el material incombusto, tienen una gran importancia en el campo de la fabricación de cemento, cerámicas; materiales de relleno, carreteras; manufactura de aceros aleados, catalizadores, tintes, colorantes, medicina y en la química analítica.

Por lo tanto, la recuperación de estos metales a partir de las cenizas provenientes de la combustión del fuel oil brindaría utilidad a un desecho industrial con posible rentabilidad, y disminuiría la posibilidad de contaminación que podría originar su acumulación (Akita *et al.*, 1995).

## **1.1 RESIDUOS GENERADOS POR LA COMBUSTIÓN DE FUEL OIL EN CALDEROS ACUATUBULARES**

Uno de los problemas mas serios producidos en el interior de calderos es la acumulación de material formado por la quema de combustible. Estos residuos se pueden encontrar de dos maneras: incrustados sobre los tubos del caldero como escoria de incombustos y depositados sobre las bandejas próximas a la chimenea como cenizas volantes.

La generación y acumulación de estos residuos se debe a la interacción entre diferentes factores, como son: las características del combustible, condiciones de operación, el diseño del caldero y sus elementos.

### **Diseño del caldero**

El diseño del caldero y sus elementos influyen directamente sobre la acumulación de material incombustos sobre los tubos, principalmente porque sus diseños crean desacertadas condiciones de operación que promueven el ensuciamiento progresivo.

Las principales recomendaciones para minimizar la deposición es diseñar hogares con geometrías especiales, establecer adecuados espaciamientos entre los tubos del banco de convección y diseñar quemadores que produzcan una adecuada atomización del combustible a fin de ofrecer mayor superficie de contacto con el aire. Para la atomización efectiva (gotas pequeñas) se requieren combustibles de baja viscosidad o en el caso de combustibles viscosos se requiere un precalentamiento que varía desde 100 °C para el fuel oil residual hasta 350 °C para productos de fondo de torre de vacío. Un atomizador bien diseñado generará una nube de gotas con un tamaño promedio de alrededor de 30 a 40  $\mu\text{m}$  y un tamaño máximo de 100  $\mu\text{m}$  para combustibles livianos tales como el combustible No. 2. Para combustibles más pesados el promedio y el máximo pueden ser más grandes.

## Operación del caldero

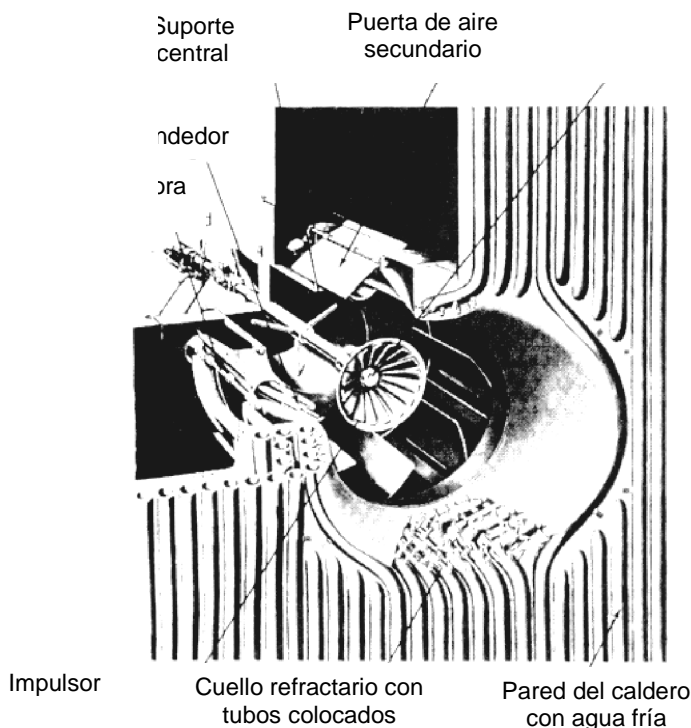
Las condiciones de operación son otro factor que influye significativamente en la acumulación de la escoria de incombustos sobre las paredes del hogar debido a que la baja conductividad térmica crea caídas de temperatura, lo cual motiva a un aumento del flujo de combustible para cumplir con la temperatura requerida para la evaporación del agua dentro de los tubos. Investigaciones realizadas demuestran que las incrustaciones formadas por la escoria de incombustos se dan cuando la temperatura sobre la superficie de los tubos excede los 538 °C. Creando una relación directa entre la deposición de las incrustaciones, la composición del combustible y las condiciones del flujo de gases como velocidad y temperatura. (Babcock y Wilcox, 2007)

Frecuentemente la dificultad de mantener las secciones de convección limpias se debe a la pobre atomización del fuel oil que ocasiona flamas demasiado largas. Las cuales provocan partículas carbonáceas relativamente grandes que al llegar a un estado semifundido oxidan las superficies de contacto. La detección de este problema generalmente se realiza durante la operación cuando las llamas lucen largas, llenas de humo y con chispas. Sin duda este problema relaciona directamente las características del combustible con el funcionamiento de los quemadores.

Los quemadores se seleccionan según el rango de presión de operación, tipo de combustible, eficiencia. Además se deben tener en cuenta las normas de construcción. Entre los principales tipos de quemadores encontramos: quemadores sin mezcla previa o llama de difusión, quemadores de combustóleo, quemadores a presión tipo JET, quemadores de copa rotativa, quemadores para gas (baja y alta presión) y quemadores tipo dual.

Los quemadores deben funcionar con un exceso de aire que depende del combustible empleado. Para el carbón se debe emplear un exceso de aire que oscila entre el 20% y el 40%, los derivados del petróleo entre un 15% y 25% y el gas entre el 5% y el 15%.

En la figura 1.1 se puede observar las partes de un quemador industrial



**Figura 1.1.** Quemador de caldera industrial con ventilador forzado para combustible líquido  
(Brizuela y Loza, 2007)

Para que la atomización sea correcta, se debe reducir la viscosidad a valores convenientes, para lo que resulta necesario el calentamiento previo del combustible. Sin embargo, si se superan las temperaturas máximas admisibles, se corre el riesgo de formación de gases que interrumpen el bombeo de combustible y en consecuencia se produzcan fallas en la ignición. También es importante que el combustible no contenga ácidos, arenilla, u otras materias extrañas que puedan taponar o dañar los orificios de los quemadores y sus válvulas de control.

Entre los parámetros que se debe tener en cuenta para la operación de un quemador es el rango de operación. El cual se define como el cociente entre la máxima y mínima cantidad de combustible que se quema en condiciones seguras y eficientes. A modo de ejemplo, el rango 4 en una caldera de 45 000 kg/h, significa que podrá disminuir carga hasta 12 000 kg/h sin necesidad de apagar quemadores ni cambiarle pastillas atomizadoras. (Mejía y Orozco, 2008)

El diseño del quemador ocasionará bajo costo de mantenimiento cuando la radiación recibida resulte mínima, y se facilita la reparación o recambio de las partes componentes en servicio.

Otro parámetro que se debe tomar en cuenta es la masa de aire real, la cual deberá superar la masa teórica, a fin de facilitar la existencia de un exceso de aire capaz de asegurar la combustión completa dentro del hogar, con mínima pérdida de calor sensible por chimenea, reducir la formación de escoria y mejorar la eficiencia como consecuencia de la mayor limpieza de las superficies involucradas en la transferencia de calor.

En caso de encontrar una gran cantidad de escoria es a veces necesario recolocar sopladores de cenizas adicionales para controlar la deposición en las zonas críticas o usar aditivos.

### **Características del combustible**

El contenido de cenizas en el fuel oil residual rara vez excede el 0,2%, una cantidad sumamente pequeña comparada con la composición del carbón. Sin embargo esta pequeña cantidad de ceniza es capaz de causar severos daños como corrosión debido a la formación y acumulación de material incombusto en el caldero. De los muchos elementos que pueden aparecer en el material incombusto, los más importantes son el vanadio, sodio, azufre, sílice y carbón no quemado. Los compuestos de estos elementos son encontrados en casi cada depósito de los calderos que queman fuel oil residual y a menudo constituyen la mayor proporción de estos depósitos (Babcock y Wilcox, 2007).

Algunos constituyentes de la ceniza del fue oil tienen su origen en la materia vegetal y animal de la cual el crudo es derivado. Cerca de 30 metales han sido detectados en el fuel oil, derivados de la materia orgánica y estratos de rocas que conforman el crudo. Entre los mas abundantes están vanadio, níquel, hierro, cobre, aluminio, cromo y zinc.



En la tabla 1.1 se indican las concentraciones de vanadio, níquel y sodio en el fuel oil residual de varios lugares.

**Tabla 1.1.** Contenido de vanadio, níquel y sodio en muestras de fuel oil residual

Fuente de fuel oil	Vanadio (ppm)	Níquel (ppm)	Sodio (ppm)
<b>África</b>			
1	5,5	5,0	22,0
2	1,0	5,0	-
<b>Medio Este</b>			
3	7,0	-	1,0
4	173,0	51,0	-
5	47,0	10,0	8,0
<b>Estados Unidos</b>			
6	13,0	-	350,0
7	6,0	2,5	120,0
8	11,0	-	84,0
<b>Venezuela</b>			
9	-	6,0	480,0
10	57,0	13,0	72,0
11	380,0	60,0	70,0
12	113,0	21,0	49,0
13	93,0	-	38,0
<b>Ecuador</b>			
14	266,0	194,0	49,0
15	220,0	200,0	44,0
16	10,0	38,0	82,0

(Babcock y Wilcox, 2007; Erazo, 2005)

### 1.1.1 FORMACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS A PARTIR DE LA QUEMA DEL FUEL OIL

Para quemar completamente el fuel oil en el interior del caldero se realiza un precalentamiento del combustible con la finalidad de reducir su viscosidad y lograr mayor superficie reactiva.

El fuel oil atomizado se quema en dos etapas, en la primera se realiza la combustión de la porción volátil la cual deja un residuo de coque poroso y en la segunda se quema el coque residual.

Durante la combustión, los compuestos orgánicos de vanadio se descomponen térmicamente formando óxidos como  $V_2O_2$ ,  $V_2O_3$ ,  $V_2O_4$  los cuales se oxidan en el flujo de gas hasta llegar a  $V_2O_5$  debido al exceso de  $O_2$  y alta temperatura. Pero en ocasiones no ocurre la oxidación completa y una parte del vanadio originalmente presente en el combustible se mantiene formando el flujo de gas así como los cloruros de sodio y los óxidos de azufre.

El grado de oxidación de los compuestos de vanadio determina el carácter ácido de sus compuestos. Por tanto el pentóxido de vanadio ( $V_2O_5$ ) se convierte en un compuesto altamente corrosivo debido a su asociación con el oxígeno en su mayor valencia (+5). La agresividad del  $V_2O_5$  se puede constatar en la catálisis de la oxidación del  $SO_2$  a  $SO_3$  así como la formación de metavanadatos de hierro ( $Fe(VO_3)_3$ ) por reacción con los componentes del equipo. (Rbbertomeu, 1997)

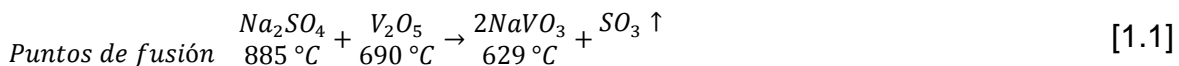
El  $V_2O_5$  por su reactividad, forma vanadatos complejos preferentemente con metales alcalinos y alcalino-térreos.

Los vanadatos alcalino-térreos poseen un punto de fusión elevado, en el orden de 1 100-1 200 °C por lo que, después de la combustión se encontrarán en estado sólido, en forma de polvo y será arrastrado por los gases.

Como muestra de este tipo de sales, podemos encontrar los vanadatos de calcio y magnesio:  $(Mg,Ca)_1 V_2O_6$ ,  $(Mg,Ca)_2 V_2O_7$  y  $(Mg,Ca)_3 V_2O_8$ .

Los vanadatos alcalinos, principalmente los sódicos presentan un punto de fusión mucho más bajo (de 350 a 650 °C) por lo que en una amplia zona del circuito de gases se encuentran en estado líquido. Dichos vanadatos son muy reactivos con el hierro y óxidos de hierro, disolviéndolos para formar vanadatos o sulfovanadatos dobles, sobre todo en presencia de sulfato sódico.

A continuación, en la ecuación 1.1 se muestra la reacción entre el pentóxido de vanadio y el sulfato de sodio para formar vanadatos complejos:



Acorde con la ecuación 1.1 se observa que un exceso de vanadio o sodio en los depósitos de material incombusto, promueven la presencia de  $V_2O_5$  y  $Na_2SO_4$ , respectivamente, creando un desequilibrio en la reacción y evitando la formación de vanadatos sódicos.

Por otro lado el azufre contenido en el fuel oil residual se descarga progresivamente durante la combustión e inmediatamente se oxida a dióxido de azufre ( $SO_2$ ). Una pequeña cantidad de dióxido de azufre es además oxidado a  $SO_3$  por átomos de oxígeno presentes en la parte mas caliente de la llama. Además como la oxidación catalítica de  $SO_2$  a  $SO_3$  ocurre a altas temperaturas, la reacción puede ocurrir tanto en el flujo de gases que pasan sobre los depósitos de material incombusto rico en vanadio como sobre los tubos y refractarios.

La presencia de  $SO_3$  en los gases de la chimenea puede conducir a un número de consecuencias indeseables. El ácido sulfúrico se condensa a temperaturas muy superiores a los  $100\text{ }^\circ C$ . Si la temperatura del gas disminuye por debajo del punto de rocío del ácido, se forma un aerosol de ácido sulfúrico, y también se formará una película de ácido sulfúrico en cualquier superficie expuesta con una temperatura por debajo del punto de rocío. Las gotas de aerosol son muy pequeñas, típicamente de aproximadamente  $1\text{ }\mu m$ , de modo que pueden dispersar la luz de manera muy eficaz. Si hay ácido sulfúrico presente en los gases a la salida de la chimenea, el aerosol condensante forma un así denominado "penacho azul". Una vez formados, tales penachos son muy persistentes y pueden tener un impacto negativo en la visibilidad a una gran distancia de la fuente. (Stuart, 2008)

Los depósitos adheridos al presentar una mayor temperatura en la capa externa que en la superficie del tubo, debido a su baja conductividad, promueven la adhesión de nuevos depósitos y el deslizamiento de la escoria fundida.

Algunos compuestos de sodio y vanadio producidos por la combustión del fuel oil, se indican en la tabla 1.2 ordenados de acuerdo a su punto de fusión.

**Tabla 1.2.** Puntos de fusión de algunos constituyentes del material incombusto

Compuesto	Puntos de fusión (°C)
Oxido de calcio CaO	2572
Óxido de níquel NiO	2091
Óxido de aluminio Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2054
Trioxido de vanadio V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1971
Tetraoxido de vanadio V <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	1971
Dioxido de silicio SiO <sub>2</sub>	1721
Oxido ferrico Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1566
Sulfato de calcio CaSO <sub>4</sub>	1449
Sulfato de sodio Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	885
Orto vanadatos de sodio 3Na <sub>2</sub> O.V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	849
Sulfato de níquel NiSO <sub>4</sub>	841 *
Sulfato de aluminio Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	771 *
Pentoxido de vanadio V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	691
Pyro vanadato de sodio 2Na <sub>2</sub> O.V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	641
Metavanadato de sodio Na <sub>2</sub> O.V <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (NaVO <sub>3</sub> )	629
Vanadil vanadato de sodio Na <sub>2</sub> O.V <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	627
 5Na <sub>2</sub> O.V <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .11V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	535
Sulfato férrico de sodio Na <sub>3</sub> Fe(SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	538
Sulfato férrico Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	479 *
Polisulfato de sodio Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	399 *
Bisulfato de sodio NaHSO <sub>4</sub>	249 *

\*Se descompone a una temperatura cercana al punto de fusión  
(Babcock y Wilcox, 2007)

Los compuestos con bajos puntos de fusión causan problemas de corrosión en el hogar y el banco de tubos sobrecalentadores de algunos equipos que utilizan fuel oil residual.

El material incombusto rara vez tiene un solo punto de fusión debido a su composición química compleja, en su lugar poseen un intervalo de temperaturas que van desde el ablandamiento hasta la fusión de las partículas. Debido a este rango de temperaturas, se puede encontrar partículas semifundidas que se adhieren a la superficie rugosa por acción del flujo de gas.

La relación entre los pesos moleculares de  $V_2O_5$  y  $Na_2O$  permite determinar la temperatura de fusión de los diferentes vanadatos sódicos que pueden formarse, según la tabla 1.3:

**Tabla 1.3.** Temperatura de fusión de acuerdo a la relación de pesos moleculares  $V_2O_5/Na_2O$

Relación molecular $V_2O_5/Na_2O$	Temperatura de fusión (°C)
0	400
1	550
2	450
3	350
4	530
6	580
8	620
10	640
$\infty$	690

(Rbbertomeu, 1997)

En el circuito de gases, existe gran probabilidad de encontrar vanadato sódico en estado líquido, corrosivo, sobre todo cuando la relación molar  $V_2O_5/Na_2O$  sea del orden de 3. No obstante, aunque dicha relación sea más alta o más baja, en una instalación de combustión del tipo motor o caldera, existen muchas zonas importantes de partes metálicas sometidas a temperaturas mayores de 690 °C, por lo que los efectos corrosivos de los vanadatos alcalinos están prácticamente asegurados.

La existencia de impurezas de azufre, vanadio y sodio en el fuel oil provoca inevitablemente la formación de sulfato y vanadato sódico corrosivos salvo que se introduzcan factores de corrección en el proceso. Dichos factores deben cumplir 2 requisitos para evitar o minimizar este tipo de corrosiones.

Separar al sodio disuelto en el agua del fuel oil mediante decantación, centrifugado u otras técnicas a fin de reducir su valor.

Favorecer la formación rápida de vanadatos alcalino-térreos (Ca, Mg) en la combustión puesto que el vanadio se encuentra disuelto en el fuel oil y no es posible separarlo por decantación o centrifugación. Este procedimiento previo se debe con dos finalidades: aumentar la temperatura de fusión de los vanadatos para que sean arrastrados en forma de polvo y evitar la acción catalítica del  $V_2O_5$  sobre la reacción:



### Temperaturas en la combustión del fuel oil residual

Es ampliamente conocida la facilidad de calcular el caudal de aire estequiométrico necesario para conseguir la combustión de kg de fuel oil.

Suponiendo un tipo de fuel oil estándar con un poder calorífico inferior de 9 500 Kcal/Kg., se quema con aporte de aire a 20 °C y 60% de humedad relativa, la temperatura de los gases de combustión, en función del aire total aportado (aire de combustión en exceso más aire de dilución), sería aproximadamente la siguiente (despreciando pérdida de calor por disipación). (Rbbertomeu, 1997):

**Tabla 1.4.** Temperatura de los gases de salida conforme al exceso de aire

Exceso aire total (estequiométrico )	Temperatura de los gases de salida (°C)
0%	2 060
5%	1 985
10%	1 920
20%	1 800
50%	1 500
100%	1 200
150%	990
200%	850
250%	740
300%	660

(Rbbertomeu, 1997)

Las temperaturas reales dependerán de las pérdidas de calor debidas a conducción, convección y radiación del equipo, pero, en general se puede tomar entre un 5% y un 10% por debajo de las teóricas sin cometer error apreciable.

Se observa que en una instalación industrial de combustión, del tipo motor o caldera, donde el aire total aportado oscila entre el 150 y 300% sobre el estequiométrico necesario para la combustión, van a existir zonas metálicas sometidas a temperaturas entre 600 °C y 1 000 °C. Lógicamente ello corresponde a zonas cercanas al foco de la combustión, cuando ya se ha producido enfriamiento por dilución con aire de los gases generados en la combustión propiamente dicha. (Rbbertomeu, 1997)

Algunos ejemplos de las condiciones operativas de motores y calderas se citan a continuación:

En los motores de cogeneración, que trabajan con un exceso de aire del 200% al 300%, la temperatura inicial de la combustión será instantáneamente de aproximadamente 2 000 °C, pero bajará rápidamente hasta los 700–800 °C en las válvulas de escape. Posteriormente, debido a las elevadas pérdidas de calor del circuito, se tendrán alrededor de 350 °C en los turbos y más tarde, 200-250 °C a la salida de las calderas de vapor de la planta de cogeneración.

En las calderas de vapor (con quemador) se tendrán alrededor de 1 200-1 500 °C en la zona del hogar y unos 800-900 °C en la zona de contacto de los gases con los tubos del recalentador.

Sin embargo, un pronóstico del comportamiento del fuel oil residual es tan complicado como el de la escoria y el ensuciamiento del banco de tubos. No obstante existen algunas variables con respecto al fuel oil que deben ser consideradas:

Contenido de cenizas

Análisis del material incombusto, de los mayores constituyentes en especial sodio y vanadio.

Las temperaturas de solidificación y fusión del material incombusto.

El contenido total de azufre contenido en el fuel oil. (Babcock y Wilcox, 2007)

## **1.2 IMPLICACIONES AMBIENTALES DE LOS RESIDUOS GENERADOS POR LA COMBUSTIÓN DEL FUEL OIL**

La producción convencional de electricidad, desde el punto de vista ambiental, es uno de los focos de contaminación mas importante y presumiblemente el problema se incrementará debido a la creciente demanda de electricidad.

El problema de contaminación se deriva de todas las emisiones producidas durante el proceso de generación de vapor.

En el sistema de generación de vapor, intervienen dos procesos que son responsables de los principales problemas de contaminación:

La quema de combustible fósil para la generación de energía calórica que se transfiere al vapor.

La refrigeración para la condensación de vapor.

En el primer proceso, el agua desmineralizada es convertida en vapor en el interior del caldero por medio del calor que se produce por la combustión de fuel oil residual. Producto de la combustión se generan gases tóxicos que contaminan el aire, escoria de incombustos que provoca corrosión en las partes internas del caldero y cenizas volantes que intervienen en ambos entornos.

La escoria producida del lado del fuego es un material con alta densidad y dureza; mientras que las cenizas volantes (hollín) producidas, son difíciles de manejar y transportar debido a su pequeño tamaño de partícula y baja densidad.

Tanto las cenizas volantes como la escoria de incombustos son consideradas material tóxico por su potencial de lixiviación y percolación. Además existen normas reguladoras de la calidad del aire y control de la contaminación que impiden su escape y acumulación.

Los lixiviados generados a partir de la percolación del agua de lluvia a través de la acumulación de residuos se incorporan a las aguas subterráneas, propiciando que la combustión del fuel oil sea una de las actividades más peligrosas para el medioambiente y el hombre, por las elevadas concentraciones de metales pesados y otras sustancias tóxicas contenidas en sus residuos incombustos.



### **1.2.1 LEGISLACIÓN VIGENTE PARA RESIDUOS PELIGROSOS**

La Constitución Política de la República del Ecuador regula ampliamente el tema del medio ambiente en su título séptimo y en otras normas contenidas en la misma, consagrando el principio fundamental que el Estado protegerá el derecho de la población a vivir en un medio ambiente sano y ecológicamente equilibrado, que garantice un desarrollo sustentable y que el Estado velará para que este derecho no sea afectado y garantizará la preservación de la naturaleza.

Igualmente, la Constitución declara de interés público y establece que se regulará conforme a la ley las siguientes premisas:

La preservación del medio ambiente, la conservación de los ecosistemas, la biodiversidad y la integridad del patrimonio genético del país.

La prevención de la contaminación ambiental, la recuperación de los espacios naturales degradados, el manejo sustentable de los recursos naturales y los requisitos que para estos fines deberán cumplir las actividades públicas y privadas.

El establecimiento de un sistema nacional de áreas naturales protegidas, que garantice la conservación de la biodiversidad y el mantenimiento de los servicios ecológicos, de conformidad con los convenios y tratados internacionales

#### **1.2.1.1 Conforme el texto unificado de la legislación secundaria del Ministerio del Ambiente**

En el Libro VI: de la calidad ambiental, título V: reglamento para la prevención y control de la contaminación por desechos peligrosos. Se regula las fases de gestión y los mecanismos de prevención y control de la los desechos peligrosos, al tenor de los lineamientos y normas técnicas previstos en las leyes de Gestión Ambiental, de Prevención y Control de la Contaminación Ambiental, en sus respectivos reglamentos, y en el Convenio de Basilea. Los desechos peligrosos comprenden aquellos que se encuentran determinados y caracterizados en los Listados de desechos peligrosos y Normas técnicas aprobados por la autoridad ambiental competente para la cabal aplicación de este reglamento.

Se hallan sujetos a las disposiciones de este reglamento toda persona, natural o jurídica, pública o privada, nacional o extranjera, que dentro del territorio del Ecuador participe en cualquiera de las fases y actividades de gestión de los desechos peligrosos, en los términos de los artículos precedentes.

La tabla correspondiente al Listados de desechos peligrosos y Normas técnicas aprobados por la autoridad ambiental competente para la cabal aplicación de este reglamento se muestra en el anexo II.

### **Normas de descarga de efluentes al sistema de alcantarillado público**

En el libro VI: de la calidad ambiental, anexo 1: Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes : recurso agua, numeral 4.2.2. Se prohíbe descargar en un sistema público de alcantarillado, cualquier sustancia que pudiera bloquear los colectores o sus accesorios, formar vapores o gases tóxicos, explosivos o de mal olor, o que pudiera deteriorar los materiales de construcción en forma significativa. Esto incluye las siguientes sustancias y materiales, entre otros:

- Fragmentos de piedra, cenizas, vidrios, arenas, basuras, fibras, fragmentos de cuero, textiles, etc. (los sólidos no deben ser descargados ni aún después de haber sido triturados).
- Resinas sintéticas, plásticos, cemento, hidróxido de calcio.
- Residuos de malta, levadura, látex, bitumen, alquitrán y sus emulsiones de aceite, residuos líquidos que tienden a endurecerse.
- Gasolina, petróleo, aceites vegetales y animales, hidrocarburos clorados, ácidos, y álcalis.
- Fosgeno, cianuro, ácido hidrazoico y sus sales, carburos que forman acetileno, sustancias comprobadamente tóxicas.

Toda descarga al sistema de alcantarillado deberá cumplir, al menos, con los valores establecidos en la tabla de los límites máximos permisibles de descarga al sistema de alcantarillado público se expone en el anexo II.

Existen determinados lineamientos de acuerdo al Libro VI: de la calidad ambiental que concretan el procedimiento que deberá ser seguido en orden de realizar una gestión de desechos peligrosos adecuada, así como ciertas definiciones que especifican las características de este tipo de desechos.

## **Definiciones importantes**

### **Desechos**

Son las sustancias (sólidas, líquidas, gaseosas o pastosas) u objetos a cuya eliminación se procede, se propone proceder o se está obligado a proceder en virtud de lo dispuesto en la legislación nacional vigente.

### **Desechos Peligrosos**

Son aquellos desechos sólidos, pastosos, líquidos o gaseosos resultantes de un proceso de producción, transformación, reciclaje, utilización o consumo y que contengan algún compuesto que tenga características reactivas, inflamables, corrosivas, infecciosas, o tóxicas, que represente un riesgo para la salud humana, los recursos naturales y el ambiente de acuerdo a las disposiciones legales vigentes.

### **Responsabilidad por sustancias peligrosas**

Son responsables terceras personas, como aquellas que desarrollen actividades que involucren el almacenamiento, procesamiento o transporte de sustancias peligrosas. Quienes deberán cumplir con el presente Libro VI: de la calidad ambiental y sus Normas técnicas.

El propietario de las sustancias peligrosas, no queda exento de la presente disposición, y deberá responder conjunta y solidariamente con las organizaciones que efectúen para él las acciones referidas en este concepto. La responsabilidad es solidaria e irrenunciable.

## **Emisiones o descargas accidentales**

Las entidades reguladas cuyas emisiones o descargas sean tratadas en una planta o sistema de tratamiento que atiendan a más de una fuente, están obligadas a dar aviso inmediato a la entidad encargada de la operación de la planta y a la entidad ambiental de control, cuando con una descarga o emisión ocasional, incidental o accidental originada por causas de fuerza mayor o casos fortuitos puedan perjudicar a su operación.

Para tales efectos, deberán contar con un Plan de contingencias, aprobado por la entidad ambiental de control, que establezca, entre otros, los mecanismos de coordinación y cooperación interinstitucional para controlar cualquier tipo de emergencia.

## **Responsabilidades del generador**

Todo generador de desechos peligrosos es el titular y responsable del manejo de los mismos hasta su disposición final, siendo su responsabilidad:

- Tomar medidas con el fin de minimizar al máximo la generación de desechos peligrosos.
- Almacenar los desechos en condiciones ambientalmente seguras, evitando su contacto con el agua y la mezcla entre aquellos que sean incompatibles.
- Disponer de instalaciones adecuadas para realizar el almacenamiento temporal de los desechos, con accesibilidad a los vehículos recolectores.
- Realizar la entrega de los desechos para su adecuado manejo, únicamente a las personas autorizadas para el efecto por el Ministerio del Ambiente o por las autoridades seccionales que tengan la delegación respectiva.
- Inscribir su actividad y los desechos peligrosos que generan, las autoridades seccionales que tengan la delegación respectiva, el cual remitirá la información necesaria al Ministerio del Ambiente.
- Llevar en forma obligatoria un registro del origen, cantidades producidas, características y destino de los desechos peligrosos, cualquiera sea ésta, de los cuales realizará una declaración en forma anual ante la Autoridad

Competente. Esta declaración será juramentada y se lo realizará de acuerdo con el formulario correspondiente, el generador se responsabiliza de la exactitud de la información declarada, la cual estará sujeta a comprobación por parte de la Autoridad Competente.

- Identificar y caracterizar los desechos peligrosos generados, de acuerdo a la norma técnica correspondiente. Antes de entregar sus desechos peligrosos almacenados y etiquetados, en forma tal que no afecte la salud de los trabajadores y a un prestador de servicios, deberá demostrar ante la autoridad competente que no es posible aprovecharlos dentro de su instalación.

Dentro de esta etapa de la gestión, los desechos peligrosos deberán ser envasados, ambiente, siguiendo para el efecto las normas técnicas pertinentes establecidas por el Instituto Ecuatoriano de Normalización (INEN) o, en su defecto por el MA en aplicación de normas internacionales validadas para el país.

Solo quienes obtengan la licencia ambiental de la Unidad Técnica del MA, estarán autorizados para transportar desechos peligrosos. En este sentido, será una condición indispensable que el transportista acredite estar constituido legalmente para cumplir con esta actividad. Para tal efecto, la STPQP coordinará el control de este requisito con la Policía Nacional y demás autoridades locales y nacionales competentes en materia de tránsito y transporte terrestre.

Sin perjuicio de lo anterior, el generador está obligado a notificar por medio del respectivo manifiesto, a cerca del transporte de los desechos peligrosos al MA antes que se inicie esta actividad. En los casos previstos por las normas técnicas pertinentes, previamente a su disposición final, los desechos peligrosos deberán recibir el tratamiento técnico correspondiente y cumplir con los parámetros de control vigentes.

Para efectos del tratamiento, los efluentes líquidos, lodos, desechos sólidos y gases producto de los sistemas de tratamiento de desechos peligrosos, serán considerados como peligrosos. La importación o ingreso al territorio nacional, así como el tránsito o cualquier movimiento transfronterizo de los desechos

peligrosos regulados por este reglamento, en cualquier forma o para cualquier fin, incluso para reciclaje o aprovechamiento podrá realizarse únicamente con la aprobación del MA y basándose en el Manual de Instrucción elaborado para el efecto.

## **Sanciones**

Será sancionado con multa de entre mil a dos mil salarios mínimos vitales generales, más la suspensión temporal de la licencia ambiental, la infracción a cualquiera de las disposiciones previstas, salvo las relacionadas con el tráfico ilegal de desechos peligrosos y los delitos contra el ambiente tipificadas en el Código Penal.

Se sancionará con prisión de tres a cinco años, además de la suspensión indefinida de la actividad, todo sujeto de control de este instrumento que, sin contar con la licencia o la autorización de la autoridad competente, haya provocado la lesión o muerte de personas. Igual sanción acarreará el tráfico ilegal de desechos peligrosos.

### **1.2.1.2 Conforme a la Agencia para la protección ambiental de los Estados Unidos (EPA)**

Existe un procedimiento comúnmente utilizado por la EPA y las oficinas estatales para evaluar el potencial de percolación de los residuos y determinar su toxicidad, este es el llamado TCLP. (EPA, 2003)

#### **TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure)**

Este test se desarrolló en 1986 y es utilizado para cuantificar la extractibilidad de algunos constituyentes peligrosos de residuos sólidos bajo un conjunto definido de condiciones de laboratorio. Este test es utilizado para evaluar la percolación de residuos de metales, compuestos orgánicos volátiles, semi volátiles, y pesticidas, que presentan características de toxicidad.

Para metales la normativa internacional define los límites de toxicidad medidos en los lixiviados del TCLP (EPA 40CFR 261.24) bajo la metodología EPA 1311 [EPA, 2003; EPA, 2010]. Los residuos con concentraciones de metales en los lixiviados extraídos en el TCLP, mayores a las establecidas en la tabla 1.5 son considerados como residuos que presentan características de residuos peligrosos. (Pardo, 2005)

**Tabla 1.5.** Concentración máxima permisible de contaminación

Sustancia	Concentración máxima permisible (mg/L)
Arsénico	5,00
Cromo total	5,00
Mercurio	0,2
Plomo	5,00
Selenio	1,00
Bario	100,00
Cadmio	1,00
Plata	5,00
Níquel 1	2,00
Vanadio 2	2,00
Hierro	30,00

<sup>1</sup> Sustancia regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002.

<sup>2</sup> Sustancia no regulada en la presente norma.  
(EPA, 2003)

### 1.3 MÉTODOS DE VALORIZACIÓN DE RESIDUOS DE COMBUSTIBLE

En ciertos procesos industriales se originan residuos en cualquier estado físico que por sus características corrosivas, tóxicas, venenosas, reactivas, explosivas, inflamables, biológicas, infecciosas, irritantes, de patogenicidad, cancerígenas representan un peligro para la salud humana, el equilibrio ecológico y el ambiente, estos desechos son los llamados desechos peligrosos. (Tulas, 2003)

Los desechos peligrosos constituyen una categoría especial de residuos que requieren controles técnicos y regulaciones más estrictas que el resto de los residuos. Estos desechos deben recibir un conveniente tratamiento para su disposición final. Los tratamientos elegidos deben modificar las propiedades físicas o químicas de los desechos para reducir o anular la toxicidad y peligrosidad para la salud humana y el medio ambiente. Además facilitar el transporte, almacenamiento, eliminación y recuperación de los minerales contenidos en los mismos.

El tratamiento de estos residuos requiere procedimientos específicos debido a la variada composición química y mineralógica que implica diferentes comportamientos químicos para obtener desechos que puedan ser dispuestos directamente a la tierra o que posean un menor grado de riesgo para ser incorporados a los diferentes cuerpos receptores.

Existen numerosas técnicas empleadas para el tratamiento de los desechos peligrosos, que prevalecen sobre la disposición indiscriminada en los vertederos. Los procesos de tratamiento de residuos existentes en la actualidad pueden agruparse en los siguientes grupos:

- Tratamientos físicos
- Tratamientos químicos
- Tratamientos biológicos
- Tratamientos térmicos
- Depósitos de seguridad o confinamientos

La elección de la técnica adecuada para el tratamiento de un determinado residuo depende de numerosos factores, como son: la disponibilidad, características y naturaleza del residuo así como la adecuación técnica de las alternativas de tratamiento, medidas de seguridad, consideraciones ambientales, energéticas, mantenimiento y coste económico.



Se debe tomar en cuenta que ningún método ofrecerá una seguridad absoluta, ya que cualquier tecnología usada para la disposición o tratamiento de este tipo de residuos llevará asociado un cierto peligro con un riesgo asociado.

### **1.3.1 VALORIZACIÓN DE RESIDUOS DE COMBUSTIBLE GENERADOS POR LAS PLANTAS TERMOELÉCTRICAS**

En las plantas termoeléctricas se genera una gran cantidad de material incombusto, los cuales son almacenados debido a su toxicidad. Recientemente desde el punto de vista ambiental y de la conservación de los recursos, el uso de este material se ha hecho atractivo debido a la alta concentración de metales como vanadio, níquel, sodio, hierro y aluminio. Uno de los usos más prometedores es la valorización mediante la recuperación de los metales de valor. [Piña *et al*, 2004; Valbuena y Velázquez, 2000].

La valorización es una técnica de recuperación de metales de interés económico y un procedimiento que permite aprovechar los recursos contenidos en los residuos sin poner en peligro la salud humana y sin utilizar métodos que puedan causar perjuicios al medio ambiente.

Los procedimientos clásicos de metalurgia extractiva son independientes y en cada etapa del proceso existe un balance energético positivo o negativo. Existen diferentes operaciones encaminadas a la extracción de los metales de interés las cuales se orientan por diferentes vías: seca, húmeda o por tratamiento mixto.

Las operaciones por vía seca se caracterizan por la aplicación de calor a la muestra para modificar su contenido. En los tratamientos pirometalúrgicos, existe un sin número de factores que alteran la extracción de los minerales de interés, como son: cantidad de los reactantes, flujo de calor, condiciones aerodinámicas en el espacio en que se realiza la reacción o diseño del equipo, etc.

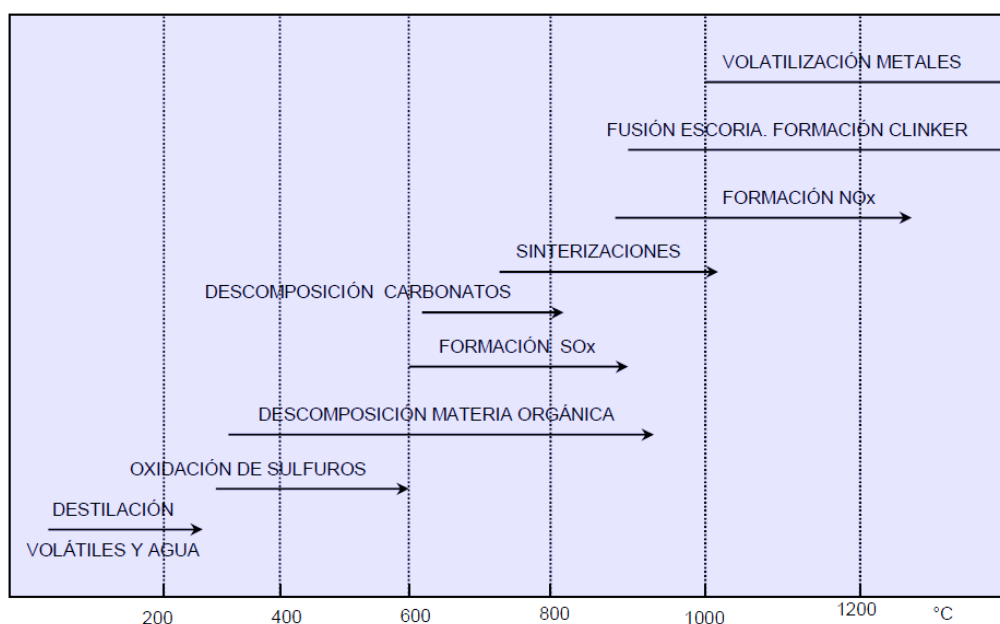
Las operaciones hidrometalúrgicas, se caracterizan por el empleo de diferentes reactivos ácidos, básicos, salinos, etc en un medio acuoso. Bajo la influencia de diferentes factores.

Finalmente para la aplicación de un tratamiento mixto se combinan la vía seca y húmeda en orden de extraer los metales de interés. Por ejemplo con la aplicación de operaciones secas previas a las técnicas húmedas se trata de transformar compuestos metálicos en compuestos solubles en reactivos líquidos.

### 1.3.1.1 Tratamientos pirometalúrgicos

Son tratamientos donde la temperatura modifica el contenido del material, sea por: eliminación de compuestos líquidos impregnados en el mineral, modificación química, separación de fases o ablandamiento del material.

En la figura 1.2 se muestra los varios fenómenos ocurridos en procesos pirometalúrgicos para materiales con carbono, hidrógeno y azufre.



**Figura 1.2.** Fenómenos ocurridos por calentamiento en materiales con C, H y S (CNPML, 2003)

Según el gráfico, las flechas indican el rango de temperatura mínima y máxima en las que suele iniciar y concluir los fenómenos.

En la primera etapa se produce la eliminación del agua y el comienzo de la volatilización de algunos compuestos. Durante esta etapa ocurren las reacciones de combustión.

En la siguiente etapa, dispuesta entre los 300 y 1 000 °C ocurre la oxidación de la materia orgánica con la correspondiente formación de (óxidos de azufre)  $\text{SO}_x$  y (dióxido de carbono)  $\text{CO}_2$ . Durante esta etapa también se forman  $\text{CO}$  y  $\text{SO}_x$  en función de la naturaleza reductora del medio además pueden ocurrir reacciones de gasificación.

A medida que prosigue la temperatura se inicia la formación de  $\text{NO}_x$  y la formación de fases vítreas. De esta manera cuanto mayor sea la temperatura mayor será la fase vítrea de la escoria formada y mayor riesgo existirá de volatilización de los metales.

Dentro de las diferentes técnicas pirometalúrgicas, se puede mencionar:

- Calcinación y tostación
- Fusión
- Volatilización
- Electrólisis de sales fundidas

### **Calcinación y tostación**

Es la operación por vía seca que no promueve la fusión, ni volatilización de mineral útil. La calcinación puede realizarse sin modificación o con descomposición química.

Las calcinaciones sin modificaciones químicas, son las que tienen por objeto alterar las condiciones físicas del producto que se calcina y pueden ser:

- Deseccación
- Caldeo para posteriores tratamientos
- Caldeo para separación de dos o más cuerpos

La calcinación con descomposición química se le conoce como tostación. Se produce por calentamiento de la muestra a elevada temperatura, evitando la fusión con la finalidad de realizar una modificación química, y pueden ser:

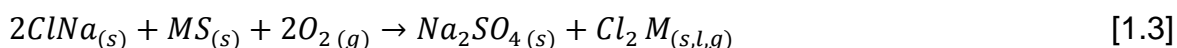
- Tostación simple
- Tostación oxidante
- Tostación clorurante
- Tostación carburante
- Tostación magnetizante
- Tostación aglomerante

### **Tostación**

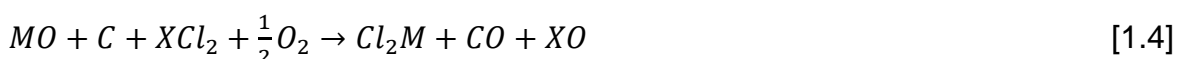
Es un tratamiento pirometalurgico, en el cual se eleva la temperatura de la muestras a fin de modificar la estructura química, evitando la fusión o por lo menos trabajando con una fusión insipiente.

En el caso de la tostación clorurante el objetivo es la transformación de sulfuros u óxidos a cloruros, para la obtención de compuestos más soluble o más volátiles por la adición de reactivos clorurantes. Como se observa a continuación:

Para sulfuros:



Para óxidos:



Los reactivos clorurante pueden ser sólidos como el cloruro cálcico, cloruro ferroso y cloruro sódico. O gaseosos como tetracloruro de carbono y cloro.

La cantidad de reactivo sólido empleado por lo general excede la cantidad estequiométrica necesaria lo que muchas veces puede ocasionar fusiones y

dificultades técnicas cuando la temperatura de trabajo se aproxima a 800 °C (por fundición de los reactivos).

En el caso del cloro debido a su fuerte carácter clorurante se combina con la mayoría de metales.

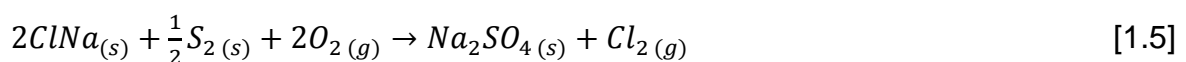
Existen reactivos como  $AlCl_3$ ,  $MnCl_2$ ,  $FeCl_2$ ,  $NaCl$  que pueden ser empleados para la cloración pero la elección se realiza bajo criterios económicos. Por ello en la tostación clorurante industrial se emplea sal común.

Para realizar la tostación clorurante es preciso que el mineral se encuentre con tamaños de partícula menores a 1 mm, se mezcle con 5-20% de sal común y la operación se realice en presencia de aire a temperaturas inferiores a 600 °C, para evitar la volatilización de los metales clorados.

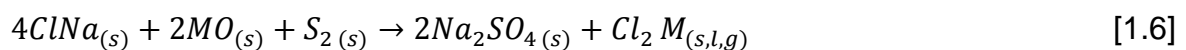
Este tipo de tostación se utiliza para recuperar las impurezas conformadas por plomo, cobalto, bismuto, plata y cobre. Porque la tostación clorurante los convierte en compuestos solubles. Para ser eliminados del resto de la mena por lixiviación y filtración.

Existen diferentes tratamientos propuestos para diferentes materiales, por ejemplo:

Para minerales con alto contenido de azufre, se realiza una tostación oxidante preliminar a fin de desprender el azufre y evitar el consumo de sal. La reacción se da en presencia de aire y calor como se observa a continuación:



Para minerales completamente oxidados, se añade azufre en forma de pirita o de azufre nativo, en una cantidad suficiente para completar la reacción.



Puesto que la pirita a bajas temperaturas entrega un átomo de azufre necesario para las reacciones de la sal con óxidos metálicos, así:



La ecuación anterior también se utiliza en el caso de los carbonatos siempre que exista un calentamiento previo que descomponga al carbonato en óxido.

Del mismo modo los sulfatos y los silicatos se descomponen por la sal, debido a un intercambio directo de los elementos metálicos y los radicales, sin adición de azufre.

### 1.3.1.2 Tratamientos hidrometalúrgicos

La hidrometalurgia u operaciones por vía húmeda se caracterizan por el empleo de reactivos líquidos.

Para una extracción factible se procura que:

- El metal forme compuestos solubles en el tipo de disolvente a emplear.
- La solución obtenida por el ataque del disolvente al mineral tenga una concentración metálica determinada.
- La solución admita una separación fácil de la parte insoluble.

Existen diferentes procedimientos por vía húmeda:

- Lixiviación o Dilución
- Precipitación
- Amalgamación y destilación de la amalgama

Las cuales van generalmente precedidas de otros tratamientos, aplicados para transformar el elemento útil.

## Lixiviación o disolución

La lixiviación es un proceso por el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido.

Los elementos que conforman una lixiviación son el mineral y la solución disolvente.

El mineral puede ser mena, concentrado o tostado.

La mena buena para lixiviar es aquella que posee características para ser concentrada y cuyo metal puede estar libre o formando combinaciones de sulfuros, carbonatos, silicatos, óxidos o sulfatos.

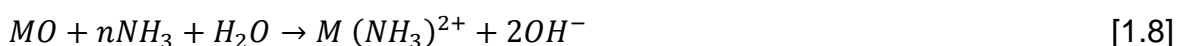
En general, no se utilizan concentrados a menos que posean alguna impureza que no pueda quitarse de otra manera.

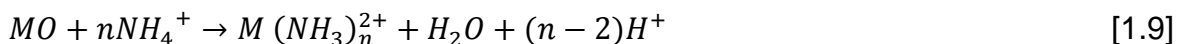
Por otra parte, el material tostado es la materia prima utilizada en la mayoría de los casos.

Las soluciones pueden ser ácidas, básicas o salinas.

El reactivo más utilizado es el ácido sulfúrico, debido a su gran poder disolvente, bajo precio y disminución de pérdidas durante la manipulación. También se utiliza soluciones de ácido clorhídrico, pero tiene un manejo más peligroso que el sulfúrico y da pérdidas mayores.

Entre los disolventes básicos se utiliza amoníaco, por la facilidad de formar complejos acuosos con los metales: cobre, níquel y cobalto; así como la facilidad para reciclarse. Generalmente se utiliza para: menas de baja ley, de naturaleza polimetálicas o menas que precisan que el metal interesante sea lixiviado selectivamente. La reacción del amoníaco en disolución acuosa con menas oxidadas es:





Con excepción del  $Ni_3O_4$ , todos los óxidos de cobre, níquel y cobalto, son inestables en disolución amoniacaes y por ello se disuelven.

Existen lixiviantes no convencionales como el cloro ( $Cl^-$ ), bromo ( $Br^-$ ) y yodo ( $I^-$ ) que prefieren iones metálicos de valencia alta. (Ortiz *et al*, 2009)

Las ventajas de la utilización del bromo son la rápida extracción, la no toxicidad y adaptabilidad en un amplio margen de valores de pH. Algunos investigadores han estudiado las características de la lixiviación con bromo en una mena refractaria de oro y han comparado estos resultados con los obtenidos mediante la cianuración convencional.

La alta velocidad de disolución y los bajos costes de recuperación del proceso hacen esperar una definitiva ventaja económica del uso de bromo sobre el cianuro. La lixiviación genera como productos finales sales de bromo, por lo que no existe la necesidad de destoxificar la solución lixivante para su descarga. Así mismo, es posible regenerar y recircular la solución lixivante, haciendo más rentable el proceso. Los estados de valencia más estables en las sales de bromo son  $5+$  y  $1-$ .

Las desventajas que presenta el empleo de bromo son el alto consumo de reactivo y la interferencia en las técnicas de absorción atómica y cromatográficas (ICP). (Caravaca, 1993)

Además el bromo esta sujeto a reducción por compuestos sulfurados, por lo que hace necesario una pre oxidación del mineral por tostación. Existe también la necesidad de grandes excesos del ion bromuro para solubilizar la plata, por lo que estas medidas actúan en detrimento de la economía del proceso y provocan complicaciones operacionales.

Para disminuir el problema de la solubilidad de la plata, se propone añadir un agente complejante adicional, siempre que este sea compatible con el bromo. (Galarza, 1995)



La lixiviación es una técnica tan aprovechada que ha sido desarrollada en función de las características del mineral. A continuación describiremos ciertos tipos de lixiviación de acuerdo a la variación de algunos parámetros:

De acuerdo a los tratamientos realizados al material, el proceso de lixiviación puede ser directo o indirecto:

En la lixiviación directa se pone en contacto el disolvente con el mineral nativo.

En la lixiviación indirecta se pone en contacto el disolvente con el material previamente tratado. El pretratamiento se realiza para modificar el contenido del material a fin de lograr un producto soluble.

La lixiviación por soluciones ácidas se puede dividir en ácida o neutra según el pH de la solución obtenida. Si es respectivamente menor o mayor a 4,5.

Una solución ácida se logra con un exceso de ácido en relación a la cantidad de material. Bajo estas condiciones se obtiene una gran cantidad de impurezas debido a la disolución de otros minerales.

Una solución neutra se logra con una deficiencia de ácido y exceso de material. Este tipo de solución contiene pocas impurezas y son realizadas en un mayor tiempo.

De acuerdo a la extracción de los minerales la lixiviación puede ser:

Lixiviación selectiva: consiste en la separación del mineral de interés del resto de componentes del material, mediante su disolución y dejando a los componentes insolubles en la torta o a la inversa. Las condiciones de operación elegidas dependen de las propiedades del mineral y de sus componentes.

La lixiviación colectiva: consiste en la disolución de todos los minerales existentes en el material, en tal cantidad y concentración del disolvente que garantice la completa disolución.

En este tipo de lixiviación gobiernan factores cinéticos y termodinámicos de equilibrio.

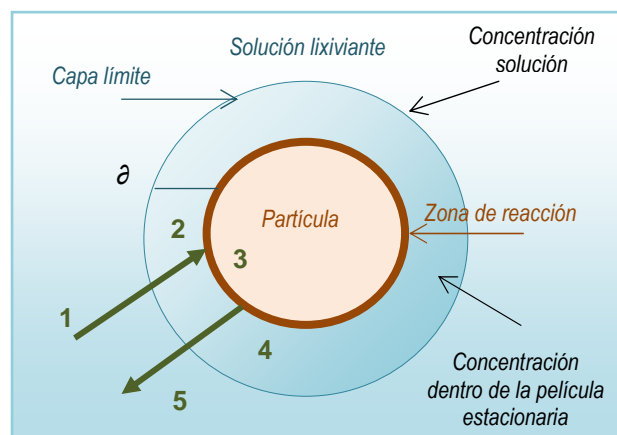
- Los factores termodinámicos de equilibrio más utilizados son: concentración del disolvente y temperatura de lixiviación. Los cuales pueden ser distinguidos en los diagramas de Pourbaix.
- Los factores cinéticos se toman en cuenta, cuando existen impurezas de la mena que son insolubles en el disolvente, o cuando su velocidad de disolución es inferior a la del mineral de interés, ya que se obtienen soluciones con menos impurezas y en menor tiempo.

No obstante cuando las impurezas son solubles en el disolvente y la velocidad de disolución es parecida, debido a un tratamiento previo o a sus características, la realización de la lixiviación selectiva obliga a tener en cuenta factores termodinámicos de equilibrio.

Para entender la influencia de los factores cinéticos en la lixiviación se analizará el mecanismo de reacción.

### Mecanismo de la lixiviación:

El mecanismo de lixiviación de una partícula de mineral presenta diferentes etapas. Estas etapas se esquematizan en la figura 1.3 para el caso de una partícula esférica.



**Figura 1.3.** Difusión a través de una película estacionaria que rodea a la partícula

Las etapas son:

1. Difusión del reactivo lixivante a través de capa límite hacia superficie de la partícula.
2. Difusión del reactivo lixivante en el interior de la partícula hacia la zona de reacción.
3. Reacción química.
4. Difusión de los productos solubles desde el interior de la partícula hacia la superficie de ésta.
5. Difusión de los productos solubles a través de la capa límite hacia el seno de la solución.

La secuencia de estas etapas determina la velocidad de lixiviación. Inicialmente la velocidad de lixiviación es alta debido a la inexistencia de los fenómenos de difusión y al dominio de la reacción química que ocurre en la superficie de la partícula.

Con el tiempo la velocidad de lixiviación decae porque la superficie de reacción se aleja de la superficie de la partícula y entonces los reactivos y productos toman más tiempo en difundirse al interior de la partícula.

En el mecanismo de reacción de lixiviación se pueden presentar dos casos extremos:

Cuando la velocidad de lixiviación está controlada por la velocidad de difusión del reactivo lixivante a través del sólido. Es decir la difusión de los reactivos hacia la superficie de reacción se torna lenta debido a la dificultad de difusión (etapa 2).

Cuando la velocidad de lixiviación está controlada por la velocidad de reacción entre el reactivo lixivante y la especie mineral. Es decir los productos de la reacción tardan en difundirse por la capa de formada alrededor de la partícula (etapa 3).

Ambos casos pueden ser activados o acelerados por incremento del contacto entre la partícula y la solución o por elevación de la temperatura.

Para incrementar el contacto entre la partícula y la solución es conveniente agregar un dispositivo que brinde agitación. Pero se debe tomar en cuenta que existen partículas tan finas de sólido, cuya intercapa no resulta afectada ni con gran agitación originando problemas cinéticos, no solo en la lixiviación sino también en la separación de fases.

Las dimensiones de las partículas a lixiviar nos permite modificar las condiciones de contacto entre el material y el disolvente, y es obvio que a menor tamaño, el contacto es mayor y se realiza en menos tiempo, por ello se considera, como norma general, que se debe alcanzar el tamaño de liberación de la especie mineralógica que se intenta solubilizar o por lo menos estar en condiciones muy próximas. El tamaño óptimo de las partículas representa un equilibrio entre la cinética (debido al aumento de su superficie) y la dificultad práctica de lixiviar.

Para incrementar la solubilidad de ciertos compuestos metálicos, la temperatura de la solución generalmente debe ser un poco más elevada que la del ambiente, evitando que se produzca la evaporación del disolvente.

Dentro de los factores que afectan el tiempo de la reacción está la temperatura de la solución. Cuyo aumento acelera la mayor parte de las reacciones elementales de manera mas efectiva que el aumento de concentración de los reactantes.

Si representamos a la lixiviación en coordenadas de tiempo y cantidad de sólidos solubilizados. Observamos que a medida que la extracción del metal se va completando se precisa más tiempo para solubilizar una misma cantidad en peso de material, por ello, existe un compromiso económico entre la pérdida del metal en el insoluble debido a una incompleta extracción; y la pérdida de capacidad de la planta, por alargar el tiempo de lixiviación.

Este aumento de tiempo en las últimas etapas de la lixiviación, es debido a varias causas: una de ellas, es la reducción en la velocidad de difusión y la otra, es la menor concentración de los reactivos.

La reducción en la velocidad de difusión puede justificarse si al desprenderse de la masa sólida los compuestos solubles dejan en ella pequeñas cavidades o poros rellenos con el disolvente saturado que permanece estático en ellas, ya que la agitación tiene poco efecto en estos espacios, y a pesar de que la capa líquida no reactiva o intercapa, tiene menor espesor que al comienzo de la lixiviación, la velocidad de difusión a través de ellas es mucho menor.

La cuestión de la calidad y concentración de la solución depende de varios factores, principalmente de la composición química y mineralógica de la mena. Tanto de la forma de presentarse el metal como la ganga, y la selectividad del ataque. Tanto más selectivo cuanto menor es la concentración del disolvente.

### **Diagramas de Pourbaix del vanadio, níquel y hierro**

Los diagramas de Pourbaix dan una guía de la estabilidad de un metal en un entorno específico, es decir muestran las especies acuosas dominantes y las fases sólidas estables enmarcadas en ciertas condiciones de voltaje y pH. Además estos diagramas permiten visualizar la posibilidad de reacciones sin tener que recurrir al cálculo termodinámico para los fenómenos que ocurren en medio acuoso.

Los diagramas de Pourbaix también son conocidos como diagramas Eh-pH debido a la rotulación de los dos ejes.

En el eje horizontal se encuentra el potencial hidrógeno (pH) que constituye el logaritmo negativo de la concentración de iones hidrógeno presentes en la solución donde ocurre la reacción. Mientras que en el eje vertical se encuentra el potencial de voltaje (Eh)

Una importante restricción en la aplicación de los diagramas, es que predicen el desarrollo de un fenómeno pero no la velocidad con que éstos ocurren. En la práctica las velocidades de reacción pueden variar desde valores tan altos que son controlados por limitaciones en la transferencia de masa, a valores tan bajos que requieren períodos geológicos para observar en forma directa el fenómeno.

La cinética extremadamente lenta en algunas reacciones conduce a que algunas fases sólidas existan en condiciones fuera de su rango de estabilidad termodinámica o que fases sólidas no se formen en condiciones termodinámicas favorables y lo hagan otras en su lugar (fases metaestables). En este caso, es útil utilizar diagramas Eh-pH modificados que consideren las fases metaestables. (Cáceres, 2000)

Si bien estos diagramas se pueden extraer de cualquier sistema químico, es importante señalar que la adición de un agente de unión al metal a menudo modificará el esquema.

Además, la temperatura y la concentración de iones en disolución solvatada cambian las líneas de equilibrio.

### **Diagramas de Pourbaix del vanadio**

Es un metal gris y duro cuya temperatura de fusión es 1 900 °C. Relativamente poco abundante en la corteza terrestre (aproximadamente 0,02%) sin embargo, está presente en un número muy grande de minerales.

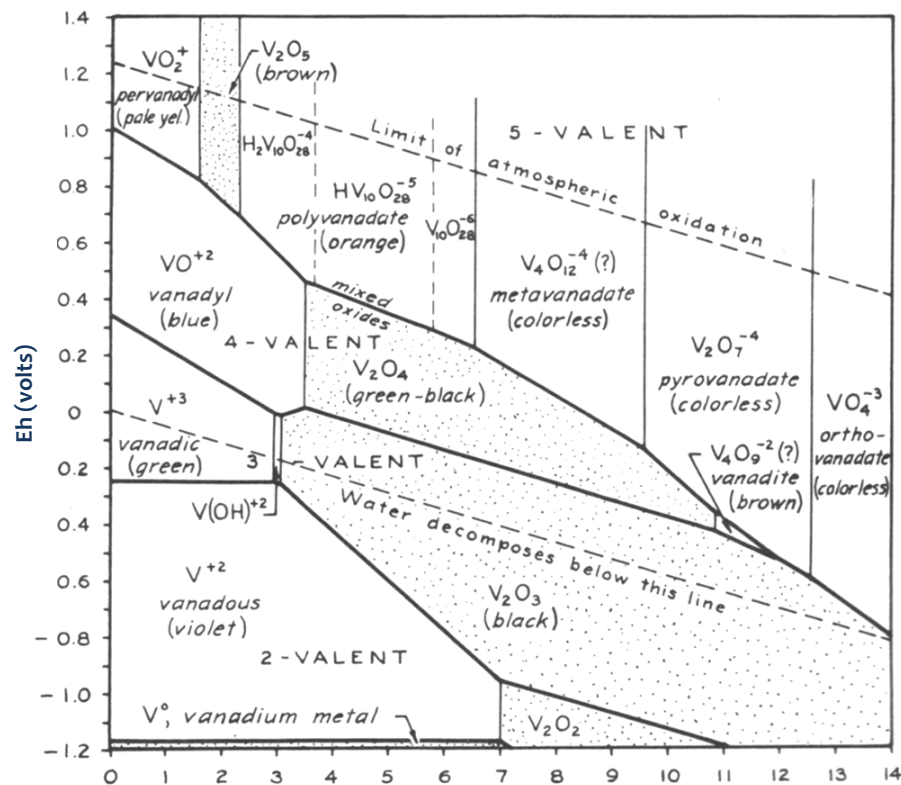
Es soluble en agua regia, ácido nítrico y sulfúrico concentrado.

El vanadio presenta diferentes números de oxidación 2+, 3+, 4+, 5+ o 7+. Y al igual que los cationes con cargas iguales o superiores a 4+ muestra un comportamiento particular con pequeñas diferencias.

Los iones altamente cargados tienen tanta afinidad por el oxígeno que ellos se convierten en complejos aniónicos estables como: vanadatos, vanaditas etc.

A altas temperaturas el metal reacciona con prácticamente todos los no metales especialmente con el oxígeno, nitrógeno y carbono.

El comportamiento del vanadio en solución puede ser visualizado en la siguiente figura.



**Figura 1.4.** Diagrama de Pourbaix del vanadio  
(Garrel, 1950)

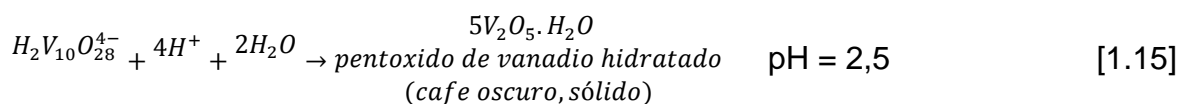
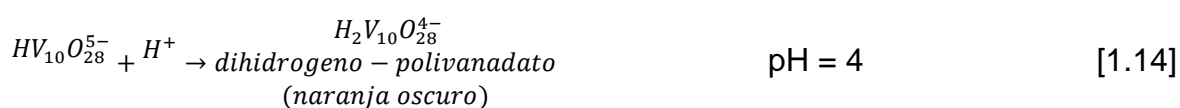
De acuerdo al diagrama de Pourbaix se puede observar que:

En soluciones extremadamente ácidas ( $\text{pH} < 2$ ) el  $\text{V}^{5+}$  existe como complejo catiónico  $\text{VO}_2^+$  mientras que en soluciones extremadamente alcalinas ( $\text{pH} = 14$ ) se lo encuentra como un ortovanadato  $\text{VO}_4^{3-}$ . Además se pueden encontrar precipitados de  $\text{V}_2\text{O}_4$ ,  $\text{V}_2\text{O}_3$  y  $\text{V}_2\text{O}_5$  a diferentes condiciones de potencial en un rango de  $\text{pH}$  entre 2 y 12.

Para estudiar el comportamiento del vanadio se presenta una secuencia de reacciones que justifican la presencia de complejos iónico-metálicos. Esta serie de transformaciones toman lugar desde un ión simple ( $\text{VO}_4^{3-}$ ) encontrado en un ambiente alcalino hasta un ión encontrado en un ambiente ácido.

$$\text{pH} = 13$$

$$[1.10]$$



Las reacciones para formar aquellos complejos son tan lentas como sus reacciones reversibles. Por lo tanto es imposible lograr un equilibrio entre las especies de vanadatos en el laboratorio por inicio en una solución ácida y neutralizada.

En general las sales metálicas alcalinas simples de vanadio son bastantes solubles, mientras que las sales divalentes son mucho menores. Sin embargo algunos compuestos con cationes mezclados como la carnotita de potasio uranil vanadato, son minerales raramente persistentes. (Garrel, 1950)

### Diagramas de Pourbaix del níquel

Es un metal duro, de aspecto blanco plateado, maleable y dúctil, que puede presentar un intenso brillo. Tiene propiedades magnéticas por debajo de 345 °C y se funde a 1 455 °C.

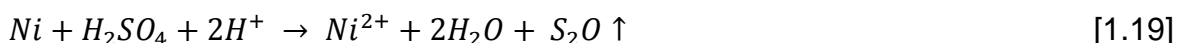


Forma fundamentalmente compuestos divalentes, aunque se dan casos en estados de oxidación formales que varían entre 1- y 4+. La mayoría de sus sales, presentan color verde o azul, y están generalmente hidratadas. (UPME, 2009)

Se disuelve en ácido clorhídrico con desprendimiento de hidrógeno, como se observa a continuación:

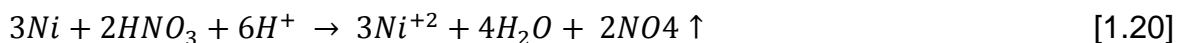


El ácido sulfúrico concentrado caliente también disuelve al níquel con formación de dióxido de azufre.



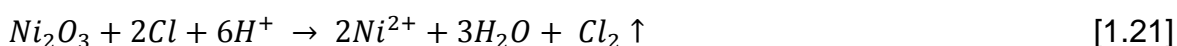
Estas reacciones se aceleran si se calientan las soluciones.

El ácido nítrico diluido y concentrado disuelve fácilmente al níquel en frío.

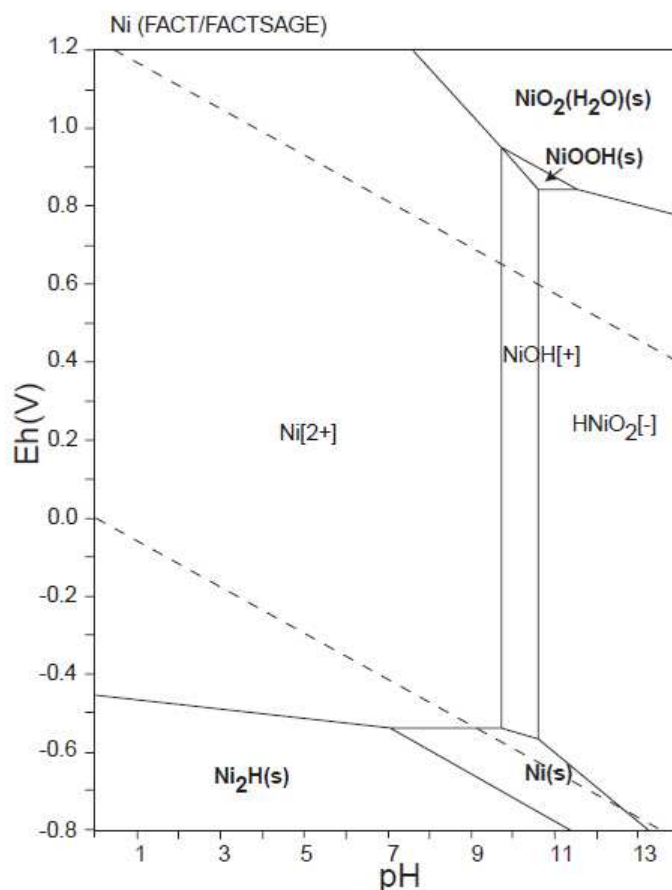


Las sales estables de níquel (II) derivan del óxido de níquel (II), NiO, que es una sustancia verde. Las sales de níquel (II) disueltas son verdes debido al color del complejo hexacuoniquelato (II)  $[Ni(H_2O)_6]^{2+}$ , sin embargo, para abreviar, este será considerado como el ión simple (II)  $Ni^{2+}$  También existe el óxido de níquel (III)  $Ni_2O_3$ , negro anaranjado, pero este se disuelve en ácidos formados iones níquel (II). (Vogel, 2000)

Con ácido clorhídrico diluido esta reacción da cloro gaseoso.



A continuación se presenta el diagrama de Pourbaix correspondiente al níquel en solución. El cual brinda una idea de la existencia de diferentes complejos de acuerdo al potencial de oxidación y pH de las soluciones.



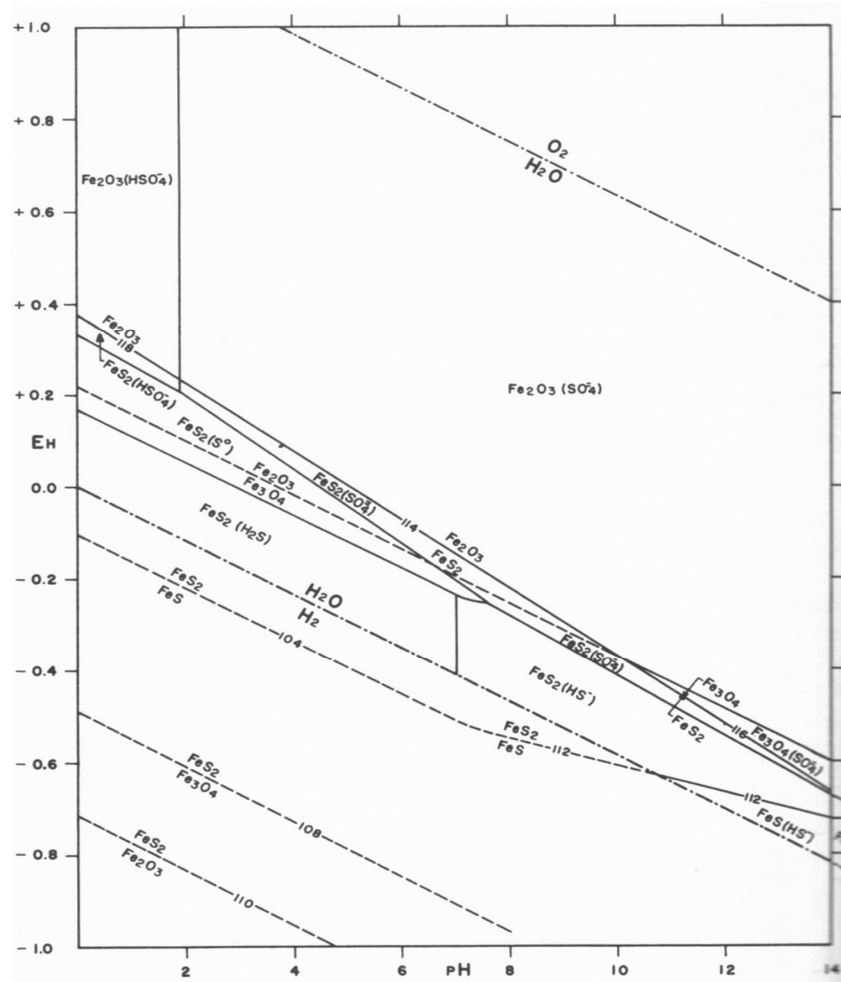
**Figura 1.5.** Diagrama de Pourbaix del níquel  
(Takeno, 2005)

En la figura 1.5 se muestra que los óxidos e hidróxidos de níquel son relativamente solubles bajo condiciones ácidas como se indica en el área  $Ni^{2+}$ , mientras que a condiciones alcalinas el níquel se encuentra como  $HNiO_2^-$ .

### Diagramas de Pourbaix del hierro

El hierro, es un mineral metálico abundante en la naturaleza, aunque es raro en su forma nativa, su forma metálica no se encuentra en la naturaleza, dada la facilidad con que se oxida (PDVSA-Intevp, 1997).

A continuación se presenta el Diagrama de Pourbaix del hierro, en donde se presentan las diferentes especies formadas con el azufre.



**Figura 1.6.** Diagrama de Pourbaix del hierro.  
(Garrel, 1950)

El diagrama proporciona un resumen de las reacciones de transferencia de electrones, protones o ambas, que se producen debido a condiciones termodinámicas favorables entre especies de hierro y azufre contenidas en solución a 25 °C y 1 atm.

### **1.3.1.3 Técnicas de confinamiento de seguridad**

La aplicación de estas técnicas brinda la posibilidad de disponer los residuos peligrosos de una forma segura en rellenos sanitarios o llegar a utilizarlos como materias primas en materiales de construcción. (Pardo, 2005)

#### **La estabilización y solidificación**

La estabilización y solidificación tienen como objetivo inmovilizar los componentes tóxicos de los residuos peligrosos, para prevenir la lixiviación de los residuos una vez eliminados. La inmovilización se logra al reducir la solubilidad de los componentes de los desechos mediante el aislamiento físico y disminución de su área superficial. Esta técnica ha sido estudiada y aplicada extensivamente con el fin de reducir la movilidad de los contaminantes al medio externo utilizando diferentes agentes aglomerantes que encapsulan física y químicamente los contaminantes dentro de una matriz solidificada.

Las tecnologías de estabilización y solidificación son usadas a menudo para tratar los residuos de otros procesos de tratamiento, como las cenizas volantes de la incineración o los lodos de la precipitación de metales pesados. Estas tecnologías son más convenientes para tratar residuos inorgánicos. Los componentes orgánicos de los residuos pueden hacer que la utilización de estas técnicas de estabilización y solidificación resulten inseguras e inadecuadas.

Las tecnologías de estabilización y solidificación son eficaces para tratar una serie de residuos inorgánicos de difícil manejo. Tales tecnologías pueden ser usadas para residuos que contienen mezclas de contaminantes, y pueden tratar económicamente grandes volúmenes de residuos. Sin embargo, ciertos componentes de los residuos pueden interferir con las reacciones y el asentamiento de los conglomerantes de solidificación usados.

La técnica de estabilización-solidificación permite:

- Minimizar la migración de los contaminantes al medio ambiente
- Reducir el nivel de toxicidad del residuo
- Mejorar el manejo y las características físicas del residuo
- Disminuir la superficie de transferencia de material contaminante
- Limitar la solubilidad de cualquier contaminante presente en el residuo
- Disminuir la compresibilidad

La química del tratamiento de estabilización y solidificación (E/S) de residuos es compleja. La selección de un conglomerante de solidificación conveniente depende de la correcta predicción de las complejas interacciones entre los componentes de los residuos y los conglomerantes, que aseguren resultados razonables y fiables. Aunque no haya ninguna guía fija para seleccionar satisfactoriamente un conglomerante, el método de tratamiento y el régimen de eliminación, un programa de pruebas bien estructurado basado en el conocimiento de los mecanismos implicados en los sistemas de E/S disminuirá las dudas.

Dentro de los mecanismos de estabilización se usa la macro encapsulación. En la cual los constituyentes del residuo peligroso quedan atrapados físicamente en la matriz estructural de mayor tamaño, es decir, los constituyentes del residuo peligroso se retienen en los poros del material estabilizante.

La importancia de lograr una proporción adecuada de residuos y reactivos evita la descomposición del bloque y la migración de los contaminantes estabilizados.

Existen factores medioambientales que pueden afectar la integridad del bloque, como son: ciclos repetitivos de humectación-deseccación, congelación-deshielo, penetración de fluidos de percolación y tensiones físicas de carga.

Los materiales comúnmente utilizados en la estabilización son:

- Aglomerante: el cual aumentan la resistencia asociada a la estabilización
- Sorbente: el cual retienen los contaminantes de la matriz estabilizada

## Cal

La cal es un estabilizante de lodos metálicos y contaminantes inorgánicos. Reacciona con los materiales presentes en el residuo para obtener silicato cálcico, alúmina cálcica o aluminosilicato cálcico hidratado.

## Cemento

Forma parte de una mezcla hidratada entre residuo y agua. Como producto de la hidratación se origina una estructura cristalina de aluminosilicato cálcico. Este tipo de estabilización se adapta mejor a los residuos inorgánicos que contienen metales pesados. El pH elevado del cemento, logra que los metales puedan ser retenidos como hidróxidos insolubles o carbonatos en la estructura cristalina endurecida.

Metales como: plomo, cobre, zinc, estaño y cadmio se unen probablemente a la matriz por fijación química, formando compuestos insolubles, mientras el mercurio es retenido por la microencapsulación física. (Olivo, 2006)

En el caso de los contaminantes orgánicos, en los cuales interviene la hidratación, son difíciles de estabilizar, puesto que reducen la resistencia final y la formación de la estructura cristalina originando un material amorfo. Por ende para mejorar el proceso de estabilización se incorpora ciertos aditivos como arcillas naturales, modificadas orgánicamente, vermiculita y silicatos de sodio solubles. (Olivo, 2006)

Ventajas de la estabilización con cemento:

- Conocimiento de su tecnología, manejo, mezcla, fraguado y endurecimiento
- Accesible costo de los equipos
- Estabilización con agua
- Aceptación de variaciones en la composición química del residuo

Desventajas de la estabilización con cemento:

Sensibilidad a la presencia de ciertos contaminantes que pueden retardar o inhibir su hidratación, fraguado y endurecimiento (Olivo, 2006).

#### **1.3.1.4 Investigaciones realizadas en orden de valorizar los residuos de la combustión del fuel oil residual**

Existen varios estudios que buscan valorizar los residuos de la combustión de fuel oil mediante la recuperación de minerales de interés económico. A continuación se presenta una recopilación de diferentes investigaciones realizadas en busca de recuperar níquel y vanadio.

##### **Concentración de vanadio y níquel en cenizas volantes por combustión controlada**

En esta investigación se aplicó la combustión controlada como un proceso de preconcentración que permitió elevar los niveles de V y Ni en las cenizas, para su posterior lixiviación. La calcinación como técnica pirometalúrgica permitió oxidar los compuestos volátiles y descomponer el material orgánico presente en las muestras.

En esta investigación se calcinó diferentes muestras de cenizas con diversos tamaños de partícula 370-160, 160-96 y 96-74  $\mu\text{m}$  a diferentes temperaturas 400, 500 y 600  $^{\circ}\text{C}$  durante 60, 90 y 120 min.

Los diferentes ensayos demostraron que las cenizas volantes con un tamaño de partícula entre 370-160  $\mu\text{m}$  calcinadas a 500  $^{\circ}\text{C}$  durante 120 min lograron una concentración de 81%. (González *et al*, 2004)

##### **Tostación clorurante de cenizas volantes de arenas de alquitrán**

Con el objetivo de recuperar vanadio se estudió el efecto de la tostación clorurante sobre las cenizas volantes de arenas de alquitrán (petróleo crudo extra pesado).

Las cuales fueron tostadas con el fin de modificar su contenido y mejorar la lixiviación en agua.

En este estudio se utilizó cenizas volantes libres de carbón las cuales fueron sometidas a una tostación clorurante durante 2-3 horas a 850-900 °C con adiciones de NaCl del 20 al 30% para posteriormente ser lixiviadas en agua. En este ensayo se logró una solución de 12-20 g/L de vanadio, 0,3-0,6 g/L de molibdeno, 3,2 g/L de potasio, 10 g/L de sodio y 150 mg/L de Al, Fe, Ni, Si y Ti. Así se recuperó del 75 al 85% de vanadio.

Ensayos paralelos demostraron que las muestras tostadas y lixiviadas en una solución 100 g/L de carbonato de sodio lograron mayor selectividad del vanadio en comparación a los ensayos realizados con agua. De esta manera se incrementó la recuperación de vanadio 2-7%.

Consecutivamente en las cristalizaciones se comprobó la formación de aluminio silicatos (albita y hauynita), fases de hierro, titanio (pseudobrookita y hematita) a partir de la fase metálica de la muestra. Se demostró que la tostación con NaCl y lixiviación con agua genera este tipo de productos.

Así, se concluyó que la insolubilidad del vanadio y molibdeno se debe a la asociación con aluminio silicatos. Mientras la insolubilidad del níquel correspondió a la asociación con hierro y titanio. (Holloway y Etsell, 2004)

### **Estudio para la recuperación de vanadio a partir de cenizas volantes mediante la tostación alcalina**

Mediante un estudio realizado se determinó la combinación de diferentes procesos para recuperar vanadio a partir de las cenizas volantes generadas por la combustión del fuel oil. Estos procedimientos fueron: molienda en húmedo, tostación alcalina, lixiviación en agua, filtración, precipitación y oxidación.

En la molienda húmeda (50% de sólidos) a pesar de la reducción de la capacidad y potencia del equipo, se recuperó 40% del vanadato de sodio en solución.

A partir de dicha solución se consiguió un producto rojo cargado de vanadio, mediante el calentamiento a 75 °C, oxidación con NaClO<sub>3</sub> y precipitación (pH 1,5).



Por otro lado la torta remanente fue sometida a una lixiviación alcalina con NaOH durante 10 min a 160 °C, una tostación durante 30 min a 400 °C y una lixiviación en agua durante 30 min a 90 °C hasta obtener una solución de vanadato de sodio. En donde la nueva solución al ser mezclada con ácido sulfúrico a 90 °C hasta un pH de 1,5 alcanzó un precipitado que posteriormente fue fundido a 800 °C hasta obtener un compuesto de  $V_2O_5$  con una pureza del 97%. (Cheong *et al*, 1980)

### **Efecto de las variables operacionales en la lixiviación ácida de metales pesados presentes en las cenizas volantes**

En la presente investigación se analiza la influencia de diferentes variables operacionales en la recuperación de níquel y vanadio. Las variables operaciones son: temperatura de la solución, tamaño de partícula, agente ácido lixivante, concentración del agente en solución y tiempo de agitación.

Como resultado del estudio se detallan las siguientes condiciones de operación:

Con una lixiviación de ácido sulfúrico al 20%, a 40 °C y una muestra original durante 6 horas de contacto se logra una solución de 4 230 mgV/L.

Con ácido nítrico al 20%, 50 °C y muestra original durante 6 horas de contacto se obtiene una solución con una concentración máxima de 3869 mgV/L.

Con ácido clorhídrico al 20%, 50 °C y muestra original durante 4 horas de contacto se logra una concentración máxima en solución de 4 290 mgV/L (con una extracción del 100%).

En el caso del níquel, las condiciones operacionales fueron:

Con una lixiviación con ácido sulfúrico al 20%, 40 °C y muestra original durante 2 horas de contacto se obtiene una solución con 294,50 mgNi/L.

Con ácido nítrico al 20%, 50 °C y una muestra original durante 6 horas de contacto se logra solución de 325 mgNi/L.

Con ácido clorhídrico al 20%, 50 °C y una muestra original lixiviada durante 6 horas se logra una solución de 373,50 mgNi/L. (Piña *et al*, 2004)

## **Extracción de níquel y vanadio a partir de cenizas de caldero mediante un proceso de lixiviación y precipitación**

Para valorizar las cenizas volantes provenientes de calderos de estaciones de poder se estudió la recuperación de níquel y vanadio, mediante un proceso de lixiviación y precipitación.

Inicialmente las cenizas alcanzaron un 20% de vanadio y 22% de níquel. Las cuales fueron sometidas a una lixiviación con ácido sulfúrico a baja presión mediante el uso de un autoclave.

La cercanía de los pH de precipitación entre el hierro y el vanadio provocaron cierta dificultad. Planteando una oxidación para transformar al hierro en sulfato básico y manteniendo al vanadio y níquel en solución.

La solución cargada de níquel y vanadio posteriormente se trató hasta precipitar al vanadio como hidróxido. Cuyo producto fue calcinado para obtener  $V_2O_5$ . (Amer, 2002)

## **Aplicación de la lixiviación ácida y básica a cenizas de fuel oil**

En este ensayo se investigó la remoción de vanadio a partir de cenizas volantes producidas por la combustión de fuel oil en calderos, mediante la aplicación de diferentes técnicas: lixiviación, extracción por solventes y precipitación.

En la lixiviación se probaron diferentes condiciones de pH, con dos diferentes agentes: hidróxido de sodio y el ácido sulfúrico. Se prefirió al hidróxido de sodio como agente lixivante debido a su selectividad por el vanadio

Como segunda etapa se propuso una precipitación en lugar de la extracción por solventes debido a la selectividad y eficiencia, se logró así un vanadato de amonio. La precipitación se desarrollo en dos pasos: elevación del pH hasta un valor de 8 para lograr la precipitación del aluminio y la adición de cloruro de amonio hasta llegar a pH=5 para la obtención de vanadio (Navarro 2006).

### **Recuperación de vanadio por lixiviación ácida de las cenizas de fuel oil.**

En dicha investigación se analizó la recuperación de vanadio en forma de pentóxido de vanadio ( $V_2O_5$ ) a partir de las cenizas volantes del fuel oil utilizado en la planta eléctrica "Ramón Laguna" situada en Maracaibo-Venezuela

Se analizó el proceso de lixiviación con los ácidos sulfúrico y nítrico en concentraciones de 50, 30 y 20% (v/v) y con ácido oxálico en concentraciones de 0,5; 1,0 y 2,0% (p/p).

Los ensayos indican que la mayor recuperación de vanadio se logró en muestras con granulometría entre 40-90 mesh, durante 6 horas de agitación usando como solución lixivante: ácido sulfúrico al 20%, y temperaturas 70-90 °C; ácido nítrico al 20% y 85-90 °C y ácido oxálico al 2% y 60 °C. (Valbuena, 2000)

### **Recuperación de vanadio y níquel de cenizas volantes de aceites pesados mediante un proceso de lixiviación de dos etapas.**

En la presente investigación se estudió la recuperación de vanadio y níquel a partir de cenizas volantes provenientes de la combustión de aceites pesados, mediante un proceso de lixiviación de dos etapas, llevados a cabo a presión atmosférica y sin calcinación de las cenizas.

En el primer paso se realizó una lixiviación con cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ ) para disolver al níquel y como segundo paso se realizó una lixiviación con carbonato de sodio ( $Na_2CO_3$ ) para disolver al vanadio.

A partir del licor lixivante cargado con vanadio se procedió a concentrar la solución con un solvente llamado tri-n-octil amina (TOA), el cual permitió una concentración mayor a 15 veces el contenido inicial de la solución.

Finalmente esta solución concentrada se cristalizó con  $NH_4Cl$  en forma de cristales de  $NH_4VO_3$

Mientras que la solución cargada con níquel fue precipitada con sulfuro de sodio ( $Na_2S$ ). La recuperación total de níquel fue de 87% y de vanadio del 78%. (Akita, 1995)

### 1.3.2 IMPORTANCIA ECONÓMICA DE LA RECUPERACIÓN DE NÍQUEL Y VANADIO

Existen diferentes parámetros que sirven para determinar la rentabilidad de la recuperación de un mineral en función de su concentración en la mena.

Estos criterios varían con el tiempo en función de los adelantos tecnológicos desarrollados para su concentración y extracción. En la tabla 1.6 se muestran las concentraciones mínimas requeridas para la recuperación de dichos metales.

**Tabla 1.6.** Concentración de minerales en la mena

Mineral	Concentración del mineral en el material (para su concentración)	Concentración del mineral en el concentrado(para su extracción)
Al	30% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	50% de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Cu	0,9% en los pórfidos	6%
Cr	10-20% Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	40% Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Fe	25%	
Sn	1-8%	60%
Mg	0,13%	12% cloruro, 25% óxido
Mn	25%	40%
Hg	0,4%	2%
Mo	0,5%	50%
Ni	0,5%	2%
Au	1 g/ton	-
Ag	300 g/ton	-
Pb	2%	40%
V	2%	60-90% V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Zn	3%	50%

(Ulacco, 2000)

De acuerdo a los valores presentados en la tabla se demuestra que la recuperación de níquel y vanadio es de interés comercial, debido a que el contenido de los minerales en la escoria y cenizas volantes se encuentran dentro del rango de existencia en el material incombusto. Mientras que el contenido de hierro en el material no justifica recuperación.

### 1.3.2.1 Importancia económica de la recuperación de vanadio

Comercialmente se lo emplea en la preparación de aleaciones de acero y fundiciones de hierro. Al cual se le confiere ductibilidad y resistencia al choque. (Odetti y Bottani, 2006)

### Formas de comercialización

A nivel mundial existen diferentes formas de comercialización de vanadio. A continuación se presenta una tabla de precios de los diferentes compuestos.

**Tabla 1.7.** Comercialización del vanadio

Presentación	USD/tm	Detalles
Ferro vanadio 80%	41 887,78	Contenido típico: V 78-82% Si 1,5% max Al 1,5% max C 0,25% max P 0,06% max S 0,05% max
Pentóxido de vanadio 90%	17 637,00	-

(U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Summaries, January 2009)

### Consumo de vanadio

En la tabla 1.8 se puede observar el consumo de vanadio durante el año 2005. En la cual se observa que la industria del acero consume alrededor del 90% del vanadio producido.

**Tabla 1.8.** Consumo estimado de vanadio durante el 2005

Industria del acero	90,7%
Otras aleaciones	8,7%
Otros	0,6%

(U.S. Geological Survey, Mineral Commodity Summaries, January 2009)

Si se compara el consumo del vanadio, durante el 2005, en diferentes industrias del acero en Alemania, Japón y los Estados Unidos, se determina que el consumo del 20% del vanadio es responsable de las industrias de Alemania y Japón. Mientras que el consumo de Estados Unidos representa un 10%.

Aceros especiales para automóviles consumen el 47% del vanadio que ingresa a Japón. El consumo de vanadio en Alemania y Estado Unidos se debe a la manufacturación en aceros inoxidables

### **Fuentes de recuperación**

El vanadio puede ser recuperado de varias fuentes:

- Escoria procedente de la manufacturación del acero
- Cenizas producidas por la quema de diferentes combustibles en plantas termoeléctricas
- Catalizadores usados en diferentes procesos industriales
- Residuos de combustibles

La recuperación de vanadio a partir manufacturación del acero constituye el método más conocido y representa entre el 75-85% de la recuperación mundial. Esta escoria puede contener entre el 10 y 25%  $V_2O_5$  el cual puede ser convertido a vanadato u óxidos de vanadio mediante un proceso de tostación-lixiviación. Alternativamente, esta escoria puede ser convertida en ferrovandio.

La segunda ruta de recuperación se obtiene de minerales que contienen alrededor del 1,8% de  $V_2O_5$ . El cual es recuperado a través de un proceso de tostación-lixiviación en forma de vanadatos u óxidos. Este tipo de recuperación es responsable del 10-15% de la extracción mundial de vanadio.

La tercera ruta de recuperación de vanadio es a partir de las cenizas volantes de plantas termoeléctricas, residuos y catalizadores gastados. En el caso de los catalizadores, el vanadio recuperado es asociado con la recuperación de cobalto,

molibdeno y níquel. Estos procedimientos involucran el 10% de la recuperación de vanadio en el mundo y tiende a aumentar al 18% en los próximos 10 años.

En la figura 1.7 se observa las principales fuentes de vanadio y su localización.



**Figura 1.7.** Principales depósitos de vanadio

### 1.3.2.2 Importancia económica de la recuperación de níquel

El níquel es uno de los metales más usado en ferroaleaciones, pero también tiene otras numerosas aplicaciones, proporciona a las aleaciones dureza, tenacidad, ligereza, cualidades anticorrosivas, térmicas y eléctricas. Se emplea principalmente en aleaciones al níquel y otras, tales como: latones y bronce al níquel, y aleaciones con cobre.

También está muy extendido su empleo en la acuñación de monedas, lingotes, municiones, pellets y polvo. (PDVSA-Intevep, 1997).

## **Mercado del níquel**

Durante el semestre enero-junio de 2010 el precio promedio del níquel alcanzó un valor de 21 211,0 US\$/ton equivalente a un incremento de 81% con relación al primer semestre del año 2009.

## **Consumo**

El níquel es intensamente utilizado en la industria, ya que posee muchas propiedades beneficiosas para distintos fines. Su resistencia a la corrosión, al calor y al frío hacen de este metal un material particularmente adaptable a la tecnología de hoy.

Los factores que hacen al níquel y a sus aleaciones, comercialmente valorables son: su dureza, resistencia a la corrosión, alta ductibilidad, buena conductividad térmica, características magnéticas y sus propiedades catalíticas.

Cuando el níquel es obtenido con un alto grado de pureza, se usa principalmente en aleaciones utilizadas en aplicaciones industriales como: industria automotriz y aeronáutica, transportes marítimos, equipos electrodomésticos y electrónicos, industria alimenticia y química; para la fabricación de monedas, tuberías, chapas, electrolitos, entre otros.

El níquel absorbe 17 veces su propio volumen de hidrógeno y se utiliza como catalizador en un gran número de procesos, incluida la hidrogenación del petróleo.

Las aleaciones son producto de la combinación del níquel con otros metales como hierro, cobre, cobalto, vanadio, etc.; aportando dureza y resistencia a la corrosión, es el caso específico del acero (acero inoxidable, aceros termo-resistentes y aceros especiales). Algunas de las más importantes aleaciones de níquel son la plata alemana, el Invar, el Monel, el Nicromo y el Permalloy.

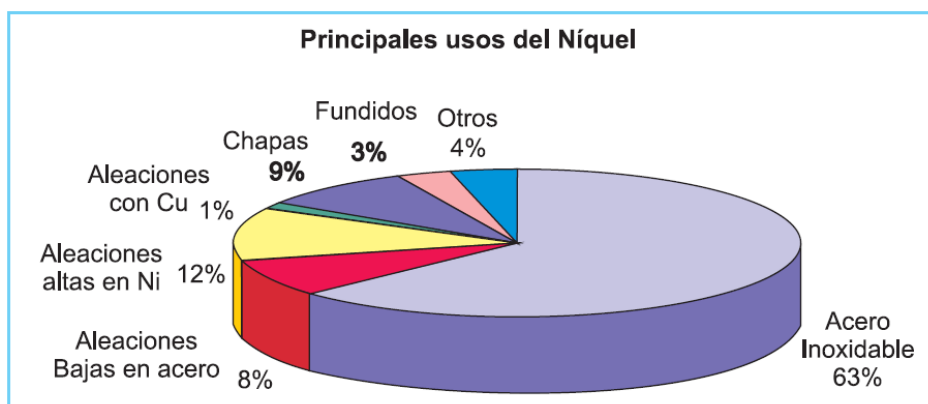


Las monedas de níquel en uso son una aleación de 25% de níquel y 75% de cobre. Es además un componente clave de las baterías de níquel-cadmio.

Por otra parte, el acero inoxidable, producto de una aleación hierro-carbón, puede poseer entre 2 y 4% de níquel, siendo de gran valor en el área de la salud, por sus propiedades higiénicas; y en el hogar, por sus propiedades domésticas en la cocina.

El acero de níquel, también es empleado en piezas de automóviles como ejes, cigüeñales, engranajes, llaves y varillas, en repuestos de maquinarias y en placas para blindajes, éste también se ha usado en aplicaciones prometedoras, como las pilas recargables para los vehículos híbridos y eléctricos y las aleaciones con base en níquel que sirven para las turbinas a gas de alto rendimiento utilizadas en la generación de energía. (UPME, 2007)

A continuación en la figura 1.8 se observa un resumen de los principales usos del níquel.



**Figura 1.8.** Principales usos del níquel  
(UPME, 2007)

#### **Fuentes de recuperación:**

Existen dos fuentes principales del metal:

- Primaria: producido a partir de menas de níquel
- Secundaria: producido a partir del reciclaje de chatarra de níquel, sub-producto de la fabricación de acero o a partir de equipos obsoletos y la escoria.

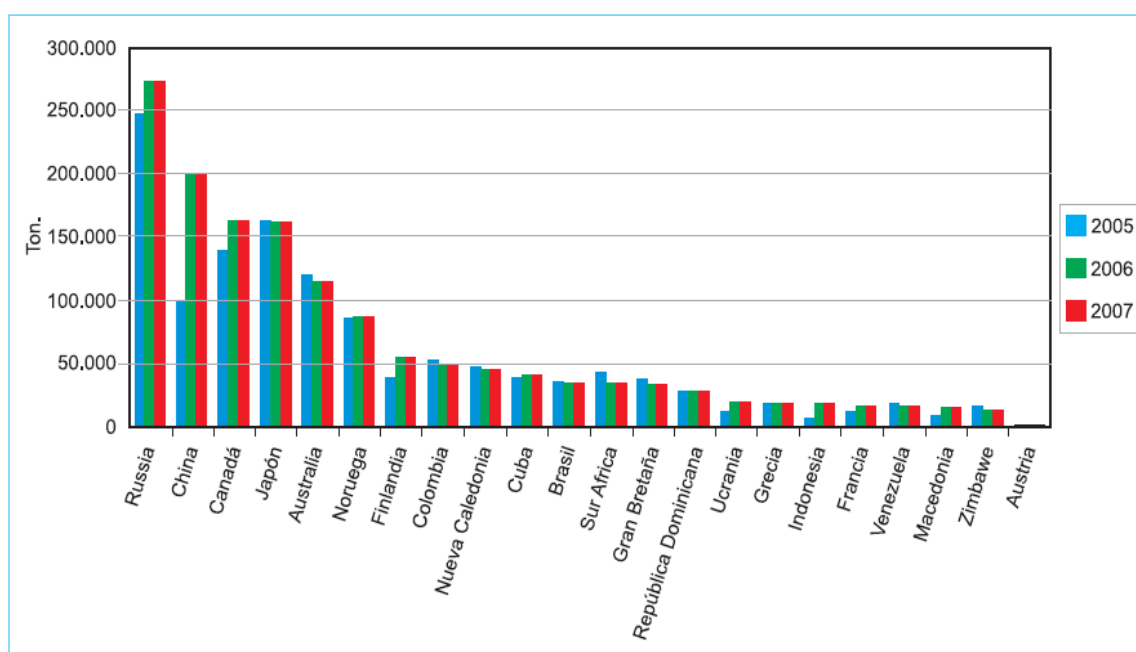
Los productos elaborados a partir de níquel primario se han clasificado en cuanto al porcentaje de níquel que contenga dicho material:

Clase I (definida por el London Metals Exchange -LME), para productos a base de níquel refinado con un contenido igual o mayor al 99,8% níquel

Clase II menores de 99,8% Ni:

Más del 80% del Níquel primario es consumido en unas 3 000 diferentes aleaciones, agrupadas generalmente en acero inoxidable, aleaciones de acero y aleaciones no ferrosas. Cerca del 60% del Ni primario es usado sólo en aleaciones de acero inoxidable.

En la siguiente figura se puede observar el volumen de producción de níquel de diferentes países durante los años 2005, 2006 y 2007.



**Figura 1.9.** Volumen de producción de níquel de los principales países en el período 2005-2007  
(UPME, 2007)

## 2 METODOLOGÍA

El presente trabajo de investigación tiene por objetivo evaluar diferentes métodos de valorización de las cenizas volantes y escoria de incombustos, provenientes de la quema del fuel oil residual, a fin de recuperar los metales de interés económico como vanadio y níquel.

Las muestras fueron recolectadas de un área de disposición de desechos perteneciente a un complejo termoeléctrico que emplea fuel oil residual como combustible. El complejo se encuentra ubicado en la ciudad de Esmeraldas-Ecuador y dispone un promedio de 60 ton/año entre cenizas volantes y escoria de incombustos.

La formación de los estos materiales se producen luego del precalentamiento, atomización y quema del combustible. Esta combustión en el interior del caldero acuatubular genera dos tipos de materiales, los cuales se hallan depositados en las bandejas ubicadas rumbo a la chimenea como cenizas volantes (hollín) y adheridos a los tubos y paredes del caldero como escoria de incombustos. Debido a la composición química compleja de los materiales (escoria y cenizas volantes) se evalúan y combinan diferentes métodos de valorización a fin de recuperar los minerales de interés y disponer adecuadamente sus residuos.

Para la caracterización fisicoquímica y mineralógica de las cenizas volantes y escoria de incombustos se preparó las muestras mediante una clasificación usando la malla No.16 (2 mm), con el fin de separar el material de mayor tamaño constituido por desechos como madera y piezas metálicas.

En el caso de las cenizas volantes solo se aplicó un tamizado con malla No.16 (2 mm). Mientras la escoria de incombustos fue sometida a una reducción de tamaño con el uso de una chancadora de mandíbulas para conseguir un tamaño de partícula menor a 2 mm.

En ambos casos el material de tamaño inferior a 2 mm se homogenizó y cuarteó para ser empleado en los ensayos posteriores.

Los ensayos de lixiviación se desarrollaron en lecho agitado (750 rpm), durante 24 horas, 25% de sólidos con diferentes cantidades (entre 10 y 100 g) de material original y calcinado. En el proceso de lixiviación se obtuvo una solución fuerte producto de la filtración de la pulpa, una solución débil procedente del lavado del sólido residual y una torta remanente cuyo contenido fue analizado por espectrofotometría de absorción atómica. Con los volúmenes de las soluciones fuerte y de lavado, el peso de las tortas se calculó las recuperaciones de los metales.

Las lixiviaciones de las cenizas volantes se desarrollaron con ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), nítrico ( $HNO_3$ ) y clorhídrico (HCl). Y una combinación de calcinación del material y lixiviación con ácido sulfúrico.

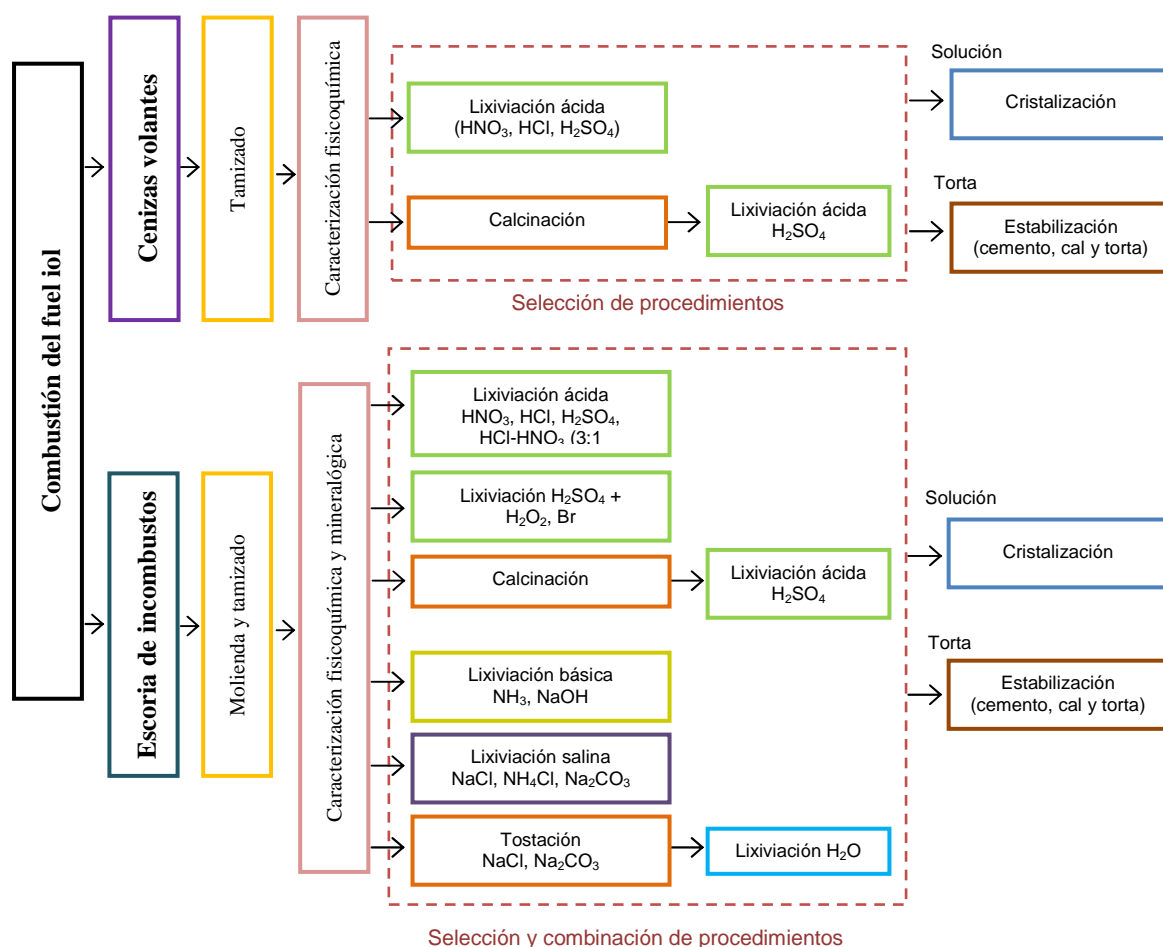
Las lixiviaciones de la escoria de incombustos se desarrollaron con: ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), nítrico ( $HNO_3$ ), clorhídrico (HCl), agua regia ( $HNO_3$ -HCl 1:3), hidróxido de sodio (NaOH), amoníaco ( $NH_3$ ), bromo (Br), peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ), cloruro de sodio (NaCl), carbonato de sodio ( $Na_2CO_3$ ), cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ ) y agua  $H_2O$ . Al término de los ensayos se seleccionó y combinó diferentes técnicas para incrementar la recuperación de vanadio y níquel.

Las soluciones fuertes obtenidas fueron cristalizadas por evaporación de sus solventes mediante el uso de una plancha de calentamiento. El sólido obtenido de este proceso fue analizado por difracción de rayos X.

Para la estabilización de los sólidos residuales de los procesos de lixiviación se efectuaron mezclas de torta-cemento-cal en diferentes proporciones (33-33-33), (40-30-30), (40-40-20), (50-20-30), (50-25-25), (50-30-20), (50-40-10), (60-20-20) y (60-30-10) a fin de cumplir con los límites máximos permitidos en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002 y los estándares U.S EPA

40CFR 261.24, EPA 2003. Una vez fraguadas las mezclas durante 15 días se evaluó la encapsulación de los metales constitutivos mediante el test EPA 1311.

En la figura 2.1 se presenta el esquema de los diferentes métodos de valorización aplicados a las cenizas volantes y escoria de incombustos.



**Figura 2.1.** Esquema de los métodos de valorización aplicados a la escoria de incombustos y cenizas volantes para recuperar vanadio y níquel

## **2.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA Y MINERALÓGICA DE LAS CENIZAS VOLANTES Y LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

Para la caracterización fisicoquímica y mineralógica de los materiales incombustos se preparó las muestras a través de una reducción de tamaño en el caso de la escoria de incombustos y un tamizado para las cenizas volantes.

La escoria de incombusto se redujo de tamaño mediante el uso de una chancadora de mandíbulas y un molino de rodillos a fin de obtener un material con un tamaño de partícula menor a 2 mm. Las cenizas volantes no necesitaron una reducción de tamaño porque el diámetro de partícula original fue menor a 2 mm. Sin embargo se tamizaron en una malla No.16 (2 mm) para separar el material de mayor tamaño (madera y piezas metálicas) del material de interés.

Para la reducción de los problemas de segregación del material se realizó una homogenización sobre hoja. Este método es adecuado para cantidades de material entre 0,001-1 kg con tamaños de partícula menor a 2 mm y consistió en el desplazamiento del espécimen de una extremidad a otra de un soporte flexible y liso como una funda de polietileno de alta densidad.

El muestreo se realizó mediante un cortador de rifles a fin de lograr alrededor de 100 g de cenizas volantes y escoria de incombustos. El cortador de rifles consiste en un recipiente en forma de V que tiene en sus costados una serie de canales que descargan alternativamente en 2 bandejas ubicadas en ambos lados del cortador. El material es vaciado en la parte superior y al pasar por el equipo se divide en 2 fracciones de aproximadamente igual tamaño.

## 2.1.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICA DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Para determinar las propiedades físicas de las cenizas volantes y escoria de incombustos se realizaron pruebas de granulometría, densidad real y aparente en base a metodologías específicas, como se indica a continuación:

### 2.1.1.1 Análisis granulométrico de las cenizas volantes y escoria de incombustos

El análisis granulométrico se realizó empleando la metodología estandarizada con tamices Tyler.

Las muestras fueron sometidas a una separación mecánica por medio de una serie de tamices compuestos por mallas estándar ensamblados a un equipo VIBROMATIZ ATM ARROW.

En el caso de las cenizas volantes se usó la serie expuesta en la tabla 2.1 y para la escoria de incombustos aquella mostrada en la tabla 2.2

**Tabla 2.1.** Serie de tamices usados para el análisis granulométrico de las cenizas volantes

Número de malla	Diámetro del orificio de malla (um)
10	950
18	900
25	710
40	425
60	250
80	180
100	150
150	106
200	75
270	53
325	45
400	38

**Tabla 2.2.** Serie de tamices usados para el análisis granulométrico de la escoria de incombustos

Número de malla	Diámetro de orificio de malla (um)
45	355
60	250
80	180
100	150
150	106
200	75

Se colocó aproximadamente 100 g de muestra en el tamiz superior de la serie y se dejó actuar por 15 minutos. Se pesaron las fracciones retenidas en cada tamiz ( $P_{\text{retenido}}$ ). Con los datos obtenidos se realizó la curva granulométrica y determinó el tamaño de partícula ( $d_{80}$ ) correspondiente al 80% del material pasado.

#### **2.1.1.2 Determinación de la densidad aparente de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

Se taró una probeta de 50 mL, se colocó una cierta cantidad de material (10-20 g) hasta completar un determinado volumen (30-40 mL) y se registró su peso.

Para calcular su valor se dividió el peso del material contenido en la probeta para el volumen alcanzado.

#### **2.1.1.3 Determinación de la densidad real de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

Para determinar la densidad real de las muestras se empleó el método del picnómetro (Norma INEN NTE 0856:1983). Como se indica a continuación: Se pesó el picnómetro vacío ( $W_p$ ) en una balanza analítica (SARTORIUS TE1245), se colocó un gramo de muestra y se registró su peso ( $W_{p+m}$ ). Inmediatamente se



llenó el picnómetro con agua destilada y se anotó ( $W_{p+a+m}$ ). Finalmente se añadió agua al picnómetro y se obtuvo ( $W_{p+a}$ ).

Todos los datos obtenidos se introdujeron en la siguiente fórmula para calcular la densidad de la muestra (g/mL).

$$d = \frac{1}{1 + \left( \frac{W_{p+a} - W_{p+a+m}}{W_{p+m} + W_p} \right)} \quad [2.1]$$

Donde:

- $W_p$  = Peso del picnómetro
- $W_{p+m}$  = Peso del picnómetro + muestra
- $W_{p+a}$  = Peso del picnómetro + agua
- $W_{p+a+m}$  = Peso del picnómetro + agua + muestra

## 2.1.2 CARACTERIZACIÓN QUÍMICA DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Para establecer las propiedades químicas de las cenizas volantes y la escoria de incombustos se realizaron pruebas para determinar el pH, la concentración de Si, Ni, V, Mo, Cd, Ag, Ti, Zn, Cr, Ba, Cu, Fe, Pb, Ca, Mg, Na, K, Al, Hg, Sb, As, caracterización toxicológica mediante el procedimiento EPA 1311 (TCLP 1311), contenido de humedad, material volátil, cenizas, carbón fijo, y escaneo del contenido de la muestra mediante un microscopio electrónico de barrido MEB-EDX (Tescom-Bruker).

### 2.1.2.1 Determinación del pH de las cenizas volantes y escoria de incombustos

Este ensayo se realizó mediante la norma INOLAB pH720. Se peso aproximadamente 20 g de material, se añadió agua hasta constituir una pulpa con 40% de sólidos y se registró su valor mediante pHmetro Hanna HI 98129.

### **2.1.2.2 Determinación de la concentración de metales de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

Para analizar las concentraciones de Fe, Ni, V, Mo, Cd, Ag, Ti, Zn, Cr, Ba, Cu, Pb, Ca, Mg, Na, K, Si y Al se realizó una disgregación ácida en microondas como se detalla: Se redujo de tamaño la muestra durante 1 minuto en un pulverizador (SIEB TECHNIK). Se pesó en un reactor de teflón limpio y seco 1 gramo de muestra, se añadió 3 mL de HF, 3 mL de HNO<sub>3</sub>, 5 mL HCl y se introdujo en el microondas durante 2,5 min a potencia media. La muestra disuelta se aforó en un balón de 50 mL con volumen determinado con agua destilada y se analizó su contenido por espectrometría de absorción atómica mediante un equipo A-Analyst 300 marca Perkin Elmer.

### **2.1.2.3 Caracterización toxicológica de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

La caracterización toxicológica se realizó mediante el procedimiento EPA 1311 (TCLP 1311), en el cual se pesó alrededor de 20 g de material y añadió 400 mL de agua a fin de crear una pulpa con una relación sólido-líquido 1:20. Se midió y reguló el pH de la pulpa con una solución de ácido acético 20% hasta un valor de 4,7. Se sometió a agitación (agitador de hélice), durante 18 horas, filtró y extrajo la solución. Esta solución se envió a análisis por espectrometría de absorción atómica para determinar la concentración de As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se Ag y otros metales de interés como V, Ni y Fe.

### **2.1.2.4 Contenido de humedad de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

Para determinar el contenido de humedad se taró y pesó un crisol de porcelana, al cual se añadió 1 gramo de muestra. Se introdujo el crisol en una estufa (MEMMERT) a 110 °C durante 2 horas y nuevamente se registró su peso.

Para calcular el porcentaje de humedad se comparó la pérdida de peso debido al secado con el peso de la muestra original.

#### **2.1.2.5 Contenido de volátiles de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

En un crisol previamente tarado, se pesó 1 g de muestra. Se tapó e introdujo en una mufla (LINDERG-BLUE M) a 950 °C durante 7 minutos. Posteriormente se sacó el crisol tapado, se dejó enfriar en un desecador y se registró su peso.

Para calcular el porcentaje de material volátil se comparó la pérdida de peso debido al tratamiento térmico con el peso de la muestra original.

#### **2.1.2.6 Contenido de cenizas de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

Se utilizó el mismo crisol y contenido de muestra empleados para la determinación del contenido de volátiles. A este crisol se lo destapó e introdujo en la mufla (LINDERG-BLUE M) a 950 °C durante 2 horas. Una vez completado el tiempo en la mufla, se colocó el crisol en el desecador durante 30 minutos y se registró su peso.

El contenido de cenizas se calculó comparando la pérdida de peso debido a la calcinación con el peso inicial de la muestra.

#### **2.1.2.7 Contenido de carbón fijo de las cenizas volantes y escoria de incombustos**

El contenido de carbón fijo se calcula restando el porcentaje de volátiles y cenizas de un total de 100.

#### **2.1.2.8 Escaneo del contenido de la muestra de escoria de incombustos**

Se analizó el contenido de la una sección de escoria de incombustos. Se extrajo una pequeña sección de material, se pulió e introdujo en alcohol metílico. Una vez seca la fracción de material se sometió a un escaneo mediante un microscopio electrónico de barrido MEB-EDX Tescom con analizador de rayos X Quantax (Bruker).

### **2.1.3 PROPIEDADES MINERALÓGICAS DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

Para identificar los componentes cristalinos de las cenizas volantes y escoria de incombustos, se realizó un análisis por difracción de rayos X (DRX) de cada muestra previamente calcinada.

Se pulverizaron las muestras en un equipo SIEB TECHNIK y un mortero de Agata a fin de lograr un producto estimable para ser colocado en el portamuestras.

Las muestras se analizaron mediante un difractómetro de rayos X, D8advance (Bruker axs), con monocromador  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$ ), barrido desde  $3$  a  $70^\circ$  con pasos de  $0,02^\circ$  y  $1$  segundo por paso. Para la cualificación de los componentes cristalinos se empleó el programa Diffrac Plus.

### **2.2 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ÁCIDA DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES Y CALCINADAS**

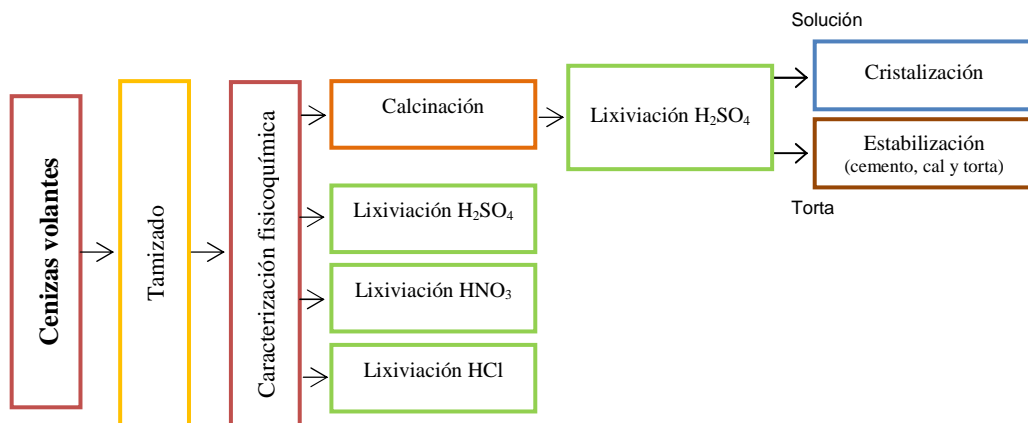
Una vez caracterizadas las cenizas volantes se desarrollaron lixiviaciones a temperatura ambiente  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , en lecho agitado ( $750 \text{ rpm}$ ), durante  $24$  horas,  $25\%$  de sólidos con diferentes cantidades (entre  $10$  y  $100 \text{ g}$ ) de material original y calcinado. Los agentes que se usaron para las lixiviaciones fueron ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y clorhídrico ( $\text{HCl}$ ).

Las calcinaciones de las cenizas volantes se realizaron a  $250$ ,  $350$ ,  $450$ ,  $550$ ,  $650$ ,  $750$ ,  $850$  y  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  en atmósfera oxidante durante  $2$  horas para ser lixiviadas con soluciones de ácido sulfúrico ( $40$  a  $300 \text{ g/L}$ ). De este proceso se obtuvo una solución fuerte producto de la filtración de la pulpa, una solución débil procedente del lavado del sólido residual y una torta remanente (sólido residual).

Las soluciones fueron cristalizadas mediante la evaporación de sus solventes y la torta reamente fue estabilizada con una mezcla de cemento y cal a fin de cumplir con los límites máximos permitidos en la Norma de descarga al sistema de

alcantarillado público, 2002 y de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

En la figura 2.2 se muestran el esquema de los procedimientos aplicados a las cenizas volantes.



**Figura 2.2:** Diagrama de los métodos de valorización empleados para recuperar de vanadio y níquel a partir de las cenizas volantes producidas por la combustión del fuel oil.

### 2.2.1 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ESTÁNDAR PARA LAS CENIZAS VOLANTES

1. Se preparó un volumen (30-300 mL) de solución lixivante con una determinada concentración (20-300 g/L) de agente ácido y se mezcló con una cantidad (10-100 g) de cenizas volantes en un vaso de precipitación (50, 100 250 o 500 mL) a fin de lograr una pulpa con 25% de sólidos.
2. El vaso de precipitación con la pulpa preparada se acoplaron a un agitador mecánico de hélice JANKE KUNKER RE16 a 750 rpm durante 24 horas a temperatura ambiente (25 °C).
3. Una vez transcurrido las 24 horas de agitación, se filtró la pulpa por medio de un papel filtro cualitativo (abertura de poro inferior a 0,1 mm) y cuantitativo (abertura de poro inferior a 0,01 mm) para obtener una solución fuerte libre de impurezas y una torta.

4. Se registró el volumen de la solución fuerte y se analizó por espectrometría de absorción atómica la concentración de vanadio, níquel y hierro, mediante un equipo Perkin Elmer A. Analyst 300.
5. Se lavó la torta con una cantidad determinada (10-600 mL) de agua destilada y se filtró nuevamente con un papel filtro cualitativo y cuantitativo para obtener una solución débil.
6. Se registró el volumen de la solución débil y se analizó por espectrometría de absorción atómica la concentración de vanadio, níquel y hierro.
7. Se secó la torta lavada en una estufa MEMMERT A 50 °C durante 24 horas y se registró su peso.
8. Con los valores de concentración de las soluciones fuerte y débil se calculó la recuperación de los metales en solución tomando en cuenta la cantidad de vanadio, níquel y hierro existentes en las cenizas volantes.

Las lixiviaciones fueron evaluadas de acuerdo al porcentaje de recuperación de níquel y vanadio en solución, la recuperación del hierro fue analizada para observar el efecto disolvente de las soluciones lixiviantes sobre este metal.

Para el cálculo de la recuperación de los metales se consideró los análisis de cabeza realizados a las cenizas volantes originales en forma repetitiva (6 análisis). En estos ensayos se obvió los análisis de las tortas debido a la dificultad de la disgregación. La dificultad correspondió a la presencia de gran cantidad de material insoluble en las tortas remanentes de cada proceso.

A continuación se describen las lixiviaciones ácidas realizadas:

### **2.2.2 LIXIVIACIONES ÁCIDAS PRELIMINARES DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES**

El objetivo de estas pruebas fue comparar el efecto lixivante de tres ácidos: sulfúrico, nítrico y clorhídrico preparados a diferentes concentraciones sobre las cenizas volantes.

Estos ensayos se prepararon con 300 mL de solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$  a determinadas concentraciones de ácido (20 y 40 g/L) y se mezclaron con 100 g de cenizas volantes originales en un vaso de precipitación. El procedimiento realizado para la lixiviación se describe en la lixiviación estándar explicada en la sección 2.2.1 en los numerales del 1 al 8. Sin embargo solo se analizó la concentración de vanadio y níquel en solución.

En la tabla 2.3 se resumen las condiciones experimentales utilizadas.

**Tabla 2.3.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  y  $\text{HCl}$  sobre las cenizas volantes originales

Tipo de muestra	Cenizas volantes originales		
Cantidad de muestra (g)	100		
Velocidad de agitación (rpm)	750		
Tiempo de lixiviación (h)	24		
Temperatura de lixiviación (°C)	25		
Porcentaje de sólidos (%)	25		
Agente lixivante	$\text{H}_2\text{SO}_4$	$\text{HCl}$	$\text{HNO}_3$
Concentración del agente lixivante en solución (g/L)	20	20	20
	40	40	40

### 2.2.3 LIXIVIACIÓN CON ÁCIDO SULFÚRICO DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES

El objetivo de estas pruebas fue observar el efecto lixivante del las soluciones de ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes originales. En estos ensayos se prepararon 150 mL de solución de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a diferentes concentraciones (60, 80, 100, 120 y 200 g/L) las cuales se mezclaron con 50 g de cenizas volantes.

El procedimiento realizado para los ensayos se describe en la lixiviación estándar expuesta en el punto 2.2.1 del numeral 1 al 8.

En la tabla 2.4 se resumen las condiciones experimentales utilizadas.

**Tabla 2.4.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación con soluciones de  $H_2SO_4$  realizados sobre las cenizas volantes originales

<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes originales
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	50
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Agente lixivante</b>	$H_2SO_4$
<b>Concentración ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	60, 80, 100, 120 y 200

## 2.2.4 LIXIVIACIÓN CON ACIDO SULFURICO DE LAS CENIZAS VOLANTES CALCINADAS

### 2.2.4.1 CALCINACION DE LAS CENIZAS VOLANTES

La calcinación permitió concentrar las muestras de cenizas volantes mediante la reducción del material volátil y carbonáceo debido al incremento de temperatura.

Por medio de los ensayos a 250, 350, 450, 550, 650, 750, 850, 950 °C durante 2 horas, en atmósfera oxidante, se pudo construir gráficos de pérdida de peso del material y concentración de los metales en la muestra (vanadio, níquel y hierro).

Las cenizas volantes calcinadas fueron sometidas a lixiviación con soluciones de ácido sulfúrico (60, 80, 100, 120 y 200 g/L) para establecer una temperatura calcinación y una concentración de ácido que proporcione la mayor recuperación de vanadio y níquel.

El procedimiento realizado en los ensayos de calcinación fue el siguiente:

- Se pesó 150 g de cenizas volantes en un crisol de arcilla.



- Una vez alcanzada la temperatura requerida (250, 350, 450, 550, 650, 750, 850 y 950 °C) por la mufla se introdujo el crisol con la muestra durante 2 horas en atmósfera oxidante.
- Se retiró el crisol con la muestra de la mufla y se dejó enfriar hasta reportar el nuevo peso que permitió determinar la pérdida de material volátil debido a la calcinación.
- Se homogenizó la muestra y se tomó alrededor de 100 mg para analizar el contenido de vanadio, níquel y hierro por A.A. previa disgregación ácida en microondas, como se explica en la sección 2.1.2.2. Además el material calcinado fue analizado por difracción de rayos X en el difractor D8 ADVANCE, mediante la utilización del programa Diffrac plus con el fin de cualificar las muestras, como se explica en la sección 2.1.3.

#### **2.2.4.2 Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes calcinadas**

Estos ensayos se prepararon con un volumen de solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (60-150 mL) a determinadas concentraciones de ácido sulfúrico (60, 80, 100, 120 y 200 g/L) y se mezclaron con cierta cantidad de cenizas volantes calcinadas (20-50 g) en un vaso de precipitación, a fin de conseguir una pulpa con 25% de sólidos.

El procedimiento realizado en estos ensayos se describe en la lixiviación estándar explicada en el punto 2.2.1 en los numerales del 1 al 8.

En la tabla 2.5 se resumen las condiciones experimentales del proceso de lixiviación de las cenizas previamente calcinadas.

**Tabla 2.5.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación con soluciones de  $H_2SO_4$  realizados sobre las cenizas volantes calcinadas

Velocidad de agitación (rpm)	750							
Tiempo de lixiviación (h)	24							
Temperatura de lixiviación (°C)	25							
Porcentaje de sólidos en solución (%)	25							
Agente lixivante	$H_2SO_4$							
Tipo de muestra	Cenizas volantes calcinadas							
Tipo de calcinación	Atmósfera oxidante							
Cantidad de muestra antes de la calcinación(g)	150							
Tiempo de calcinación (h)	2							
Temperatura de calcinación (°C)	200	350	450	550	650	750	850	950
Concentración del ácido sulfúrico en solución (g/L)	60	60	60	60	60	60	60	60
	80	80	80	80	80	80	80	80
	100	100	100	100	100	100	100	100
	120	120	120	120	120	120	120	120
	200	200	200	200	200	200	200	200

### 2.2.5 DETERMINACIÓN DE PORCENTAJE DE SÓLIDOS, TIEMPO DE CALCINACIÓN Y TIEMPO DE LIXIVIACIÓN DE LOS ENSAYOS REALIZADOS A LAS CENIZAS VOLANTES

Para la determinación del porcentaje de sólidos, tiempo de calcinación y lixiviación se escogió una secuencia de ensayos, los cuales serán efectuados con diferentes condiciones experimentales a fin de determinar los parámetros para la recuperación de níquel y vanadio.

Esta secuencia de ensayos corresponde una calcinación de las cenizas volantes durante 2 horas a 350 °C en una atmósfera oxidante y una lixiviación con ácido sulfúrico en solución (120 y 200 g/L), 25% de sólidos durante 24 horas de agitación a 750 rpm.

En estos ensayos se modificó el porcentaje de sólidos (33,3; 25,0; 20,0; 16,6; 14,3 y 12,5 %), el tiempo de calcinación (0,5; 1,0; 1,5; 2,5 y 3,0 horas) y tiempo de lixiviación (0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0 horas) para definir las condiciones de operación que consiguen una mayor disolución de vanadio y níquel.

### 2.2.5.1 Determinación del porcentaje de sólidos en la lixiviación con ácido sulfúrico

El objetivo de estos ensayos fue escoger el porcentaje de sólidos que permita un incremento de la recuperación de vanadio y níquel en solución a partir de la lixiviación de las cenizas volantes calcinadas a 350°C durante 2 horas.

Las lixiviaciones se realizaron con 20 g de muestra y un volumen determinado (60-160 ml) de solución de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L) a fin de formar pulpas con porcentajes de sólidos: 33,3 % (1:3); 25,0 % (1:4); 20,0 % (1:5); 16,6 % (1:6); 14,3 % (1:7) y 12,5 % (1:8). El procedimiento realizado para los ensayos de lixiviación se describe en la sección 2.2.1 del numeral 1 al 8, salvo la especificación del porcentaje de sólidos.

En la tabla 2.6 se resumen las condiciones experimentales utilizadas:

**Tabla 2.6.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con diferentes porcentajes de sólidos sobre las cenizas volantes calcinadas a 350 °C

<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes calcinadas					
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	20					
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>	2					
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	350					
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750					
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24					
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25					
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>					
<b>Porcentaje de sólidos (relación sólido/líquido)</b>	33,3 (1:3)	25,0 (1:4)	20,0 (1:5)	16,6 (1:6)	14,3 (1:7)	12,5 (1:8)
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	120 200	120 200	120 200	120 200	120 200	120 200

### 2.2.5.2 Determinación del tiempo de calcinación de las cenizas volantes usadas en la lixiviación con ácido sulfúrico

El objetivo de estos ensayos fue elegir un tiempo de calcinación que permita un incremento de la recuperación de vanadio y níquel en solución a partir de cenizas

volantes calcinadas a 350 °C y lixiviadas con soluciones de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L)

Las muestras (18-30 g) fueron calcinadas durante diferentes tiempos (0,5; 1,0; 1,5; 2,5 y 3,0 horas) a 350 °C en atmósfera oxidante. El procedimiento realizado para la calcinación se describe en la sección 2.2.4.1, salvo la especificación del tiempo de calcinación. Consecutivamente las cenizas fueron lixiviadas con soluciones de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L) como se describe en la sección 2.2.1 del numeral 1 al 8.

En la tabla 2.7 se describen las condiciones de los ensayos

**Tabla 2.7.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes calcinadas a 350 °C a diferentes tiempos

Velocidad de agitación (rpm)	750	
Temperatura de lixiviación (°C)	25	
Agente lixivante	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
Porcentaje de sólidos (%)	25	
Tipo de muestra	Cenizas volantes calcinadas	
Tipo de atmósfera	Oxidante	
Cantidad de muestra antes de la calcinación (g)	18–30	
Temperatura de calcinación (°C)	350	
Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)	120	200
Tiempo de calcinación (h)	0,5	0,5
	1,0	1,0
	1,5	1,5
	2,0	2,0
	2,5	2,5
	3,0	3,0

### 2.2.5.3 Determinación del tiempo de lixiviación de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 1,5 horas

El objetivo de estos ensayos fue elegir un tiempo de lixiviación menor a 24 horas que permitiera un porcentaje de recuperación de vanadio, níquel y hierro aceptable (90-95%).

El ensayo seleccionado corresponde las cenizas volantes calcinadas durante 1,5 horas a 350 °C con una solución de 200 g/L de ácido sulfúrico con un porcentaje de sólidos de 25%.

Para estos ensayos 20 g de muestra fueron lixiviadas durante diferentes tiempos (0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0 horas) El procedimiento realizado para la lixiviación se describe en la sección 2.2.4.1, salvo la especificación del tiempo de lixiviación.

En la tabla 2.8 se describen las condiciones experimentales de los ensayos.

**Tabla 2.8.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados a diferentes tiempos con 200 g/L ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes calcinadas a 350 °C

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	200
<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes calcinadas
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>	1,5
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	350
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0

### **2.3 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ÁCIDA, BÁSICA Y SALINA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

Una vez caracterizada la escoria de incombustos se desarrollaron lixiviaciones en lecho agitado (750 rpm), durante 8 u 24 horas, 25% de sólidos con diferentes cantidades (entre 10 y 100 g) de material original o calcinado a diferentes concentraciones (20-300 g/L) de agentes lixiviantes.

Entre los agentes lixiviantes usados está: ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ), nítrico ( $HNO_3$ ), clorhídrico ( $HCl$ ), agua regia ( $HNO_3-HCl$  1:3), hidróxido de sodio ( $NaOH$ ), amoníaco ( $NH_3$ ), bromo ( $Br$ ), peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ), cloruro de sodio ( $NaCl$ ), carbonato de sodio ( $Na_2CO_3$ ), cloruro de amonio ( $NH_4Cl$ ) y agua ( $H_2O$ ) a 25, 60, 70 y 80 °C.

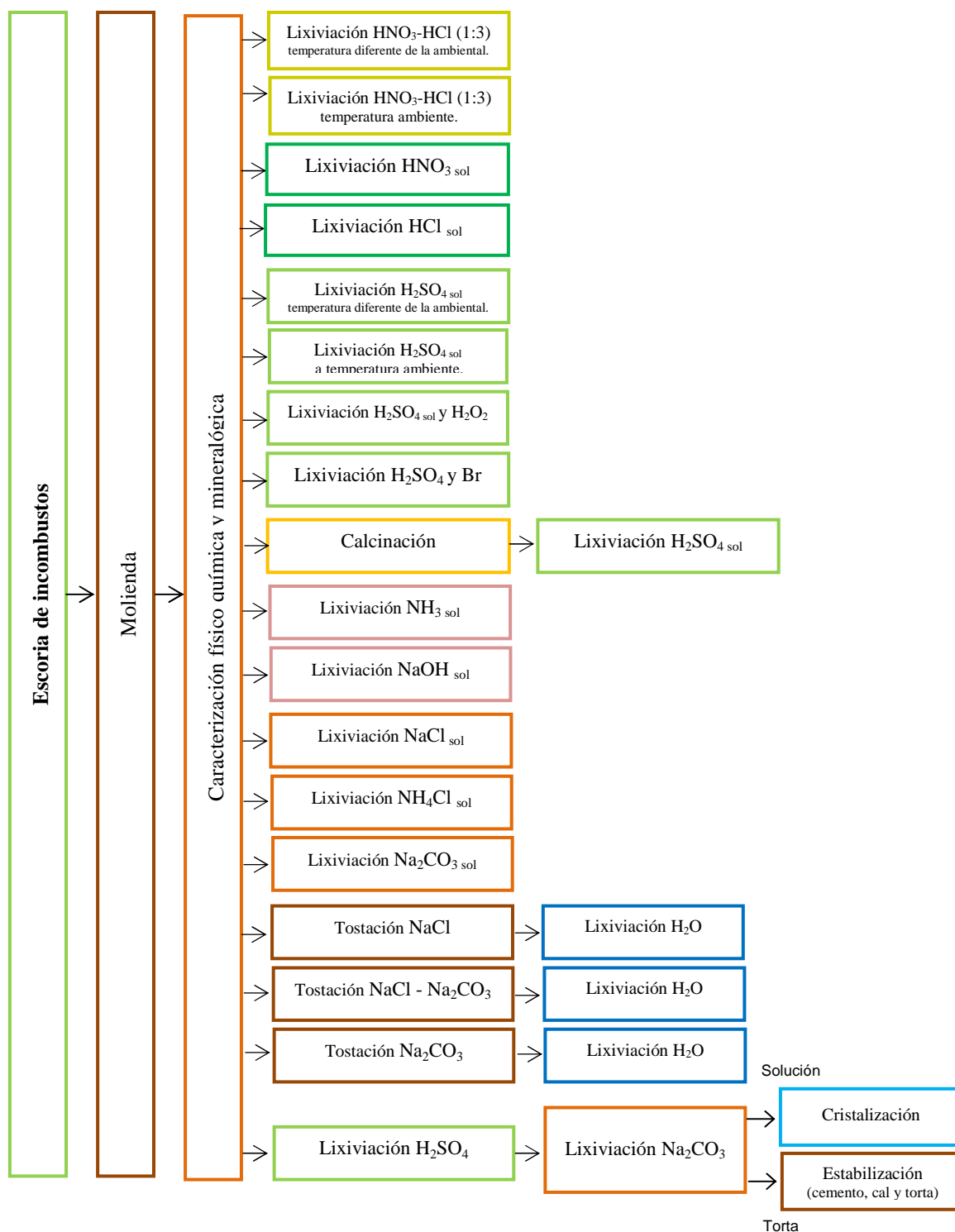
La calcinación de las muestras se realizó a 450 550 y 650 °C en una mufla eléctrica en atmosfera oxidante durante 2 horas.

A partir del proceso combinado conformado por la lixiviación con 200 g/L  $H_2SO_4$  y 2,0 M  $Na_2CO_3$  se determinaron los tiempos de lixiviación.

Consecuentemente, las soluciones obtenidas de dichas lixiviaciones fueron cristalizadas por evaporación de sus solventes mediante el uso de una plancha de calentamiento para ser analizadas por difracción de rayos X.

Por otro lado la torta residual fue estabilizada con una mezcla de cemento y cal a fin de cumplir con los límites máximos permitidos en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002 y de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

En la figura 2.3 se muestran el esquema de los procedimientos aplicados a la escoria de incombustos para recuperar vanadio y níquel.



**Figura 2.3:** Diagrama de los métodos de valorización aplicados para recuperar vanadio y níquel a partir de la escoria de incombustos producidas por la combustión del fuel oil

### 2.3.1 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ESTÁNDAR PARA LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

1. Se preparó de 30-300 mL de solución lixivante con una determinada concentración (20-300 g/L) de agente lixivante y se mezcló con una cantidad (10-100 g) de escoria de incombustos en un vaso de precipitación (50, 100, 250 o 500 mL) para lograr una pulpa con 25% de sólidos.
2. El vaso de precipitación con la pulpa preparada se acopló a un agitador mecánico de hélice JANKE KUNKER RE16 a 750 rpm durante 24 u 8 horas y a una plancha de calentamiento Thermolyne nuova II para variar la temperatura de pulpa lixiviada a 25, 60, 70 u 80 °C .
3. Transcurrido las 24 u 8 horas de agitación, se filtró la pulpa por medio de un papel filtro cualitativo (abertura de poro inferior a 0,1 mm) y cuantitativo (abertura de poro inferior a 0,01 mm) para obtener una solución fuerte libre de impurezas y un sólido residual.
4. Se registró el volumen de la solución fuerte y se analizó por espectrometría de absorción atómica la concentración de vanadio, níquel hierro y mediante un equipo Perkin Elmer A. Analyst 300.
5. Se lavó la torta con agua destilada (10-600 mL) y se filtró nuevamente con un papel filtro cualitativo y cuantitativo para obtener una solución débil.
6. Se registró el volumen de la solución débil y se analizó por espectrometría de absorción atómica la concentración de vanadio, níquel y hierro.
7. Se secó la torta lavada en una estufa MEMMERT A 50 °C durante 24 horas y se registró su peso.
8. Con los valores de concentración de las soluciones fuerte y débil se calculó la recuperación de los minerales en solución tomando en cuenta la cantidad de vanadio, níquel y hierro existentes en la escoria de incombustos.

Para el cálculo de la recuperación de los metales se consideró los análisis de cabeza realizados a la escoria de incombustos originales u calcinadas en forma repetitiva (6 análisis). En estos ensayos se obvio los análisis de las tortas debido a la dificultad de disgregación. La dificultad correspondió a la presencia de gran cantidad de material insoluble en las tortas remanentes de cada proceso.



### 2.3.2 LIXIVIACION ACIDA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Este procedimiento experimental fue usado para disolver el vanadio y níquel presentes en la escoria de incombustos. Para los ensayos se empleó escorias de incombustos originales y calcinadas (450, 550 y 650 °C), además se realizaron ensayos a diferentes temperaturas (25, 60, 70, 80 °C) y con adición de diferentes agentes (Br, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). Cada condición dependió de la especificación del ensayo, como se explica a continuación.

#### 2.3.2.1 Lixiviaciones ácidas preliminares de la escoria de incombustos

Con estos ensayos se eligió el agente para las posteriores lixiviaciones ácidas. El agente ácido seleccionado fue aquel que alcanzó el mayor porcentaje de recuperación de los minerales de interés. Las lixiviaciones se realizaron con 100 g de escoria original (sin tratamiento previo) y 300 mL de solución lixivante conformada por HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, HNO<sub>3</sub>-HCl 1:3, a 20 y 40 g/L.

El procedimiento realizado para los ensayos se describe en la lixiviación modelo expuesta en el punto 2.3.1 del numeral 1 al 8, salvo la especificación de la recuperación de hierro, que no fue tomada en cuenta en estos ensayos.

En la tabla 2.9 se muestran las condiciones de operación de la lixiviación ácida para determinar el tipo de ácido que logra mayor recuperación.

**Tabla 2.9.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, HCl y HCl- HNO<sub>3</sub> 3:1 sobre la escoria de incombustos original

Tipo de muestra	Escoria de incombustos originales			
Cantidad de muestra (g)	100			
Velocidad de agitación (rpm)	750			
Tiempo de lixiviación (h)	24			
Temperatura de lixiviación (°C)	25			
Porcentaje de sólidos (%)	25			
Agente lixivante	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	HCl	HNO <sub>3</sub>	HCl- HNO <sub>3</sub> (3:1)
Concentración del agente lixivante en solución (g/L)	20	20	20	20
	40	40	40	40

### 2.3.2.2 Lixiviación de la escoria de incombustos con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas

Los ensayos de lixiviación ácida fueron realizados con 100 g de escoria de incombustos sin tratamiento previo y 300 mL de solución lixivante a diferentes concentraciones de ácido sulfúrico (40, 60, 80, 100, 120, 150 y 200 g/L), a diferentes temperaturas (25, 60, 70, 80 °C), en lecho agitado a 750 rpm durante 24 horas.

El procedimiento realizado para los ensayos se describe en la lixiviación estándar expuesta en el punto 2.3.1 numerales del 1 al 8, con la aclaración de la variación de la temperatura.

En la tabla 2.10 se muestran un resumen de las condiciones de operación de los ensayos de lixiviación con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas.

**Tabla 2.10.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados a diferentes temperaturas sobre la escoria de incombustos original

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750			
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24			
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25			
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			
<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos original			
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	100			
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	<b>25</b>	<b>60</b>	<b>70</b>	<b>80</b>
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	40	40	40	40
	60	60	60	60
	80	80	80	80
	100	100	100	100
	120	120	120	120
	150	150	150	150
	200	200	200	200



### 2.3.2.4 Lixiviación de la escoria de incombustos con ácido sulfúrico y bromo

En estos ensayos se pudo apreciar el efecto lixivante del ácido sulfúrico puro (1000 g/L) y en solución (200 g/L) con bromo sobre la escoria de incombustos. Las lixivitaciones se realizaron durante 24 horas a temperatura ambiente, con 25% de sólidos. Se descartó la agitación para evitar interferencias con elementos disueltos provenientes del agitador de hélice.

El procedimiento para trabajar con bromo es el siguiente:

- Se mezcló alrededor de 10 g de escoria de incombustos con 30 mL de solución de ácido sulfúrico en un vaso de precipitación de 50 mL.
- Se añadió 6, 12, 28 o 40 mL de bromo hasta alcanzar la proporción requerida (13, 23 o 50% del volumen total de pulpa) y se dejó reposar durante 24 horas.
- Se secó la pulpa con ayuda de una plancha de calentamiento (Thermolyne nuova II) a 60 °C para evaporar los solventes como ácido sulfúrico y bromo.
- Se adicionó 50-140 mL agua destilada, se calentó durante 10 minutos para disolver el material seco y tener una nueva pulpa.
- Se filtró la pulpa por medio de un papel filtro cualitativo (abertura de poro inferior a 0,1 mm) y cuantitativo (abertura de poro inferior a 0,01 mm) para obtener una solución fuerte libre de impurezas y un sólido residual.
- El procedimiento siguiente se describe en la lixivación estándar expuesta en el punto 2.3.1 numerales del 4 al 8.

Las condiciones experimentales se muestran en la tabla 2.12.

**Tabla 2.12.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixivación realizados con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y Br sobre la escoria de incombustos original

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos originales							
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	10							
<b>Tiempo de lixivación (h)</b>	24							
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25							
<b>Temperatura de lixivación (°C)</b>	25							
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - Br							
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	200				1000			
<b>Contenido de bromo en la solución lixivante (%)</b>	0	13	23	50	0	13	23	50

### 2.3.2.5 Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinada

La calcinación permitió: concentrar las muestras de escoria de incombustos mediante la reducción del material volátil y carbonáceo a través del incremento de temperatura.

Con los ensayos realizados se pudo construir curvas de concentración y pérdida de peso de la escoria calcinada a 450, 550 y 650 °C. Consecutivamente a la calcinación se realizaron lixivaciones con soluciones de ácido sulfúrico (40, 60 80 y 100 g/L) para determinar la temperatura calcinación y concentración de ácido que proporcionaría la mayor recuperación de vanadio y níquel.

El procedimiento realizado para la calcinación de la escoria de incombustos fue el siguiente:

- Se encendió la mufla y colocó a una temperatura definida (450, 550 y 650 °C)
- Se pesó aproximadamente 120 g de escoria de incombustos en un crisol de arcilla.
- Una vez que la mufla alcanzó la temperatura requerida se introdujo el crisol con la muestra durante 2 horas.
- Se retiró el crisol con la muestra, se dejó enfriar y se reportó su nuevo peso. El cual permitió determinar la pérdida de material volátil debido a la calcinación.
- Se homogenizó la muestra y se tomó alrededor de 100 mg para analizar el contenido de vanadio, níquel y hierro por A.A. previa disgregación ácida en microondas, como se describe en la sección 1.1.2.2
- Se cualificó el material por difracción de rayos X en el difractor D8 ADVANCE, mediante la utilización del programa Diffrac plus.

Los ensayos de lixiviación de la escoria de incombustos calcinada se realizaron con 100 g de material y 300 mL de solución a diferentes concentraciones de ácido sulfúrico (40, 60, 80 y 100 g/L) a temperatura ambiente (25 °C), con 25% de sólidos, en lecho agitado a 750 rpm durante 24 horas.

El procedimiento correspondiente a la lixiviación se describe en sección 2.3.1 numerales del 1 al 8 con la aclaración del uso del material calcinado.

En la tabla 2.13 se muestran las condiciones de operación del proceso de lixiviación de las cenizas previamente calcinadas.

**Tabla 2.13.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $H_2SO_4$  sobre la escoria de incombustos calcinada

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750		
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24		
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25		
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25		
<b>Agente lixivante</b>	$H_2SO_4$		
<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos calcinada		
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	100		
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>	2		
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	450	550	650
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	40	40	40
	60	60	60
	80	80	80
	100	100	100

### 2.3.2.6 Lixiviación de la escoria de incombustos con agua regia a diferentes temperaturas

Para disolver el níquel y vanadio de la escoria de incombustos se empleó 50 g de muestra y 150 mL de solución de agua regia (60, 80, 120, 150, 200 y 300 mL) como agente lixivante.

Los ensayos se realizaron modificando la temperatura de la solución lixivante mediante el uso de una plancha de calentamiento (Thermolyne nuova II). Se trabajó con temperaturas de 25, 60, 70 y 80°C durante 8 horas a 750 rpm en una relación sólido líquido 1:3 (25% sólidos.)

El procedimiento correspondiente a la lixiviación se describe en sección 2.3.1 numerales del 1 al 8. Con la aclaración del tiempo de lixiviación, 8 horas.

Las condiciones experimentales se resumen en la tabla 2.14:

**Tabla 2.14.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con agua regia sobre la escoria de incombustos original

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos originales			
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	50			
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750			
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	8			
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25			
<b>Agente lixivante</b>	Agua regia (HNO <sub>3</sub> -HCl 1:3)			
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	<b>25</b>	<b>60</b>	<b>70</b>	<b>80</b>
<b>Concentración de agua regia en solución (g/L)</b>	60	60	60	60
	80	80	80	80
	120	120	120	120
	150	150	150	150
	200	200	200	200
	300	300	300	300

### 2.3.3 LIXIVIACIÓN BÁSICA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Para disolver níquel y vanadio de la escoria de incombustos se probaron condiciones básicas de pH mediante el uso de diferentes agentes lixiviantes como amoníaco (NH<sub>3</sub>) e hidróxido de sodio (NaOH), preparados a diferentes concentraciones (50, 100, 150 y 250 g/L), durante 24 horas a temperatura ambiente en lecho agitado a 750 rpm. Se usaron 33 g de material y 100 mL de solución (25% de sólidos).

El procedimiento correspondiente a la lixiviación con NH<sub>3</sub> y NaOH se describe en sección 2.3.1 numerales del 1 al 8. Con la aclaración de tipo de agente.

En la tabla 2.15 se resumen las condiciones de operación para este tipo de lixiviación.

**Tabla 2.15.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $\text{NH}_3$  y  $\text{NaOH}$  sobre la escoria de incombustos original

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos originales	
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	33	
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750	
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24	
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25	
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25	
<b>Agente lixivante</b>	NaOH	$\text{NH}_3$
<b>Concentración del agente lixivante en solución (g/L)</b>	50	50
	100	100
	160	160
	220	220

#### 2.3.4 TOSTACION Y LIXIVIACION EN AGUA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

El objetivo de la tostación fue formar compuestos de níquel y vanadio solubles en agua mediante la elevación de la temperatura con diferentes mezclas de escoria y diferentes agentes. Las mezclas estuvieron conformadas por 30 g de material y alrededor de 5 g de  $\text{NaCl}$  y/o  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . hasta lograr una composición de 18% w/w de  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  o 22% w/w de  $\text{NaCl}$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Los ensayos se realizaron de la siguiente manera:

- Se pesó 30 g. de escoria de incombustos y agregó de 6,6 a 8,3 g de un determinado agente ( $\text{NaCl}$  ó  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )
- Se homogenizó la mezcla y se colocó en un crisol de arcilla en la mufla a una determina temperatura (200, 300, 400, 500, 600 y 900 °C) durante 2 horas.
- Se retiró, dejó enfriar y registró el nuevo peso de la mezcla.
- Se formó una pulpa con 90 mL de agua destilada y escoria tostada.

El procedimiento siguiente se describe en la sección 2.3.1 (numeral del 3 al 8).

En la tabla 2.16 se describen las condiciones de operación de los ensayos:



**Tabla 2.16.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con H<sub>2</sub>O sobre la escoria de incombustos tostada con NaCl o Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>,

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos previamente tostadas					
<b>Cantidad de muestra antes de la tostación (g)</b>	30					
<b>Tiempo de tostación (h)</b>	2					
<b>Agentes presentes en la tostación</b>	NaCl, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ,					
<b>Temperatura de la tostación (°C)</b>	<b>200</b>	<b>300</b>	<b>400</b>	<b>500</b>	<b>600</b>	<b>900</b>
<b>Cantidad de NaCl en la muestra total (%)</b>	18	18	18	18	18	18
<b>Cantidad de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en la muestra total (%)</b>	18	18	18	18	18	18
<b>Cantidad de NaCl (%) - Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (%) en la muestra total</b>	22-22	22-22	22-22	22-22	22-22	22-22

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> O
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25

### 2.3.5 LIXIVIACION SALINA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Se realizaron ensayos de lixiviación salina con 50 g de escoria de incombustos y 150 mL de solución lixivante conformada por diferentes agentes lixiviantes como: cloruro de amonio, carbonato de sodio, cloruro de sodio y una mezcla entre los dos últimos. Los ensayos se realizaron a diferente temperatura de la ambiental (50 y 75 °C) durante 8 horas a 750 rpm, con 25% de sólidos a diferentes concentraciones (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 y 5,0 M)

El procedimiento correspondiente a cada lixiviación se describe en la sección 3.2.1. Bajo la aclaración de la variación de la temperatura.

Los ensayos se realizaron de acuerdo a las condiciones experimentales especificadas en la tabla 2.17.

**Tabla 2.17.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaCl}$  sobre la escoria de incombustos original

Velocidad de agitación (rpm)	750	
Tiempo de lixiviación (h)	8	
Porcentaje de sólidos (%)	25	
Tipo de muestra	Escoria de incombustos originales	
Cantidad de muestra (g)	50	
Temperatura de lixiviación (°C)	50	75
Soluciones de cloruro de amonio (M)	0,5	
	1,0	
Soluciones de carbonato de sodio (M)	1,5	
	2,0	
	3,0	
Soluciones de cloruro de sodio (M)	5,0	

### 2.3.6 ENSAYOS COMBINADOS DE LIXIVIACIÓN CON ACIDO SULFÚRICO Y CARBONATO DE SODIO DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS Y DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE LIXIVIACIÓN DE CADA ENSAYO

#### 2.3.6.1 Ensayos combinados de lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos

Una vez obtenida la torta de la lixiviación con 200 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 70 °C, 25 % de sólidos, durante 24 horas según la metodología de la sección 2.3.2.2. Se lixivió el sólido residual con 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 M de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C fin de incrementar la recuperación de vanadio y níquel. Para la lixiviación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  se uso la metodología de la sección 2.3.5 bajo la aclaración del agente lixiviante, temperatura de solución y cantidad de muestra.

### 2.3.6.2 Determinación de los tiempos de lixiviación de la escoria de incombustos tratada con ácido sulfúrico y carbonato de sodio

El objetivo de estos ensayos fue evaluar la cinética de las lixivaciones a 0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0 horas. Para lo cual se realizaron ensayos de lixiviación a los tiempos marcados. Las lixivaciones estudiadas fueron:

- Ensayo con 200 g/L  $H_2SO_4$ , 70 °C, 25 % de sólidos en lecho agitado (750 rpm) sobre la escoria de incombustos original.
- Ensayo con  $Na_2CO_3$  2 M a 75 °C y 25 % de sólidos sobre del sólido residual de la lixiviación con  $H_2SO_4$ , logrado a las condiciones anteriores.

Para estos ensayos 20 g de muestra fueron lixiviadas durante diferentes tiempos (0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0 horas) El procedimiento realizado para la lixiviación con  $H_2SO_4$  se describe en la sección 2.3.2.2 y aquel con  $Na_2CO_3$  en la sección 2.3.5, salvo la especificación del tiempo de lixiviación y cantidad de material.

En las tablas 2.18 y 2.19 se describen las condiciones experimentales de los ensayos.

**Tabla 2.18.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $H_2SO_4$  200 g/L sobre la escoria de incombustos original

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos original
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	20
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	70
<b>Agente lixivante</b>	$H_2SO_4$ sol
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	200
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0

**Tabla 2.19.** Condiciones experimentales de los ensayos de lixiviación realizados con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  200 g/L sobre torta remanente de lixiviación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M

<b>Tipo de muestra</b>	Torta del proceso anterior lixiviada por 24 horas
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	20
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	75
<b>Agente lixivante</b>	$\text{Na}_2\text{CO}_3$
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (M)</b>	2
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0

## 2.4 RECUPERACIÓN DE LOS MINERALES DE INTERÉS DE LAS SOLUCIONES DE LIXIVIACIÓN POR CRISTALIZACIÓN Y ESTABILIZACIÓN DEL SÓLIDO RESIDUAL DEL PROCESO

### 2.4.1 ESTABILIZACIÓN DE LAS TORTAS REMANENTES DE LAS LIXIVIACIONES DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

La estabilización y solidificación tuvo como objetivo inmovilizar los componentes tóxicos de los sólidos residuales y neutralizar la acidez de las tortas. Para prevenir la lixiviación de los elementos contaminantes una vez dispuestos en lugares apropiados. La inmovilización se logra reduciendo la solubilidad de los componentes de los residuos, aislando físicamente los residuos y disminuyendo su área de superficie. La estabilización y solidificación, por lo tanto, implica tanto procesos físicos como químicos.

Para la estabilización de los sólidos residuales se realizó mezcla con cemento y cal en orden de disminuir la migración de los elementos contaminante As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se Ag y otros metales de interés como V, Ni y Fe. El factor de evaluación fue la concentración de estos elementos explorados bajo el test de toxicidad EPA 1311 (TCLP).

Para la estabilización de las tortas se ensayó diferentes proporciones de torta, cemento (Pórtland 1P) y cal (P24), como se detalla a continuación en las tablas 2.20 y 2.21:

**Tabla 2.20.** Proporción de los materiales en las tortas de cenizas volantes

Item	Contenido de torta (%)	Contenido de cemento (%)	Contenido de cal (%)
1	33,3	33,3	33,3
2	38,5	30,8	30,8
3	40,0	40,0	20,0
4	50,0	20,0	30,0
5	50,0	25,0	25,0
6	50,0	30,0	20,0
7	50,0	40,0	10,0
8	58,8	29,4	11,8
9	62,5	18,8	18,8

**Tabla 2.21.** Proporción de los materiales en las tortas de escoria de incombustos

Item	Contenido de torta (%)	Contenido de cemento (%)	Contenido de cal (%)
1	39,7	30,2	30,2
2	40,0	40,0	20,0
3	50,0	20,0	30,0
4	50,0	25,0	25,0
5	50,0	30,0	20,0
6	50,0	40,0	10,0
8	59,5	20,2	20,2
7	60,2	30,1	9,6

Para la estabilización de las tortas con cemento y cal se homogenizaron estos tres elementos en las proporciones ya mencionadas.

Se colocaron en un recipiente plástico y añadió suficiente agua hasta formar una pasta homogénea que se dejó fraguar durante una semana.

Consecutivamente se evaluó el proceso de estabilización mediante la realización del Test de lixiviación TCLP, como se detalla en la sección 2.1.2.3.

#### **2.4.2 CARACTERIZACION DEL PRODUCTO OBTENIDO DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

Para caracterizar el producto obtenido de un determinado proceso se procedió a cristalizar la solución fuerte mediante la evaporación del solvente. Esta técnica se realizó con ayuda de una plancha de calentamiento Thermolyne nuova II regulada a fin de alcanzar una temperatura de 70 °C.

El producto seco fue analizado por difracción de rayos X en el difractómetro D8 ADVANCE, mediante la utilización del programa Diffrac plus empleado para cualificar y cuantificar los materiales con cristalografía definida.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSION

#### 3.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

La combustión en el interior del caldero acuatubular genera dos tipos de materiales, los cuales se hallan depositados en las bandejas ubicadas rumbo a la chimenea como cenizas volantes (hollín) y adheridos a los tubos y paredes del caldero como escoria de incombustos.

A continuación se presentan las muestras recolectadas del área de disposición de desechos.



**Figura 3.1.** Cenizas volantes producidas por la combustión del fuel oil residual.  
Recogidas de bandejas ubicadas rumbo a la chimenea



**Figura 3.2.** Escoria de incombustos producida por la combustión del fuel oil residual.  
Incrustadas en el interior del caldero

### 3.1.1 CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE LAS CENIZAS VOLANTES

#### 3.1.1.1 Propiedades físicas de las cenizas volantes

Estos análisis fueron realizados usando la metodología experimental descrita en la sección 2.1.1. El detalle de estas determinaciones se encuentra en el anexo IV. Los análisis físicos realizados a las cenizas volantes se reportan en la tabla 3.1.

**Tabla 3.1.** Propiedades físicas de las cenizas volantes

<b>Propiedades físicas</b>	
Densidad real (g/mL)	1,15
Densidad aparente (g/mL)	0,31
Granulometría, d80 (um)	181

La densidad real del material fue 1,15 g/L. La relación entre la densidad aparente y la densidad real fue 0,27. Lo que indica que el 73% del espacio ocupado por las cenizas volantes corresponde a un espacio libre. Por tanto se caracteriza a las cenizas volantes como un material no compacto y poroso, de acuerdo a la ecuación [A.1] encontrada en el anexo II.

$$n = \left(1 - \frac{\text{Densidad aparente}}{\text{Densidad real}}\right) \times 100 \quad \text{[A.1]}$$

Donde el valor de n (adimensional) permite interpretar la porosidad y grado de compactación del material.

Este comportamiento puede deberse al bajo contenido de metales pesados y alto contenido de materia orgánica (85%).

El 80% de las cenizas volantes presentaron un tamaño de partícula menor a 181 um lo cual justifica el arrastre de los humos generados por los sopladores dentro del caldero, acoplados para la depuración de las partículas finas.



### 3.1.1.2 Propiedades químicas de las cenizas volantes

En la tabla 3.2 se presenta el contenido metálico de las cenizas volantes determinado por absorción atómica.

**Tabla 3.2.** Análisis químico de las cenizas volantes

Elementos	Contenido	
Hierro	5,42	%
Vanadio	5,31	%
Níquel	1,61	%
Calcio	0,60	%
Sodio	0,58	%
Potasio	0,54	%
Magnesio	0,08	%
Aluminio	0,06	%
Silicio	0,05	%
Zinc	0,02	%
Cobre	0,02	%
Cromo	24,00	mg/Kg
Plomo	< 0,10	mg/Kg
Molibdeno	< 0,10	mg/Kg
Cadmio	< 0,10	mg/Kg
Plata	< 0,10	mg/Kg
Titanio	< 0,10	mg/Kg
Bario	< 0,10	mg/Kg
Mercurio	< 0,10	mg/Kg
Arsénico	< 0,10	mg/Kg
Antimonio	< 0,10	mg/Kg

Las cenizas volantes mostraron un contenido de hierro 5,42%, vanadio 5,31% y níquel 1,61%. Los metales como calcio, sodio, potasio, magnesio, aluminio, silicio, zinc, cobre y cromo estuvieron presentes en un porcentaje menor al 0,6%. Mientras que los metales como plomo, molibdeno, cadmio, plata, titanio, bario, mercurio, arsénico, antimonio y bario se encontraron como trazas.

La fracción de cenizas volantes no analizadas (85,71%) correspondieron a material carbonáceo que no puede ser leído por los análisis de absorción atómica.

En la tabla 3.3 se presenta el contenido de cenizas, carbón fijo, volátiles y humedad en las cenizas volantes.

**Tabla 3.3.** Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas en las cenizas volantes

<b>Elementos</b>	<b>Contenido</b>	
Humedad	1,24	%
Material volátil	0,86	%
Carbón fijo	85,00	%
Cenizas	12,90	%

El material presentó un mayor porcentaje de carbón fijo 85,00%, con respecto a las cenizas 12,90%, humedad 1,24% y material volátil 0,86%. El alto contenido de carbón fijo (85,00%) pueden deberse al tipo de material originario (fuel oil residual) y lugar del cual fueron tomados (bandejas precedentes a la conducto de salida, las cuales recogen el material particulado arrastrado por los humos de la chimenea). El bajo contenido de material volátil (0,86%) puede deberse a que el material estuvo sometido a temperaturas superiores a 100 °C dentro del caldero lo cual implica la evaporación de este tipo de constituyentes. El contenido de cenizas (12,90%) da una idea de la presencia de materia mineral presente en las cenizas volantes, aunque las sustancias minerales se modifican después de la calcinación a 900 °C.

Se puede resaltar que este material no puede provocar igniciones espontáneas debido a que el contenido de volátiles no supera el 30%. Como se expone en anexos II, Lo cual brinda seguridad en el caso de la molienda.

### **Caracterización toxicológica de las cenizas volantes**

En la tabla 3.4 se presenta el resultado del test EPA 1311 (TCLP 1311). El cual se empleó para caracterizar extracto lixiviado de las cenizas volantes, fue realizado según la metodología experimental de la sección 2.1.2.3 y se detalla en anexos IV.

**Tabla 3.4.** Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de las cenizas volantes

<b>Elemento</b>	<b>Contenido del extracto lixiviado (mg/L)</b>	<b>Límite máximo permisible (mg/L)</b>
Níquel <sup>2</sup>	11,34	2,00
Vanadio <sup>3</sup>	20,30	-
Hierro <sup>1</sup>	0,09	30,00
Arsénico <sup>1</sup>	1,50	5,00
Bario <sup>1</sup>	0,10	100,00
Cadmio <sup>1</sup>	0,52	1,00
Cromo (+6) <sup>1</sup>	0,01	5,00
Mercurio <sup>1</sup>	0,10	0,20
Selenio <sup>1</sup>	0,10	1,00
Plata <sup>1</sup>	0,18	5,00
Plomo <sup>1</sup>	0,10	5,00
pH inicial <sup>2</sup>	3,50	5 - 9

<sup>1</sup> Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

<sup>2</sup> Parámetro regulado por la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

<sup>3</sup> Sustancia no regulada en la presente norma.

Las concentraciones de hierro, arsénico, bario, cadmio, cromo, mercurio, selenio, plata y plomo estuvieron bajo el límite permisible de acuerdo los estándares U.S EPA 40CFR 261.24 y EPA 2003. Lo cual indica que bajo este criterio las cenizas volantes no son consideradas residuos peligrosos.

Pero la concentración del níquel presentó una concentración 5,7 veces mayor a la establecida por la Norma de descarga al sistema de alcantarilla público, 2002. Bajo este mismo criterio el pH de las cenizas volantes se encontró bajo el límite permitido, lo cual indica que las cenizas volantes presentan un carácter ácido.

Lo cual no indica que las cenizas volantes deben ser tratadas a fin de reducir la concentración de níquel antes de ser dispuestas a un sistema de descarga.

La concentración de vanadio (20,30 mg/L), es un parámetro que no está regulado por la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002, ni en los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003. Cuyo valor debería ser regulado a fin de determinar la toxicidad de las cenizas debido a la presencia del mismo.

### 3.1.1.3 Propiedades mineralógicas de las cenizas volantes calcinadas

En la tabla 3.5 se muestran los compuestos con cristalización definida reconocidos en las cenizas volantes calcinadas. Para la cualificación de las muestras se empleó el Difractómetro D8 ADVANCE y el programa Diffrac plus.

**Tabla 3.5.** Contenido mineralógico de las cenizas volantes calcinadas a 550, 650, 750, 850 y 950 °C

Mineral	Fórmula	Composición aproximada (%)		
		550 °C	650 – 850 °C	950 °C
Oxido de sodio y vanadio	$\text{NaV}_6\text{O}_{15}$	53	-	5
Oxido de hierro	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	20	17	-
Oxido hidróxido de hierro	$\text{Fe}_{1,833}(\text{OH})_{0,5} \text{O}_{2,5}$	10	-	-
Oxido de níquel y vanadio	$\text{NiV}_2\text{O}_6$	10	29	-
Grupo plagioclasa (albita, andesita, anortita)	$(\text{Na,Ca})\text{Al}(\text{Si,Al})\text{Si}_2\text{O}_8$	5	-	5
Cuarzo	$\text{SiO}_2$	1	2	5
Calcita	$\text{CaCO}_3$	1	-	-
Oxido de sodio y vanadio	$\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$	-	34	-
Karelianita	$\text{V}_2\text{O}_3$	-	18	-
Coulsonita	$\text{FeV}_2\text{O}_5$	-	-	75
Oxido de hierro, aluminio y magnesio	$\text{MgAl}_{0,8}\text{Fe}_{1,2}\text{O}_4$	-	-	5
Oxido de calcio y vanadio	$\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$	-	-	5

De acuerdo a los análisis la mayor parte de las cenizas volantes está constituida por material amorfo, que no pueden ser identificados por difracción de rayos X. En la fracción de compuestos con cristalización definida se encontraron óxidos complejos, conformados por níquel, vanadio, hierro y sodio ( $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ).

Los óxidos de vanadio ( $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ) son compuestos con bajos puntos de fusión en comparación a sus reactantes ( $\text{V}_2\text{O}_3$  y  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ). Estos óxidos complejos provocan problemas de corrosión en los equipos. La presencia de  $\text{V}_2\text{O}_5$  aduce que el combustible tuvo un exceso de vanadio con respecto al sodio, (reactivo limitante fue  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), como se expone en la sección 1.1.1. Lo cual limitó de cierta manera el apareamiento de

óxidos complejos que promovieran la corrosión en las partes internas de los equipos.

El estado de oxidación del vanadio (5+) presente en todos los compuestos nos da una idea del carácter ácido de las cenizas lo que implica un factor predominante que podría afectar a los equipos, promoviendo su corrosión.

### 3.1.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICO QUÍMICA Y MINERALÓGICA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### 3.1.2.1 Propiedades físicas de la escoria de incombustos

En la tabla 3.6 se presentan las propiedades físicas de la escoria de incombustos. Los valores reportados pertenecen a un promedio entre las propiedades de los lotes 1 y 2.

**Tabla 3.6.** Propiedades físicas de la escoria de incombustos

Propiedades físicas	
Densidad real (g/mL )	2,91
Densidad aparente (g/mL )	2,32
Granulometría, d80 (um)	891

La densidad real de la escoria de incombustos fue 2,91 g/L. La relación entre la densidad aparente y la densidad real fue de 0,80. Lo que indica que el 20% del volumen ocupado por el material pertenece a un espacio poroso (según la sección 1.1.2.1). A comparación con las cenizas volantes (cuyo espacio corresponde 73%), este material es menos poroso y más compacto.

La molienda del material permitió tener un tamaño de partícula de  $d_{80} = 891 \mu\text{m}$  (correspondiente al 80% del material pasado).

### 3.1.2.2 Propiedades químicas y mineralógicas de la escoria de incombustos

En la tabla 3.7 se presenta el contenido metálico de la escoria de incombustos determinado por absorción atómica

**Tabla 3.7.** Análisis químico de la escoria de incombustos

Elementos	Contenido	
Vanadio	28,72	%
Níquel	8,16	%
Sodio	1,73	%
Hierro	1,62	%
Potasio	0,98	%
Calcio	0,73	%
Zinc	0,48	%
Cobre	0,04	%
Aluminio	0,03	%
Magnesio	0,09	%
Titanio	0,05	%
Silicio	0,02	%
Cadmio	24,00	mg/kg
Cromo	0,10	mg/kg
Molibdeno	< 0,10	mg/kg
Plata	< 0,10	mg/kg
Plomo	< 0,10	mg/kg
Bario	< 0,10	mg/kg
Mercurio	< 0,10	mg/kg
Arsénico	< 0,10	mg/kg
Antimonio	< 0,10	mg/kg

La escoria de incombustos reveló un contenido de vanadio 28,72%, níquel 8,16%, sodio 1,73%; hierro 1,62%; potasio 0,98% y calcio 0,73%. Los metales como zinc, magnesio, titanio, cobre, aluminio, silicio y cadmio estuvieron en un porcentaje menor al 0,5%. Mientras que los metales como cromo, plomo, molibdeno, plata, mercurio, arsénico, antimonio y bario se encontraron como trazas. Las fracciones de escoria de incombustos no analizadas 57,35% corresponden a material carbonáceo.

En la tabla 3.8 se muestra el resultado de los análisis realizados para determinar el contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas de la escoria de incombusto.

**Tabla 3.8.** Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas de la escoria de incombustos

<b>Propiedades físicas</b>	
Humedad (%)	1,01%
Material volátil (%)	2,50%
Carbón fijo (%)	46,57%
Cenizas (%)	49,92%

El material presentó un porcentaje de cenizas 49,92%, carbón fijo 46,57%, material volátil 2,50% y humedad 1,01%.

El valor de 1,01% correspondiente a la humedad concierne a las condiciones de extracción del material, la preparación mecánica (para obtener un producto pulverizado listo para los ensayos), el tiempo de exposición a la acción atmosférica.

El porcentaje de volátiles (2,50%) correspondiente a compuestos con bajo peso molecular, agua quimisorbida, ciertos metales como mercurio constituyen un porcentaje menor comparado con las cenizas (49,92%) o carbón fijo (46,57%). El contenido de volátiles (2,50%) inferior al 30% muestra un indicio de seguridad a la hora de la molienda y manipulación porque impide la aparición de igniciones espontáneas, según la sección 1.1.2.2

El contenido de cenizas (49,92%) nos da una idea del contenido mineral del material, lo cual presenta una desviación de 7,27% respecto a la fracción analizada por AA y mostrada en la sección 3.9. Además el contenido de cenizas de 49,92% permite predecir un poder calorífico bajo con respecto a otros materiales que pueden ser usados para la combustión.

El porcentaje de carbón fijo nos muestra la fracción de escoria de incombustos que no ha sido detectada por absorción atómica, la cual está conformada por material orgánico no combustionado.

### Caracterización toxicológica

En la tabla 3.9 se presenta el resultado del test EPA 1311 (TCLP 1311) descrito en la sección 2.1.2.3. El cual se empleó para caracterizar extracto lixiviado de la escoria de incombustos.

**Tabla 3.9.** Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de la escoria de incombustos

Elemento	Contenido del extracto lixiviado (mg/L)	Límite máximo permisible (mg/L)
Níquel <sup>2</sup>	174,00	2,00
Vanadio <sup>3</sup>	168,50	-
Hierro <sup>1</sup>	202,60	30,00
Arsénico <sup>1</sup>	0,10	5,00
Bario <sup>1</sup>	0,10	100,00
Cadmio <sup>1</sup>	1,76	1,00
Cromo total <sup>1</sup>	2,40	5,00
Mercurio <sup>1</sup>	0,10	0,20
Selenio <sup>1</sup>	0,10	1,00
Plata <sup>1</sup>	0,13	5,00
Plomo <sup>1</sup>	0,10	5,00
pH inicial <sup>2</sup>	6,7	5 - 9

1 Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

2 Sustancia regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

3 Sustancia no regulada en la presente norma.

Las concentraciones de arsénico, bario, cromo, mercurio, selenio, plata y plomo se encontraron bajo el límite permisible de acuerdo los estándares U.S EPA 40CFR 261.24 y EPA 2003. El cadmio y hierro presentaron una concentración 1,76 y 6,75 veces mayor conforme a los mismos estándares.

Mientras que la concentración de níquel sobrepasa 87 veces la concentración aceptada por la Norma de descarga de efluentes al sistema de alcantarillado



público, mientras que el valor de pH se mantiene dentro de los rangos establecidos.

De esta manera se caracteriza a la escoria de incombustos como material tóxico debido a que la concentración de cadmio (1,76 mg/L) y hierro (202,60 mg/L) en el extracto lixiviado sobrepasan el límite máximo permitido por los estándares U.S EPA 40CFR 261.24 y EPA 2003. Y como material inapropiado para ser descargado a un sistema público debido a la concentración de níquel (174,00 mg/L).

La concentración de vanadio (168,50 mg/L) no está regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público ni por los estándares U.S EPA 40CFR 261.24 y EPA 2003 pero implica un valor alto en comparación con el límite mostrado para el bario (100 mg/L), cuyo valor es el máximo aceptable por los estándares EPA.

### Contenido mineralógico de la escoria de incombustos

En la tabla 3.10 se presentan los compuestos con cristalización definida existentes en la escoria de incombustos.

**Tabla 3.10.** Contenido mineralógico de la escoria de incombustos calcinada a 550 y 650 °C

Mineral	Fórmula	Composición aproximada (%)	
		550 °C	650 °C
Oxido de calcio y vanadio	$Ca_{0,17}V_2O_5$	75	25
Oxido de sodio y vanadio	$Na_{0,33}V_2O_5$	10	45
Bannermanita	$Na_{0,76}V_6O_{15}$	5	-
Cristobalita	$SiO_2$	5	-
Grupo plagioclasa (albita, andesita, anortita)	$(Na,Ca)Al(Si,Al)Si_2O_8$	5	5
Oxido de sodio y vanadio	$NaV_6O_{15}$	-	30
Oxido de níquel y vanadio	$NiV_2O_6$	-	5

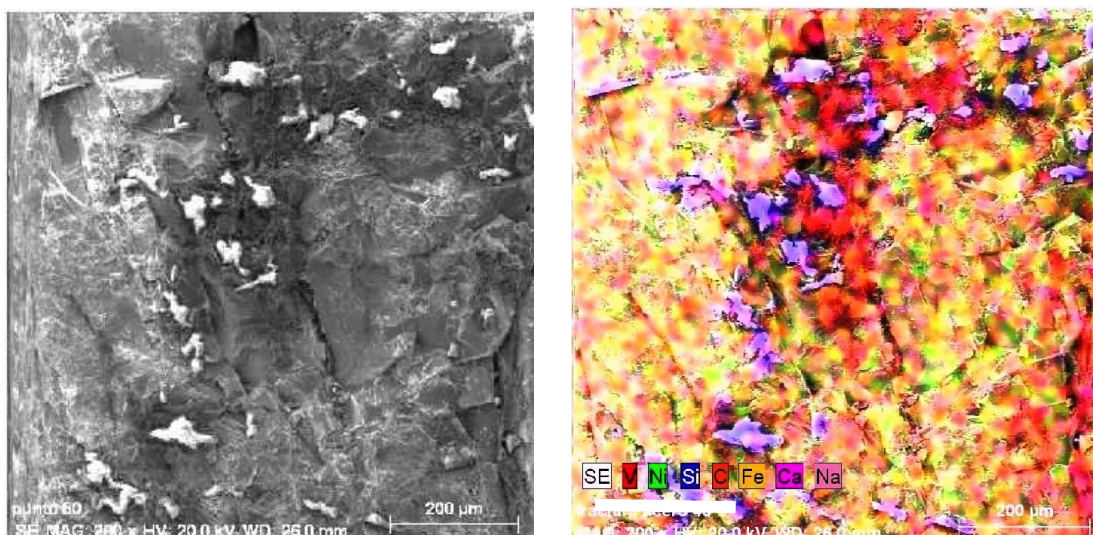
Como se puede observar ambas muestras difieren en la proporción de los compuestos encontrados sin embargo todos los elementos existentes se encontraron combinados con el oxígeno en compuestos complejos.

Estos vanadatos complejos han sido formados debido a la reacción entre compuestos de vanadio y sodio, conforme la ecuación 1.1. Los cuales provienen de la combustión del fuel oil y son derivados de la materia orgánica y estratos de rocas que conforman el crudo.

Cerca del 98% de los compuestos reconocidos en la escoria calcinada a 550 y 650°C son  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  y  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ , que son compuestos con puntos de fusión mas bajos que sus reactantes. Además el vanadio se presenta en todos los compuestos con su mayor valencia (+5). Lo cual brinda una idea del carácter ácido de los compuestos, lo cuales promueven la corrosión en la parte interna del equipo.

### Caracterización por microscopía electrónica de barrido

En la figura 3.3 se observa la composición química de una sección de escoria de incombustos. Analizada por microscopía electrónica de barrido MEB-EDX. Cuyo aumento corresponde a 200x y HV= 20,0 kV



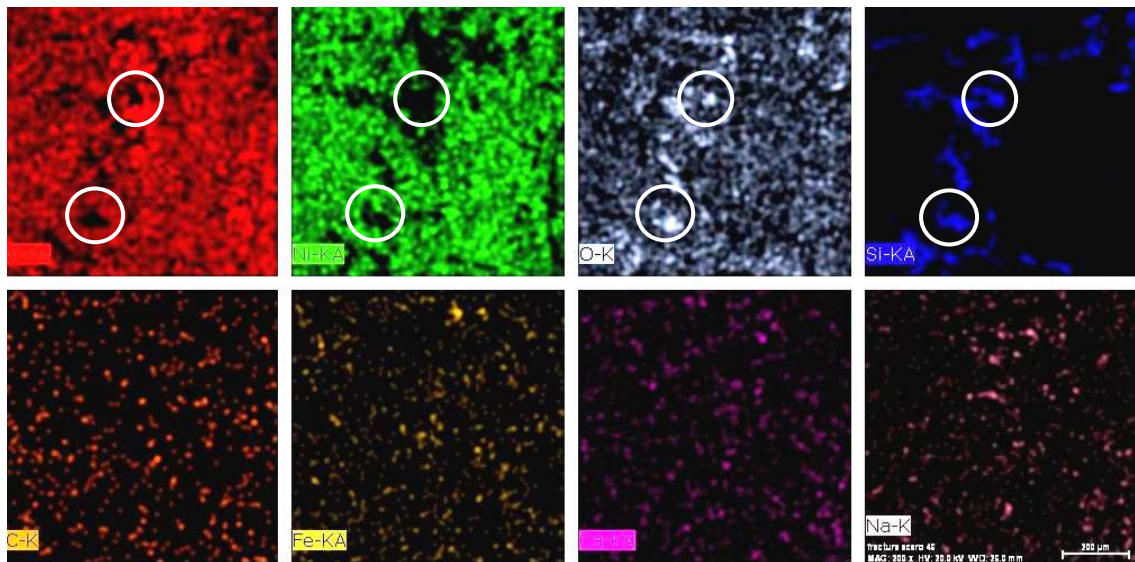
**Figura 3.3.** Sección de escoria de incombustos (aumento=200x)

En la figura 3.3 se aprecia la imagen de una sección de escoria de incombustos aumentada 200 veces y en la segunda imagen se observa la distribución de los

diferentes elementos contenidos en la muestra, los cuales son reconocidos por la coloración e identificados por su descripción en la parte inferior de la fotografía.

Además, se justifica presencia de V, Ni, Fe, Ca y Na como  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  y  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  en la sección de escoria. Las incrustaciones de apariencia brillante, sin duda corresponden  $\text{SiO}_2$ .

A continuación en la figura 3.4 se observa la distribución de los diferentes elementos en la sección de escoria mostrada en la figura 3.3



**Figura 3.4.** Distribución de los elementos por colores en la escoria de incombustos (vanadio, níquel, oxígeno, silicio, carbón, hierro, calcio y sodio) (aumento=200x)

De acuerdo a la coloración de los gráficos se observa que el vanadio, níquel y oxígeno se encuentran en mayor proporción con respecto al silicio, carbón, hierro, calcio y sodio. La superposición del oxígeno y silicio comprueban la existencia  $\text{SiO}_2$  (como se muestra en los dos puntos indicados en la figura).

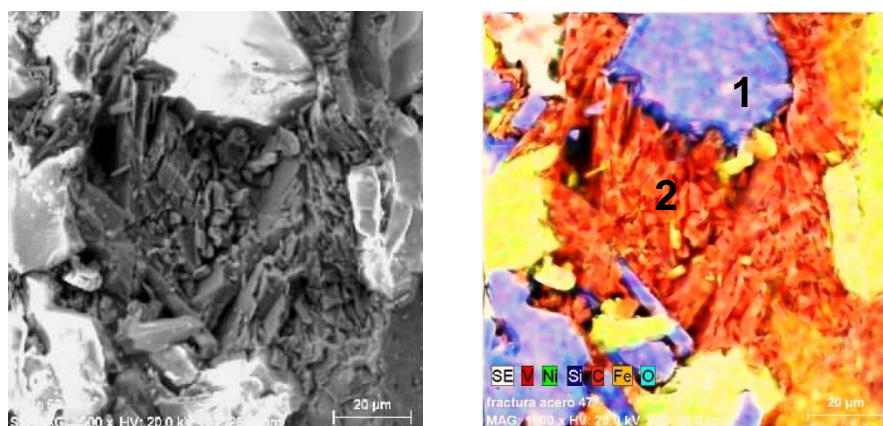
En la tabla 3.11 se reporta el contenido V, Ni, O, C, Si, Na, Fe y Al en la anterior sección analizada

**Tabla 3.11.** Análisis químico de una sección de escoria de incombustos

Elementos	Contenido (%)
Níquel	50,04
Vanadio	31,95
Oxígeno	5,60
Carbón	5,05
Silicio	4,90
Sodio	0,92
Hierro	0,51
Aluminio	0,87

La sección de escoria de incombustos examinada reporta que el 99,84% pertenece a V, Ni, O, C, Si, Na, Fe y Al. La fracción restante corresponde a minerales no analizados en esta sección de material.

En las figuras 3.5 y 3.6 se observa la composición química de una sección de escoria de incombustos. Analizada por microscopía electrónica de barrido MEB-EDX. Cuyo aumento corresponde a 1500x, HV= 20,0 kV y WD= 26 mm.

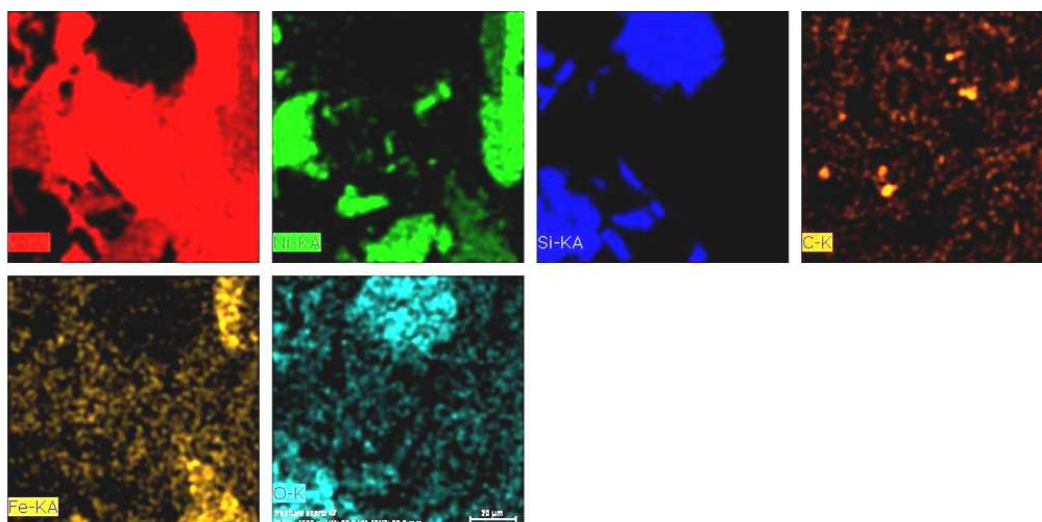
**Figura 3.5.** Sección de escoria de incombustos (aumento=1500x)

Se aprecia una sección de escoria de incombustos aumentada 1500 veces y otra imagen que muestra el contenido químico mediante el uso de diferentes colores. A partir de la segunda imagen se conoce que el contenido químico de la sección de escoria es una combinación de vanadio, níquel, silicio, carbono, hierro, y oxígeno. Se analizó el contenido de químico de dos puntos (que se señalan en la figura). Los resultados se reportan en la tabla 3.12.

**Tabla 3.12.** Análisis químico de dos puntos de una sección de escoria de incombustos

Elementos	Contenido (%)	
	Punto 1	Punto 2
Vanadio	1,47	83,90
Carbón	6,19	4,54
Níquel	-	2,18
Sodio	-	9,38
Silicio	49,10	-
Oxígeno	43,16	-

La diferencia de contenido metálico entre los dos puntos se debe heterogeneidad de la sección analizada. Para una mejor visualización se presenta la figura 3.6 que muestra la distribución de los diferentes elementos.



**Figura 3.6.** Distribución de los elementos en una sección de escoria de incombustos (Vanadio, níquel, silicio, carbón, hierro y oxígeno) (aumento=1500x)

A partir de los análisis por microscopía electrónica de barrido a través de los aumentos 200 y 1500x se justifica presencia de V, Ni, Fe, Ca y Na como  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  y  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  en la sección de escoria. Las incrustaciones de apariencia brillante, sin duda corresponden  $\text{SiO}_2$ .

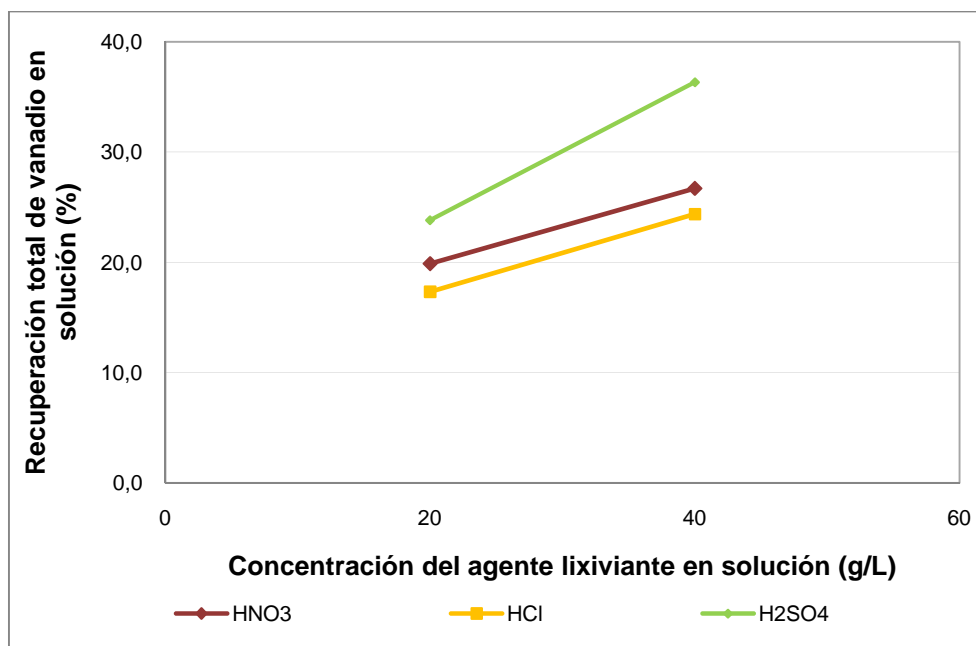
## 3.2 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ÁCIDA DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES Y CALCINADAS

### 3.2.1 LIXIVIACIONES ÁCIDAS PRELIMINARES DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES

A continuación se presentan los resultados de los ensayos en los que se compara el efecto lixivante de tres agentes ácidos sobre las cenizas volantes originales. Estas pruebas se realizaron para escoger el agente ácido que lograría el mayor porcentaje de recuperación de vanadio y níquel del material original. A fin de establecer las condiciones de recuperación de los metales de interés. Los ensayos se realizaron conforme la metodología descrita en la sección 2.2.2 cuyos resultados se reportan en anexos VI y corresponden a la serie B001.

#### Recuperación de vanadio de las cenizas volantes originales

En la figura 3.5 se muestra la recuperación total de vanadio en solución, obtenida de las lixiviaciones con los diferentes agentes ácidos.



**Figura 3.7.** Recuperación total de vanadio en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Como se puede observar la mayor recuperación de vanadio (36,3%) se alcanzó con las cenizas volantes originales lixiviadas en una solución 40 g/L de ácido sulfúrico, con 25% de sólidos, durante 24 horas de agitación (750 rpm). En donde se obtuvo 150 mL de solución fuerte con una concentración de vanadio de 8,15 g/L y 580 mL de solución débil con 1,25 g/L.

La recuperación total de vanadio a partir de las lixiviaciones (20 y 40 g/L) con ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) alcanzó un promedio de 30,1%, en comparación con la recuperación total alcanzada con HCl (20,9%) y con HNO<sub>3</sub> (23,3%).

A continuación en la tabla 3.13 se muestran los volúmenes, concentraciones y porcentajes de recuperación de vanadio de las soluciones fuertes y débiles correspondientes a las lixiviaciones con cada agente ácido.

**Tabla 3.13.** Lixiviaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes originales para recuperar vanadio

Ensayo	Agente	Agente en solución (g/L)	Peso de muestra (g)	Solución fuerte			Solución débil		
				Volumen (L)	Vanadio		Volumen (L)	Vanadio	
					Concentración (g/L)	Recuperación (%)		Concentración (g/L)	Recuperación (%)
B001-1	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20	100,56	0,14	5,51	14,0	0,59	0,89	9,8
B001-2		40	100,95	0,15	8,15	22,8	0,58	1,25	13,5
B001-3	HCl	20	100,00	0,15	3,85	10,9	0,59	0,58	6,4
B001-4		40	101,20	0,12	5,94	12,8	0,59	1,05	11,6
B001-5	HNO <sub>3</sub>	20	100,29	0,15	3,66	10,0	0,57	0,93	9,9
B001-6		40	100,53	0,15	4,99	14,2	0,56	1,20	12,5

Como se puede apreciar en la lixiviación con ácido sulfúrico, la concentración de vanadio en las soluciones fuertes fue 6,40 veces mayor que las concentraciones en las soluciones débiles. A diferencia de las lixiviaciones realizadas con otros agentes cuyas relaciones entre sus soluciones fuertes y débiles son menores; 6,01 para aquellas con ácido clorhídrico (HCl) y 4,07 para aquellas con ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>).

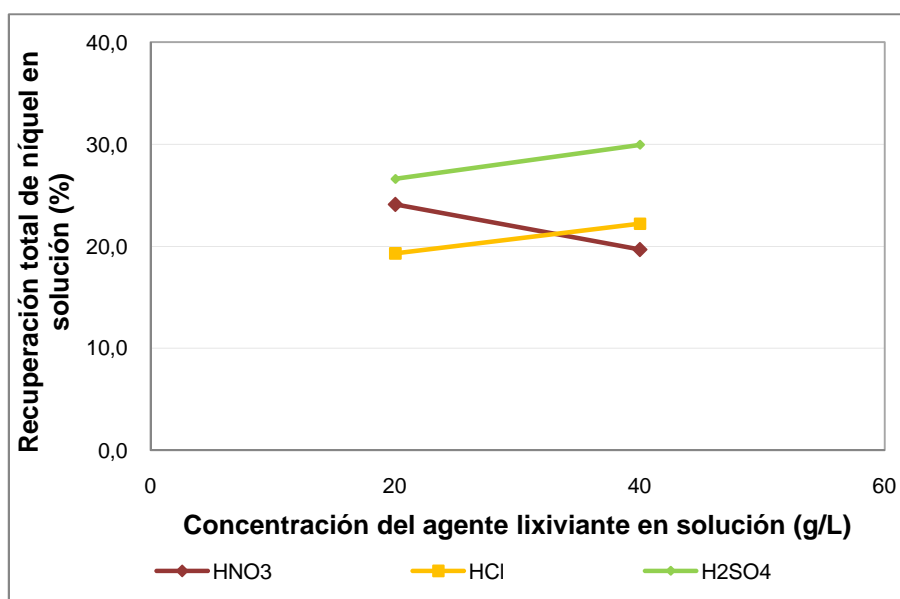
Si se compara los volúmenes de las soluciones lixiviantes iniciales con aquellos de las soluciones fuertes, recogidas después de la filtración, se nota que a las 24 horas de lixiviación se recuperó 47,0% de las soluciones lixiviantes iniciales como soluciones fuertes, es decir durante el proceso de filtrado las tortas de cenizas volantes absorbieron 53,0% de las soluciones lixiviantes iniciales.

Mientras que el 3,5% del volumen del agua del lavado se quedó retenido en las tortas y el 96,4% de los volúmenes de agua se transformaron en soluciones débiles.

De esta manera si se calcula un promedio de las recuperaciones de vanadio debido al lavado de la torta se observa que el 43,2% de la recuperación total se debe a la solución débil. Por tanto es necesario realizar lavados de las tortas para evitar pérdidas de vanadio ocasionadas por la absorción de las cenizas volantes.

### Recuperación de níquel de las cenizas volantes originales

En la figura 3.6 se observa la recuperación total de níquel frente a la concentración del agente lixiviante en solución. El valor correspondiente a la recuperación total pertenece a la sumatoria de la recuperación lograda con la solución fuerte y débil.



**Figura 3.8** Recuperación total de níquel en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO<sub>3</sub> y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



Aunque las recuperaciones de níquel a estas condiciones son bajas, la mayor disolución de níquel (29,9%) se alcanzó con 40 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. En la cual se obtuvo 150 mL de solución fuerte con 1,71 g/L de níquel recuperando 15,8% y 580 mL de solución débil con una concentración de 0,40 g/L, recuperando 14,1%.

En la tabla 3.14 se presentan los volúmenes, concentraciones y porcentajes de recuperación de níquel de las soluciones fuertes y débiles correspondientes a los ensayos realizados con las diferentes soluciones ácidas.

**Tabla 3.14.** Lixiviaciones ácidas preliminares de las cenizas volantes para recuperar níquel

Ensayo	Agente	Agente en solución (g/L)	Peso de muestra (g)	Solución fuerte			Solución débil		
				Volumen (L)	Níquel		Volumen (L)	Níquel	
					Concentración (g/L)	Recuperación (%)		Concentración (g/L)	Recuperación (%)
B001-1	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20	100,56	0,14	2,47	20,7	0,59	0,16	5,8
B001-2		40	100,95	0,15	1,71	15,8	0,58	0,40	14,1
B001-3	HCl	20	100,00	0,15	1,36	12,6	0,59	0,18	6,7
B001-4		40	101,20	0,12	1,40	9,9	0,59	0,34	12,3
B001-5	HNO <sub>3</sub>	20	100,29	0,15	1,36	12,3	0,57	0,34	11,8
B001-6		40	100,53	0,15	1,15	10,8	0,56	0,26	8,9

Como se puede observar en los ensayos con ácido sulfúrico la recuperación de níquel en las soluciones fuertes fue 2,34 veces mayor que la recuperación en las soluciones débiles. De esta manera la solución fuerte contribuyó en 65,4% a la recuperación total de níquel

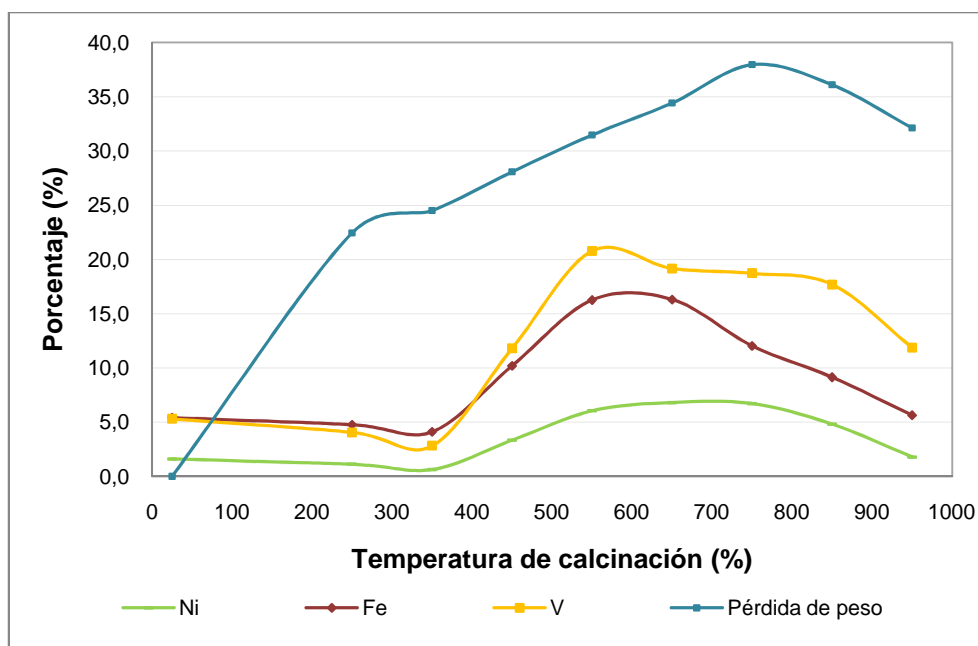
Aunque las recuperaciones totales de vanadio (36,3%) y níquel (29,9%) son bajas se seleccionó al H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como agente lixivante debido a que disuelve un mayor porcentaje de compuestos conformados por vanadio y níquel, en comparación con HCl, HNO<sub>3</sub>. El gran poder disolvente del H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> puede deberse a las condiciones experimentales en las cuales se desarrollaron las lixiviaciones y/o a la facilidad de los vanadatos complejos para reaccionar con iones sulfato (SO<sub>4</sub><sup>2+</sup>). Además su bajo precio y disminución de pérdidas por manipulación justifica su uso en relación al HCl y HNO<sub>3</sub>, como se explica en la sección 1.3.1.2.

### 3.2.2 LIXIVIACIÓN CON ACIDO SULFURICO DE LAS CENIZAS VOLANTES ORIGINALES Y CALCINADAS

A continuación se muestran los resultados obtenidos de las calcinaciones y lixiviaciones de las cenizas volantes.

#### 3.2.2.1 Calcinación de las cenizas volantes

En la figura 3.9 y tabla 3.15 se observa el efecto de la temperatura de calcinación sobre la pérdida de peso de las cenizas volantes y la concentración de vanadio, níquel y hierro. Los ensayos correspondientes a la concentración de los metales pertenecen a la serie BC01 y aquellos que describen la pérdida de peso a la serie BC02. Los cuales se publican en el anexo V.



**Figura 3.9.** Pérdida de peso y concentración de vanadio, níquel y hierro en las cenizas volantes calcinadas de 250 a 950 °C.

**Tabla 3.15.** Concentración de los minerales en la escoria de incombustos debido a la calcinación

Temperatura de calcinación (°C)	Concentración de minerales en la muestra (%)			Pérdida de peso (%)
	V	Ni	Fe	
-	5,3	1,6	5,4	0,00
250	4,0	1,1	4,8	22,5
350	2,8	0,6	4,1	24,5
450	11,8	3,3	10,2	28,1
550	20,8	6,0	16,3	31,5
650	19,2	6,8	16,3	34,4
750	18,7	6,7	12,0	38,0
850	17,7	4,8	9,1	36,1
950	11,9	1,8	5,6	32,1

Tanto en la figura 3.9 como en la tabla 3.15 se observa que las cenizas volantes han perdido un promedio de 2,7% de peso por cada 100 °C de aumento en la calcinación realizada desde 250 hasta 950 °C. Esto puede deberse al desprendimiento del agua ligada, material volátil y descomposición de la materia orgánica, cuyo valor alcanza el 87,1% del material, de acuerdo a los ensayos realizados en la determinación de humedad, volátiles y carbón fijo.

La concentración de vanadio, níquel y hierro en las cenizas volantes mantienen una tendencia lineal positiva desde los 350 °C hasta 550 °C. Esto puede suceder debido a que la pérdida de peso, durante este rango de temperaturas, lo cual se debe principalmente a la descomposición de la materia orgánica.

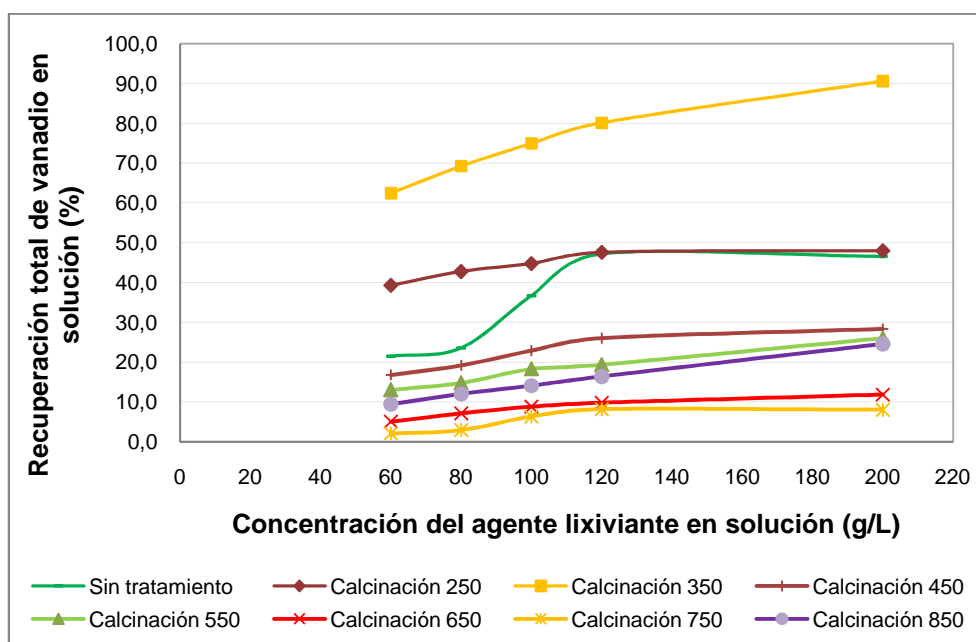
A partir de los 550 °C la reducción de la concentración de los metales puede corresponder al incremento del peso de la muestra debido a la presencia de óxidos complejos con mayor molecular como  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  (569 g/mol),  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  (256 g/mol),  $\text{FeV}_2\text{O}_5$  (206 g/mol),  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$  (189 g/mol),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (160 g/mol) y  $\text{V}_2\text{O}_3$  (150 g/mol).

### 3.2.2.2 Lixiviación con ácido sulfúrico de cenizas volantes originales y calcinadas

A continuación se presentan los resultados obtenidos de las lixiviaciones realizadas con soluciones de ácido sulfúrico a las cenizas volantes originales (sin tratamiento previo) y calcinadas (250, 350, 450, 550, 650, 750 y 850 °C). La metodología aplicada se encuentra en la sección 2.2.3 y 2.2.4.1 respectivamente. El detalle de los ensayos se presentan en el anexo VI, la serie B002 corresponde al material original y B003 al material calcinado.

#### Recuperación de vanadio de las cenizas volantes originales y calcinadas.

En la figura 3.10 se observa la recuperación de vanadio a partir de las cenizas volantes calcinadas y originales lixiviadas con diversas concentraciones de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



**Figura 3.10.** Recuperación total de vanadio en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes originales y calcinadas

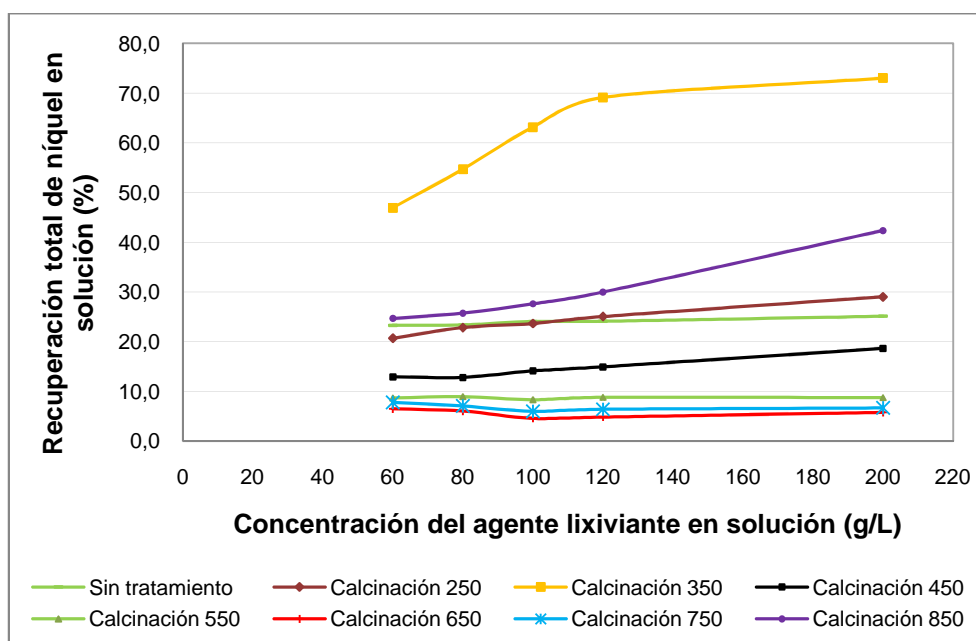
En la figura 3.10 la máxima recuperación de vanadio (90,6%) se logró con las cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 2 horas y lixiviadas por 24 horas en una solución de 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. De este ensayo se obtuvo 32 mL de solución fuerte con una concentración de 7,70 g/L y 55 mL de solución débil con 4,8 g/L de vanadio. Se recuperó 53,3% de la solución lixiviante inicial como solución fuerte.

Por otro lado la recuperación de vanadio con cenizas calcinadas a 250 °C (47,2%) se logró con una solución de 120 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, las durante 2 horas.

Aquellos ensayos realizados con material calcinado a 450, 550, 650, 750 y 850 °C no alcanzaron recuperaciones mayores a 28,3%. Discriminando estas temperaturas de calcinación para la recuperación de vanadio debido a la formación de una asíntota a partir de la concentración 120 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### Recuperación de níquel de las cenizas volantes originales y calcinadas

En la figura 3.11 se observa las recuperaciones totales de níquel alcanzadas por las diferentes soluciones de ácido sulfúrico



**Figura 3.11.** Recuperación total de níquel en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes calcinadas

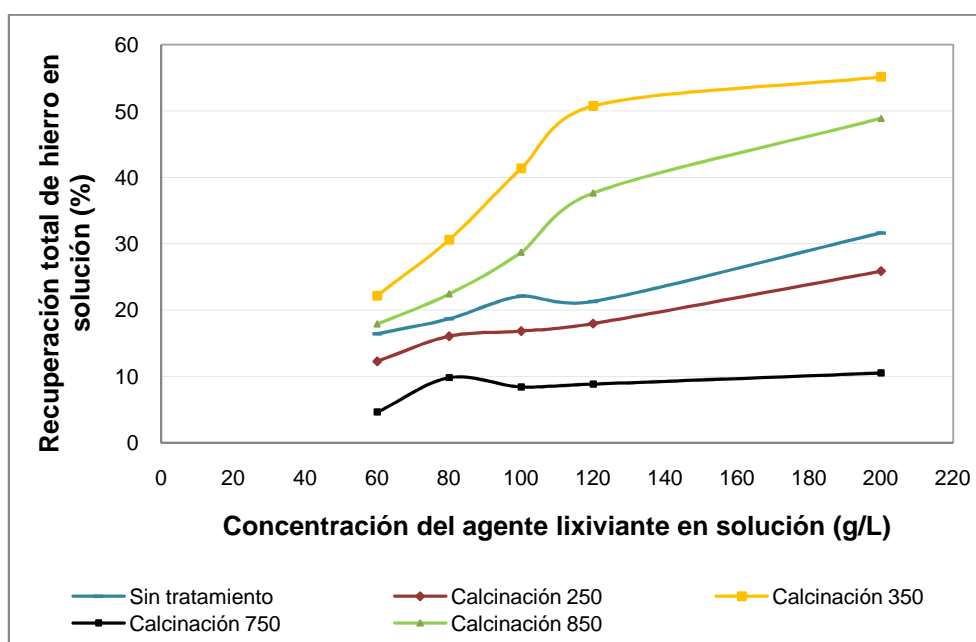
En la figura 3.11 la mayor recuperación de níquel se alcanzó con material calcinado a 350 °C durante 2 horas y lixiviasdas con una solución de 200 g/L durante 24 horas. Bajo estas condiciones el aumento de la concentración de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> desde 120 a 200 g/L acrecentó 3,9% la recuperación total de níquel.

En las lixiviasiones realizadas con cenizas volantes calcinadas a 250, 450 y 850 la máxima recuperación fue 42,3% con una solución de 200 g/L de ácido sulfúrico.

Las calcinaciones realizadas a 550, 650 y 750 °C no favorecieron la recuperación de níquel, mientras que la mayor recuperación de níquel con las cenizas volantes originales (25,1%) se alcanzó con la lixiviación 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

### Recuperación de hierro de las cenizas volantes originales y calcinadas

En la figura 3.12 se observan las recuperaciones totales de hierro realizadas con diferentes soluciones de ácido sulfúrico sobre las cenizas volantes calcinadas.

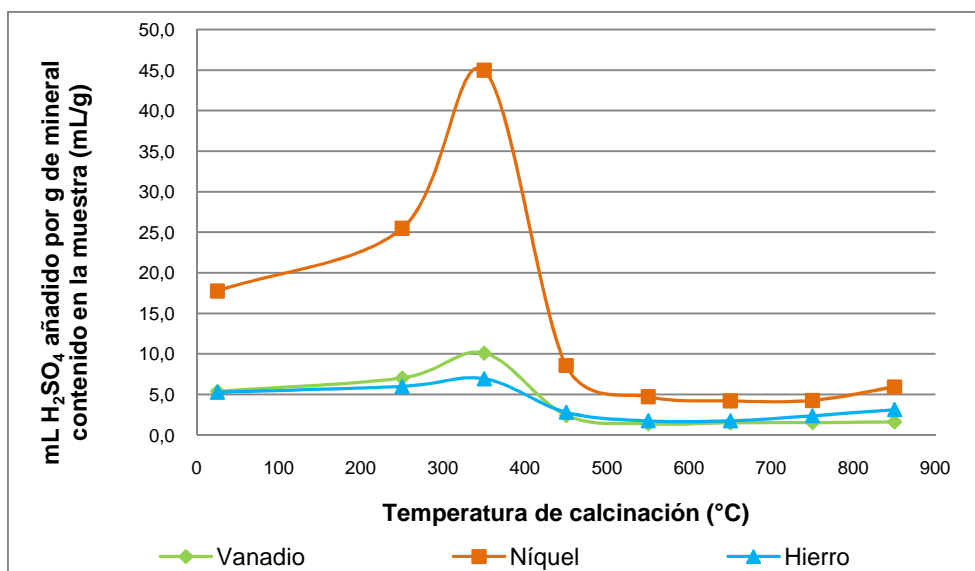


**Figura 3.12.** Recuperación total de hierro en solución de ácido sulfúrico a partir de las cenizas volantes calcinadas

En la figura 3.12, la máxima recuperación de hierro se logró con las cenizas calcinadas a 350 °C y lixiviadas durante 24 horas con una solución de 200 g/L de ácido sulfúrico. En dicho ensayo se obtuvo 32 mL de solución fuerte con una concentración de 7,99 g/L y 55 mL de solución débil con una concentración de 3,51 g/L de hierro. No se pudo determinar una relación entre la temperatura de calcinación y el grado de disolución de los compuestos de hierro en los ensayos realizados a 250, 750 y 850 °C de 60 a 200 g/L. Sin embargo se encontró que las cenizas volantes calcinadas a 350 °C y lixiviadas con una solución de 200 g/L de ácido sulfúrico logran la mayor disolución de los metales de interés, como se explicó anteriormente en el caso de vanadio y níquel.

La máxima recuperación de hierro en las cenizas volantes originales, fue de 31,6%, alcanzada con una solución de 120 g/L de ácido sulfúrico durante las 24 horas de agitación. Además durante estos ensayos el incremento de la recuperación de hierro fue de 15,2% desde la lixiviación realizada con 60 g/L hasta aquella realizada con 200 g/L. Es decir el incremento del factor de lixiviación (mL ácido/g material) de 0,18 a 0,60 logra un aumento de la recuperación 15,2% del metal.

En todos los casos las mayores recuperaciones de vanadio, níquel y hierro se alcanzaron con el material calcinado a 350 °C con respecto a las muestras calcinadas a 250, 450, 550, 650, 750 y 850 °C esto podría deberse a la menor concentración de los metales de interés en el material, es decir bajo las mismas condiciones de porcentaje de sólidos (25%) y concentración del  $H_2SO_4$  (60, 80, 100, 120 y 200 g/L) el volumen del agente lixivante en la pulpa es mayor con respecto a la cantidad de minerales existentes en el material. Por lo tanto para un mismo volumen  $H_2SO_4$  existe la posibilidad de disolver una mayor cantidad del vanadio, níquel y hierro existente en las cenizas volantes cuando su concentración es menor. Como se puede observar en la figura 3.13.



**Figura 3.13.** Cantidad de vanadio existente en las cenizas volantes calcinadas a diferentes temperaturas.

### **3.2.3 DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS, TIEMPO DE CALCINACIÓN Y LIXIVIACIÓN**

Una vez seleccionada la temperatura de calcinación del material (350 °C), agente lixivante (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y concentración en solución (120 y 200 g/L) que permitieron la mayor recuperación de los metales de interés se procedió a variar el porcentaje de sólidos desde 33,3% (1:3), 25,0% (1:4), 20,0% (1:5), 16,6% (1:6), 14,3% (1:7) hasta 12,5% (1:8), tiempo de calcinación (0,5; 1,0; 1,5; 2,5 y 3,0 horas) y lixiviación (0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24,0 horas) a fin de mejorar su recuperación.

Las lixivaciones se realizaron con cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 2 horas y lixiviadas con dos soluciones de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L) a fin de formar pulpas con porcentajes de sólidos (relación sólido líquido): 33,3% (1:3), 25,0% (1:4), 20,0% (1:5), 16,6% (1:6), 14,3% (1:7) y 12,5%

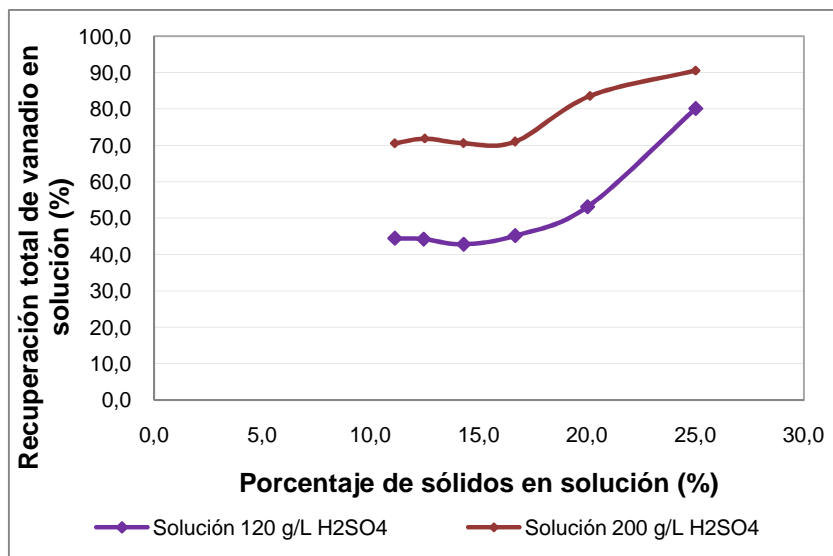
#### **3.2.3.1 Determinación del porcentaje de sólidos en las lixivaciones de cenizas volantes calcinadas a 350 °C**

Para realizar estos ensayos se escogieron dos soluciones de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Las cuales entregaron las dos mayores recuperaciones de los metales de interés (120 y 200 g/L). Las lixivaciones corresponden a la serie BR01, se realizaron según la metodología de la sección 2.2.5.1 y se detallan en el anexo VII.

#### **Recuperación de vanadio de las cenizas volantes**

En la figura 3.14 se muestra la recuperación total de vanadio de acuerdo al porcentaje de sólidos en solución.





**Figura 3.14.** Recuperación de vanadio a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C

De todos los porcentajes de sólidos ensayados (25,0; 20,0; 16,7; 14,3; 12,5 y 11,1 %) con las cenizas volantes calcinadas a 350 °C y diferentes concentraciones de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L), durante 24 horas, las lixiviaciones con mayor cantidad de sólidos (25,0%) entregaron mayor recuperación de vanadio.

En el ensayo realizado con 120 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se recuperó 80,1% de vanadio, mientras la lixiviación realizada con 200 g/L recuperó 90,6%.

En el ensayo realizado con 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> se recogió 32 mL de solución fuerte con una concentración de 7,70 g/L recuperando 43,5% de vanadio y 55 mL de solución fuerte con una concentración de 4,84 g/L recuperando un 47,0% del vanadio total contenido en la muestra calcinada a 350 °C.

El incremento de la densidad de la pulpa desde 1,13 g/mL (11,1% de sólidos) hasta 1,33 g/mL (25,0%) contribuyó a un aumento de 35,6% en la recuperación de vanadio para la lixiviación realizada con 120 g/L y en 20,0% para aquella realizada con 200 g/L.

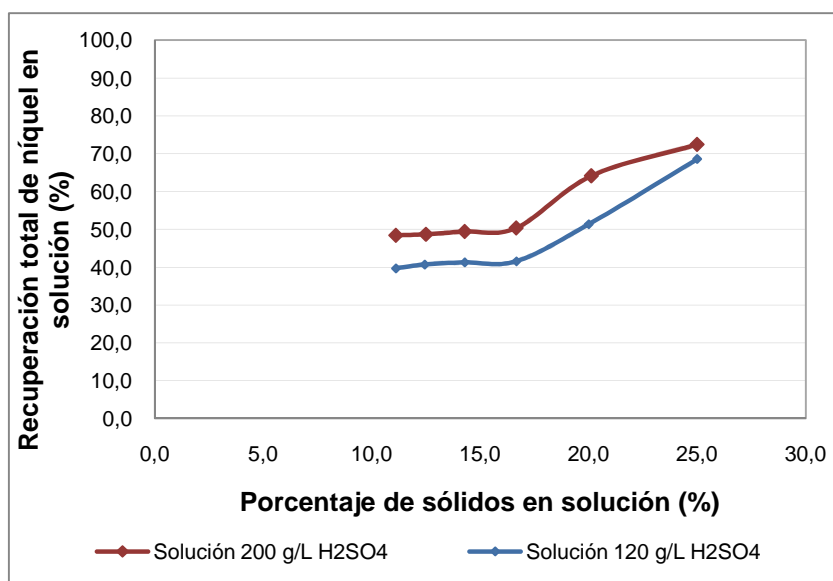
De todos los ensayos realizados con 200 g/L de ácido sulfúrico, aquel efectuado con 25% de sólidos recuperó la menor cantidad (53,3%) de solución lixivante

inicial como solución fuerte en comparación con el ensayo realizado a 11,1% de sólidos que recogió 68,9% de solución lixivante como solución fuerte. Lo cual justificó la utilización de una menor cantidad de agua en la formación de la pulpa.

Cabe resaltar que la densidad de la pulpa, como el factor de lixiviación muestran una determinada relación para la recuperar vanadio. Para la densidad de la pulpa debe haber suficiente muestra para conseguir un valor de 1,3 g/mL y suficiente cantidad de ácido para alcanzar 0,6 mL de por cada gramo de material.

### Recuperación de níquel de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C

En la figura 3.15 se aprecia el efecto de la variación del porcentaje de sólidos sobre la recuperación de níquel mediante el uso de dos soluciones de ácido sulfúrico (120 y 200 g/L).



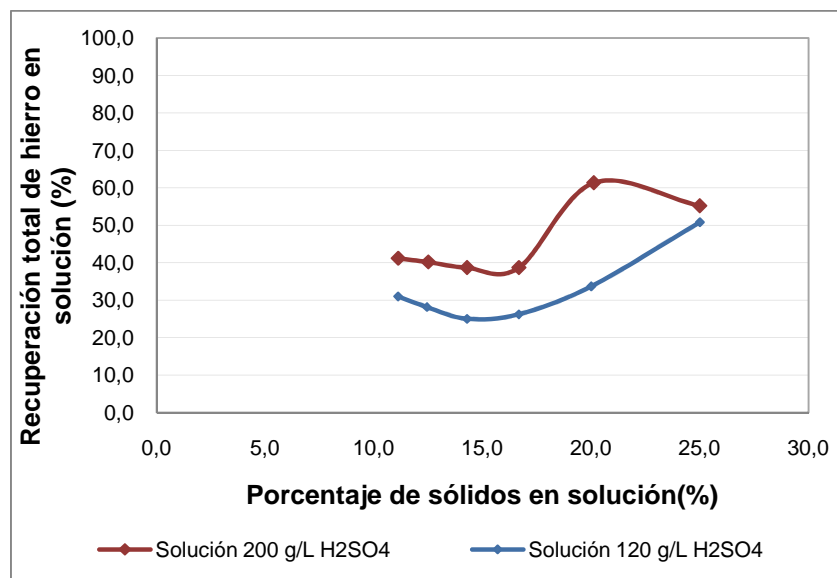
**Figura 3.15.** Recuperación de níquel a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C.

La lixiviación con 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 25% sólidos recuperó 72,5% de níquel. Mientras la lixiviación realizada con 120 g/L recuperó 68,2%.

Sin embargo no es posible incrementar el porcentaje de sólidos para aumentar la recuperación de níquel, porque la absorción de agua por parte del material evita la formación de una pulpa con un menor volumen de solución.

### Recuperación de hierro de las cenizas volantes calcinadas a 350°C

En la figura 3.16 se observa la recuperación de hierro en solución gracias a la variación del porcentaje de sólidos de dos soluciones de ácido sulfúrico.



**Figura 3.16.** Recuperación de hierro a partir de la lixiviación con 120 y 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a diferentes porcentajes de sólidos sobre material calcinado a 350 °C

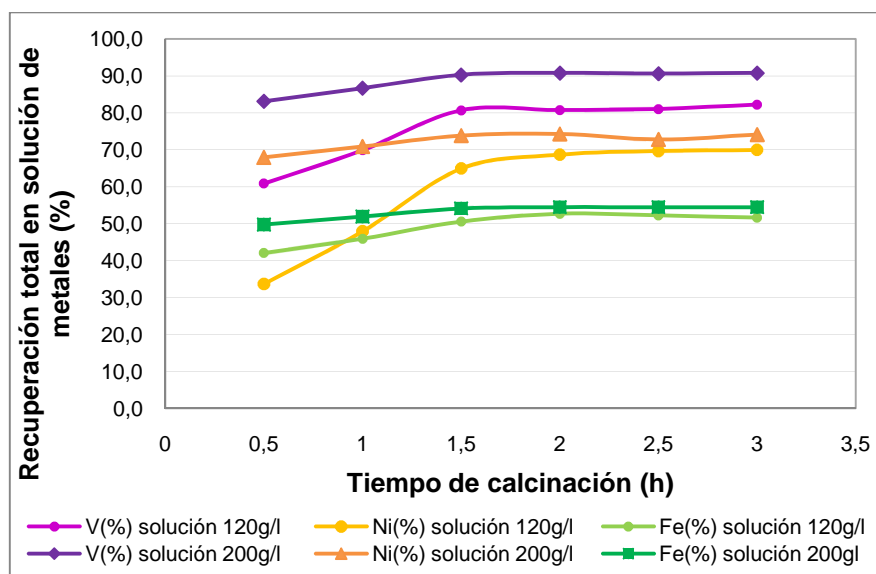
Aun cuando la recuperación de hierro no es de primordial interés, se puede observar que la mayor recuperación (61,4%) se logró cuando se empleó una solución de 200 g/L con un porcentaje de sólidos de 20,0% (1:4). La diferencia promedio entre las recuperaciones logradas con la solución de 200 g/L y 120 g/L es 4,4%.

En todos los casos, las máximas recuperaciones de vanadio, níquel y hierro se logran cuando la pulpa tiene una densidad de 1,33 g/mL (25,0%), esto podría deberse a que la cantidad de solución es mucho menor con respecto a la cantidad de cenizas volantes lo que implica un mayor contacto entre el agente lixivante y el material.

### 3.2.3.2 Determinación del tiempo de calcinación de las cenizas volantes

Una vez seleccionadas las condiciones de operación: temperatura de calcinación (350 °C), porcentaje de sólidos (25,0%), agente lixivante y concentración (120 y 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) que lograrían una mayor recuperación de vanadio, níquel y hierro se procedió a variar el tiempo de calcinación (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 y 3,0 horas) a fin de mejorar la recuperación. Se debe mencionar que se escogió dos soluciones de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (120 y 200 g/L) para realizar este ensayo. Las mismas que entregaron las dos mayores recuperaciones cuando se lixivió durante 24 horas con 25% de sólidos sobre cenizas volantes calcinadas a 350 °C por 2 horas.

Los ensayos se realizaron conforme la metodología de la sección 2.2.5.2, corresponden a la serie BTC1 y se detallan en el anexo VII. En la figura 3.17 se muestran las recuperaciones de vanadio, níquel y hierro a partir de materiales calcinados a diferentes tiempos.

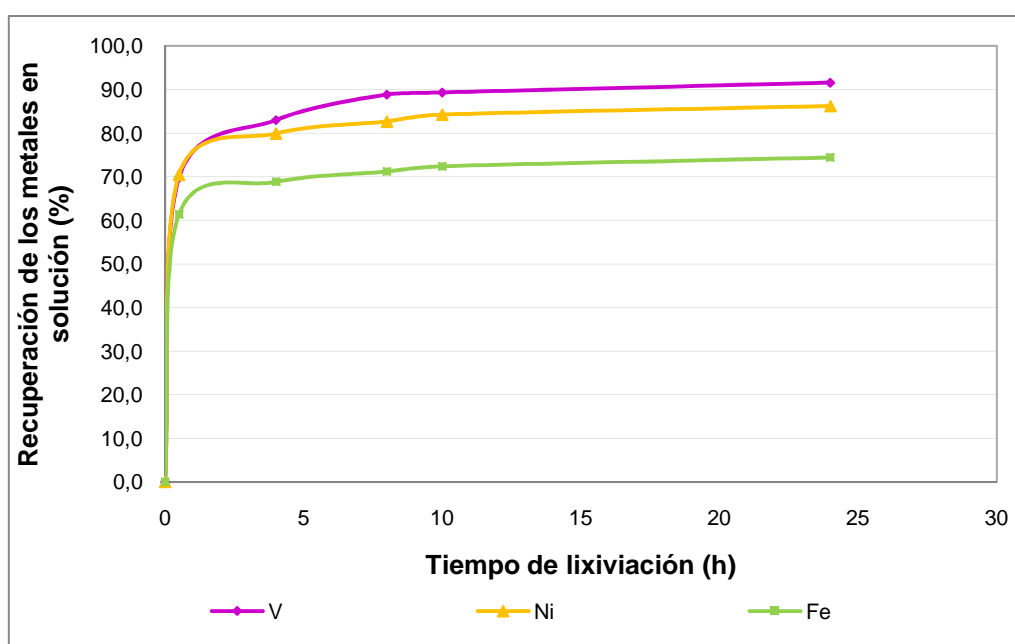


**Figura 3.17.** Recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes calcinadas a diferentes tiempos y lixiviadas con 120 y 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

En la figura 3.17 la mayor recuperación de los metales de interés se consiguió con las cenizas volantes calcinadas durante 1,5 horas a 350 °C y lixiviadas con 200 g/L. A partir de estos resultados se procedió a realizar la cinética de la lixiviación a fin de reducir el tiempo lixiviación.

### 3.2.3.3 Determinación del tiempo de lixiviación de las cenizas volantes

Una vez seleccionados el tiempo y temperatura de calcinación (1,5 horas a 350 °C), agente lixiviante, concentración en solución (200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) y el porcentaje de sólidos (25%) se efectuaron ensayos a diferentes tiempos a fin de reducir su valor original de 24 horas, como se presenta en la figura 3.18. La metodología empleada se encuentra en la sección 2.2.5.3 y se detalla en el anexo VII, serie BT01.



**Figura 3.18.** Recuperación total en solución de vanadio, níquel y hierro a partir de cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 1,5 horas y lixiviadas con 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 25% de sólidos desde 0,5 hasta 24 horas

En la figura 3.18 se observa que el mecanismo de la lixiviación hasta las 4 horas, está dominado por las reacciones de disolución en la superficie de las partículas y a partir de este tiempo la recuperación decae, porque los fenómenos de difusión empiezan a retardar la reacción entre el disolvente y el material.

A las 24 horas de lixiviación se obtuvieron las máximas recuperaciones de los minerales de interés: vanadio 91,5%, níquel 86,2% y hierro 73,7%. De acuerdo a los ensayos realizados se estableció como 8 horas el tiempo adecuado para la lixiviación en el cual se recuperó 88,5% de V, 83,4% de Ni y 70,6% de Fe.

### 3.3 ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN ÁCIDA, BÁSICA Y SALINA DE LA ESCORIAS DE INCOMBUSTOS

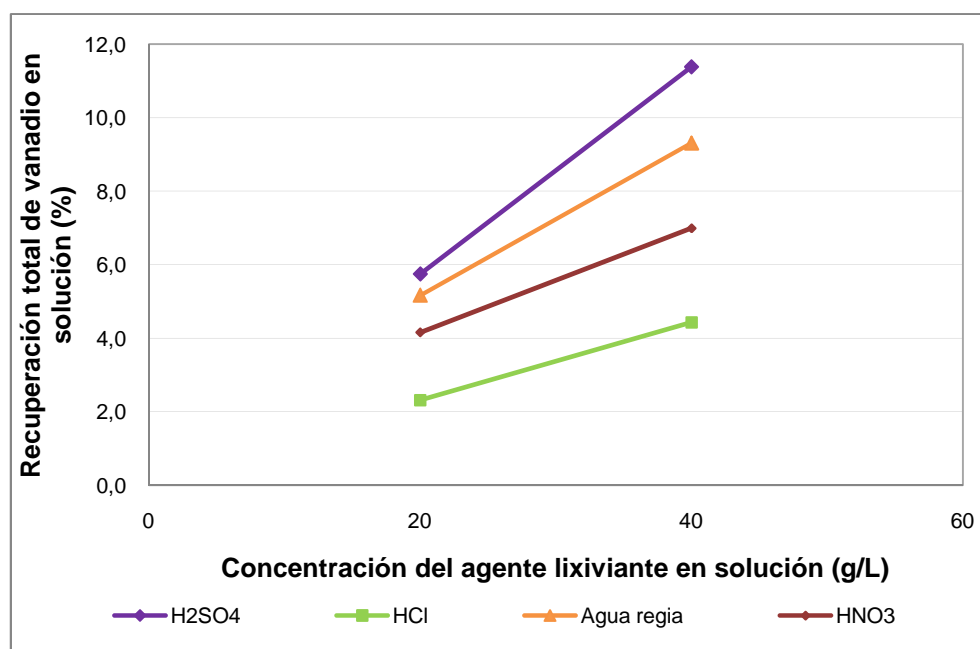
#### 3.3.1 LIXIVIACIÓN ÁCIDA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

##### 3.3.1.1 Pruebas ácidas preliminares de la escoria de incombustos

Con estos ensayos se seleccionó el agente ácido adecuado para las posteriores lixiviaciones. La selección del agente dependió del porcentaje de recuperación de los minerales de interés. Estos ensayos se realizaron conforme la sección 2.3.2.1. Corresponden a la serie A001 y se detallan en el Anexo VIII.

##### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.19 se muestra la recuperación de vanadio a partir de la escoria de incombustos lixiviada durante 24 horas, con 25% de sólidos, con diferentes concentraciones (20 y 40 g/L) de agentes ácidos.



**Figura 3.19.** Recuperación total de vanadio en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y HCl-HNO<sub>3</sub> (3:1)

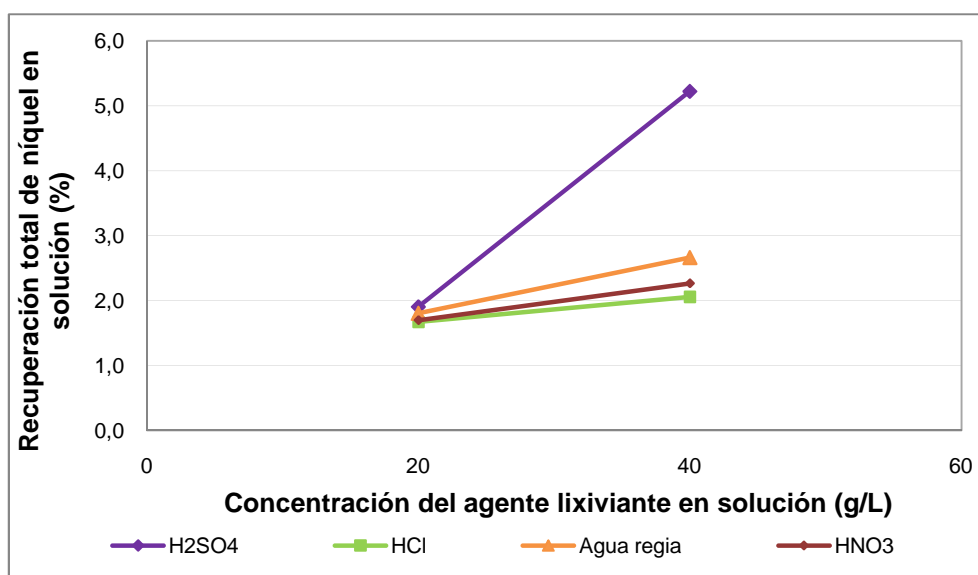
En la figura 3.19 la mayor recuperación de vanadio (11,4 %) se obtuvo con la escoria de incombustos lixiviada con 40 g/L ácido sulfúrico. En la cual se recuperó 255 mL de solución fuerte con una concentración de vanadio de 11,79 g/L y 586 mL de solución débil con una concentración de 0,49 g/L.

Si se realiza una comparación entre todos los ensayos ácidos, se observa que mediante la lixiviación con ácido sulfúrico se obtuvo una recuperación 2,54 veces mayor que aquella realizada con ácido clorhídrico, 1,54 veces mayor que aquella realizada con ácido nítrico y 1,18 veces mayor que aquella con agua regia.

En las lixiviaciones ácidas realizadas la mayor parte de vanadio recuperado se obtuvo de la solución fuerte, es decir el lavado de las tortas contribuye a un incremento de la recuperación de 0,1% para el caso de la lixiviación con ácido sulfúrico, 0,4% para el ácido clorhídrico, 0,5% para el ácido nítrico y 0,5% en el caso del agua regia. Además un promedio de 10,8% del volumen total de la solución lixivante fueron retenidos por la torta.

### Recuperación de níquel

En la Figura 3.20 se observa la recuperación total de níquel en solución lograda mediante la lixiviación con HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y HCl-HNO<sub>3</sub> (3:1).



**Figura 3.20.** Recuperación total de níquel en soluciones ácidas de 20 y 40 g/L de HCl, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y HCl-HNO<sub>3</sub> (3:1)

Los ensayos realizados con soluciones de ácido sulfúrico entregaron una recuperación 1,91 veces mayor que las lixiviaciones realizadas con ácido clorhídrico, 1,80 veces mayor que las realizadas con ácido nítrico y 1,60 veces mayor que las preparadas con agua regia.

La mayor recuperación de níquel (5,2 %) se logró con la solución de ácido sulfúrico 40 g/L, obteniendo 255 mL de solución fuerte con una concentración de 1,46 g/L y 586mL de solución débil con una concentración de 0,10 g/L.

En la tabla 3.16 se muestra el volumen, tipo de agente y concentración de las soluciones lixiviantes.

**Tabla 3.16.** Lixiviaciones ácidas preliminares de la escoria de incombusto para recuperar níquel

Ensayo	Agente	Agente en solución (g/L)	Peso de muestra (g)	Solución fuerte			Solución débil		
				Volumen (L)	Níquel		Volumen (L)	Níquel	
					Concentración (g/L)	Recuperación (%)		Concentración (g/L)	Recuperación (%)
A001-1	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	20	100,40	0,25	0,58	1,76	0,59	0,02	0,14
A001-2		40	100,64	0,26	1,46	4,54	0,59	0,10	0,68
A001-3	HCl	20	101,20	0,25	0,52	1,58	0,59	0,01	0,09
A001-4		40	102,01	0,25	0,59	1,77	0,58	0,04	0,28
A001-5	HNO <sub>3</sub>	20	100,36	0,26	0,46	1,48	0,58	0,03	0,21
A001-6		40	99,95	0,28	0,58	2,02	0,57	0,04	0,25
A001-5	Agua regia	20	50,00	0,15	0,43	1,59	0,06	0,15	0,21
A001-6		40	50,00	0,15	0,64	2,36	0,06	0,20	0,30

Se observa que las soluciones débiles, producto del lavado de las tortas aportan una recuperación de hierro de 0,41% en el caso del ácido sulfúrico, 0,18% con ácido clorhídrico, 0,23% para el caso del ácido nítrico y 0,26% con los ensayos realizados con agua regia.

Conforme con los ensayos realizados con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, HNO<sub>3</sub> y HCl-HNO<sub>3</sub> (3:1) a dos concentraciones (20 y 40 g/L) se concluyó que los agentes ácidos usados para las posteriores lixiviaciones serán ácido sulfúrico y agua regia debido a su poder lixivante sobre los vanadatos complejos.

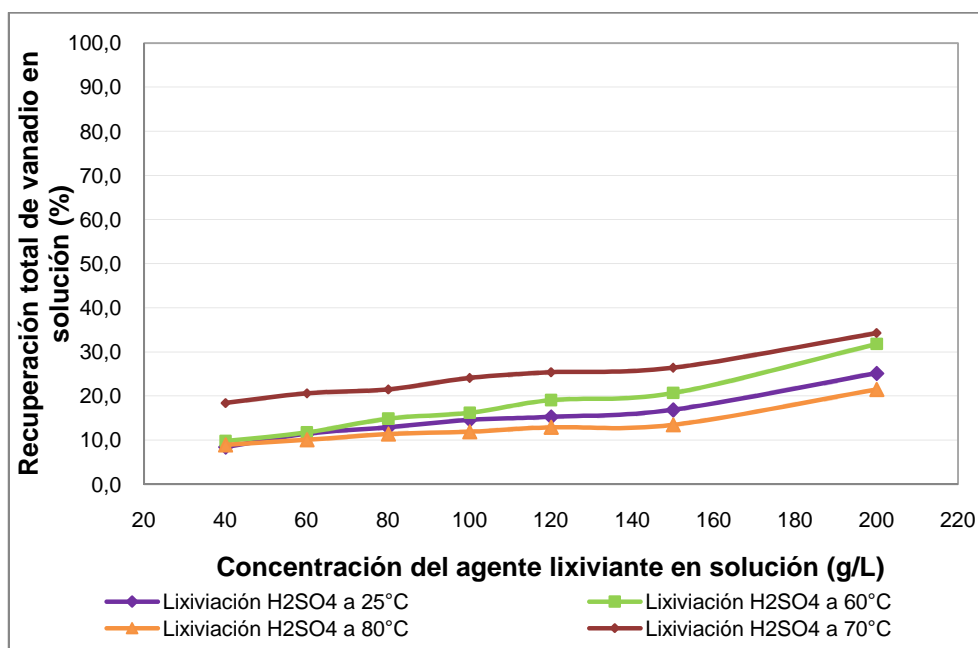


### 3.3.1.2 Lixiviación con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas sobre la escoria de incombustos

Los ensayos se realizaron con 40, 60, 80, 120, 150 y 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 25, 60, 70 y 80 °C con escoria de incombustos original, 25% de sólidos, en lecho agitado (750 rpm) durante 24 horas. Las lixiviaciones se efectuaron según la metodología de la sección 2.3.2.2, el detalle de los ensayos se muestra en anexos VIII, donde la serie A002 corresponde a la lixiviación a 25 °C y la serie A004 a 60, 70 y 80 °C.

#### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.21 se observa la recuperación total de vanadio a partir de las lixiviaciones con soluciones de ácido sulfúrico. Las lixiviaciones fueron desarrolladas a diferentes temperaturas, como se observa a continuación.



**Figura 3.21.** Recuperación total en solución de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas

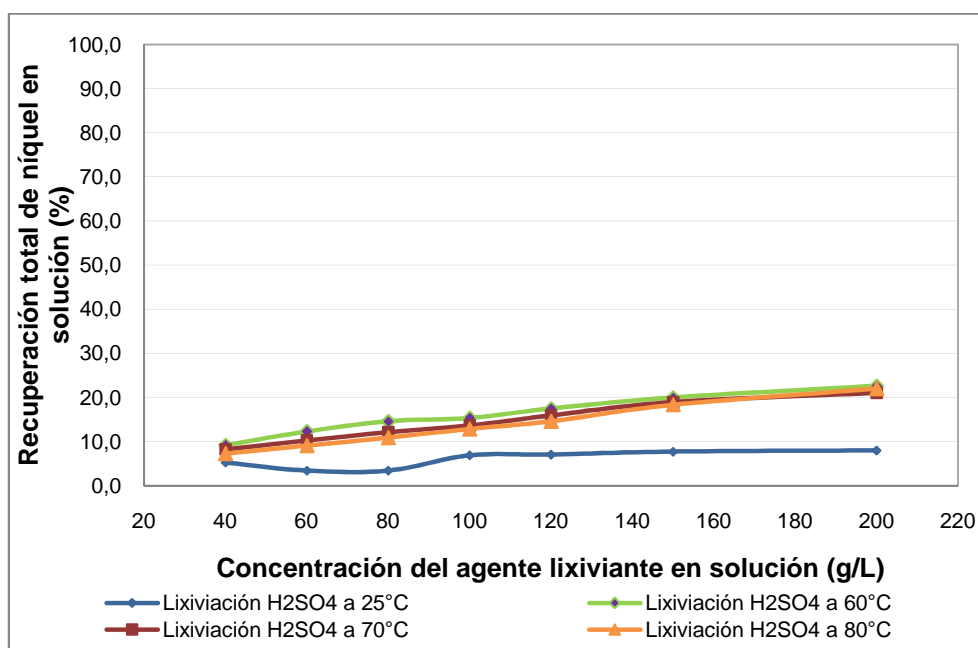
La mayor recuperación de vanadio (34,3%) se obtuvo con la lixiviación a 70 °C con 200 g/L de  $H_2SO_4$ . Obteniendo 82 mL de solución fuerte con una concentración de vanadio de 8,5 g/L (recuperación 28,4%) y 102 ml de solución débil con una concentración de 1,4 g/L (recuperación 5,9%). De las lixiviaciones

realizadas a 80 °C se recuperó un promedio de 12,9% , de aquellas realizadas a 60 °C 17,8%, mientras que las lixiviaciones realizadas a 25 °C lograron una recuperación promedio de 14,3% de vanadio.

Por otra parte el lavado contribuyó a la recuperación del vanadio. Para las lixiviaciones realizadas a 80 °C fue de 11,0% por medio de las soluciones fuertes y 1,86% por parte del lavado de la torta. Las lixiviaciones realizadas a 60 °C 15,5% y 2,3%. Mientras que las lixiviaciones realizadas a 25 °C 12,3% y 2,1% por parte de las soluciones débiles.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.22 se presenta la recuperación total de níquel en solución a partir de las lixiviaciones con soluciones de ácido sulfúrico. Las lixiviaciones fueron desarrolladas a diferentes temperaturas.



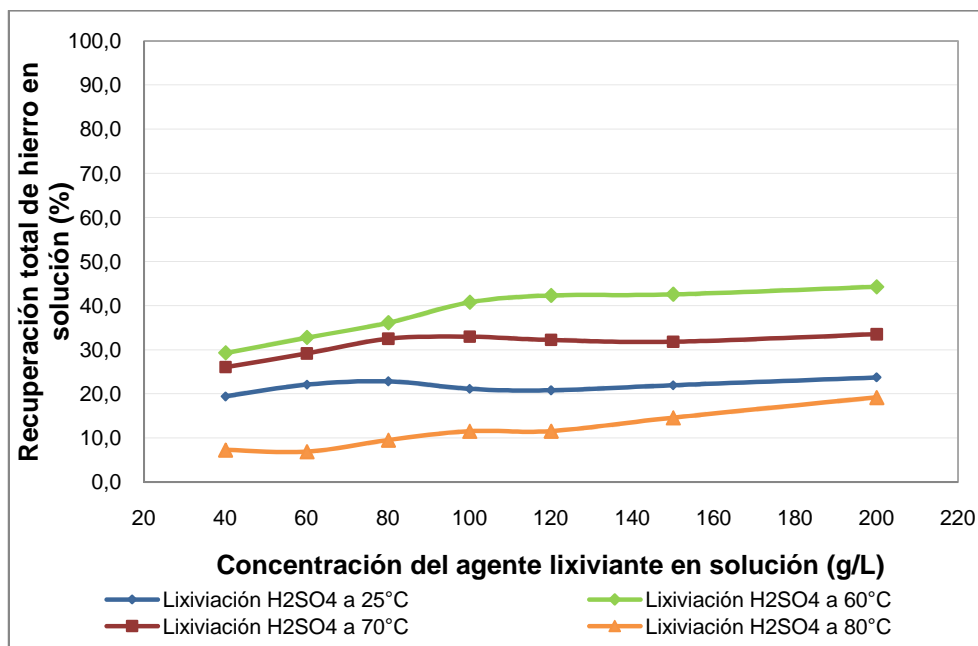
**Figura 3.22** Recuperación total en solución de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas.

En la figura 3.22 se observa que las lixiviaciones realizadas a 60, 70 y 80 °C entregaron una recuperación promedio de níquel de 16,1%, 14,7% y 13,6% respectivamente. Mientras que las lixiviaciones a 25 °C alcanzaron 5,5%. Además

el aumento de la temperatura logró un incremento promedio de 2,7 veces la recuperación de níquel en relación a las lixiviaciones desarrolladas a 25 °C

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.23 se presenta la recuperación total de hierro en solución a partir de las lixiviaciones con soluciones de ácido sulfúrico.



**Figura 3.23** Recuperación total en solución de hierro a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico a diferentes temperaturas.

La mayor disolución de hierro (44,3%) se obtuvo en las lixiviaciones con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> realizadas a 60 °C. En las cuales se evidencia un incremento de 4% de la recuperación por cada lixiviación desarrollada desde 40 g/L hasta 100 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Mientras que en las lixiviaciones realizadas con soluciones de 100, 120, 150 y 200 g/L la recuperación de hierro prácticamente se mantiene constante.

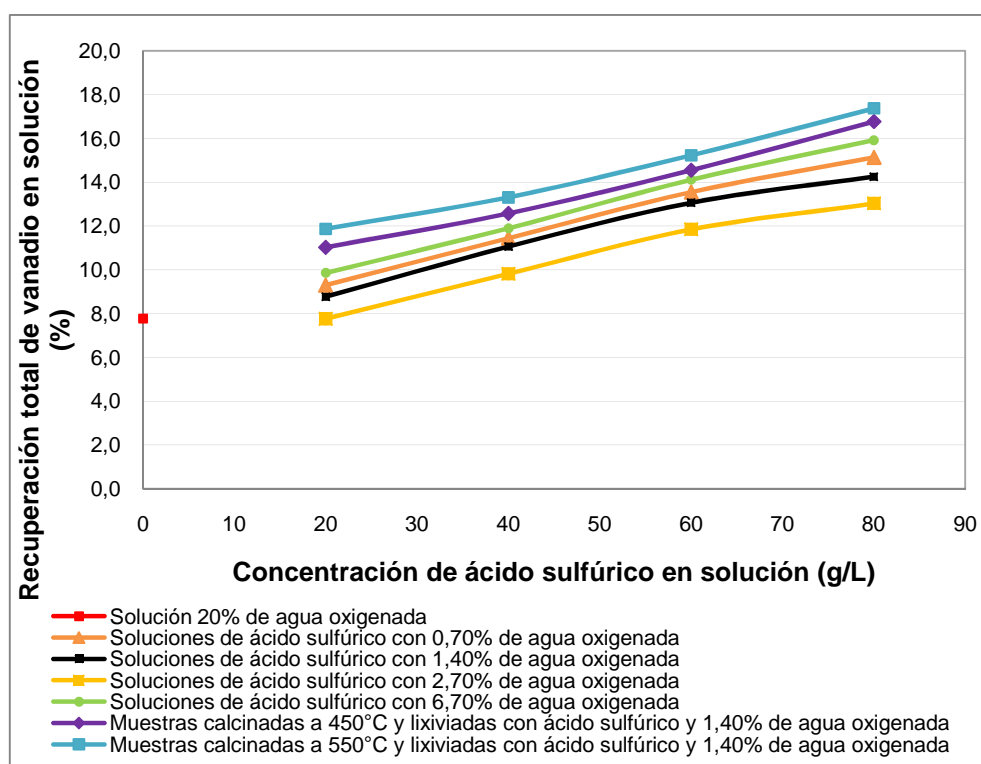
Aunque las recuperaciones de vanadio, níquel y hierro son menores a 44% se puede observar que el aumento de la temperatura permite un incremento de la recuperación de los metales es decir que la disolución de los vanadatos complejos se modifica con la temperatura de la solución lo cual demuestra la existencia de una reacción endotérmica.

### 3.3.1.3 Lixiviación con soluciones de ácido sulfúrico y agua oxigenada de la escoria de incombustos

En esta sección se presentan los porcentajes de recuperación de los metales de interés alcanzados mediante lixiviaciones realizadas con material original y previamente calcinado (450 y 550 °C). Los ensayos se desarrollaron con diferentes concentraciones de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (20, 40, 60 y 80 g/L) y 0,7; 1,4; 2,7 y 6,7 % de  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Además se realizó una lixiviación exclusiva con  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Los ensayos se desarrollaron según la metodología explicada en sección 2.3.2.3, corresponden a la serie A005 y se presentan en el anexo VIII.

#### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.24 se observa la recuperación de vanadio en solución.



**Figura 3.24.** Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y agua oxigenada

La mayor recuperación de vanadio (17,4%) se alcanzó con la escoria calcinada a 550 °C durante 2 horas y lixiviada con una mezcla de 80 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y 1,4% de

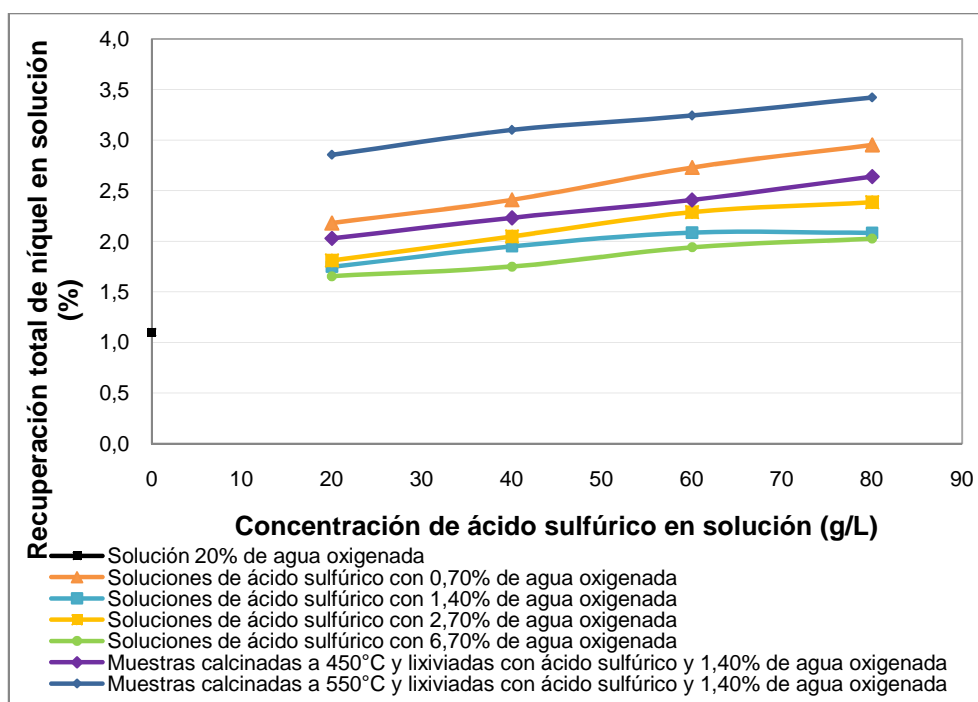
H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. De este ensayo se consiguió 148 mL de solución fuerte con 14,2 g/L de vanadio y 150 mL de solución débil con una concentración de 1,42 g/L.

Si se compara el efecto lixiviante de las mezclas, se puede observar que las mayores recuperaciones de vanadio se lograron con la mayor concentración de ácido sulfúrico (80 g/L). Mientras que la adición de agua oxigenada solo permitió un incremento de Eh de 510 mv hasta 819 mv, lo cual no manifestó una contribución en la recuperación.

Por otro lado la lixiviación realizada con una solución al 20% de agua oxigenada solo disolvió 7,8% de vanadio.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.25 se observa la recuperación del níquel en solución.

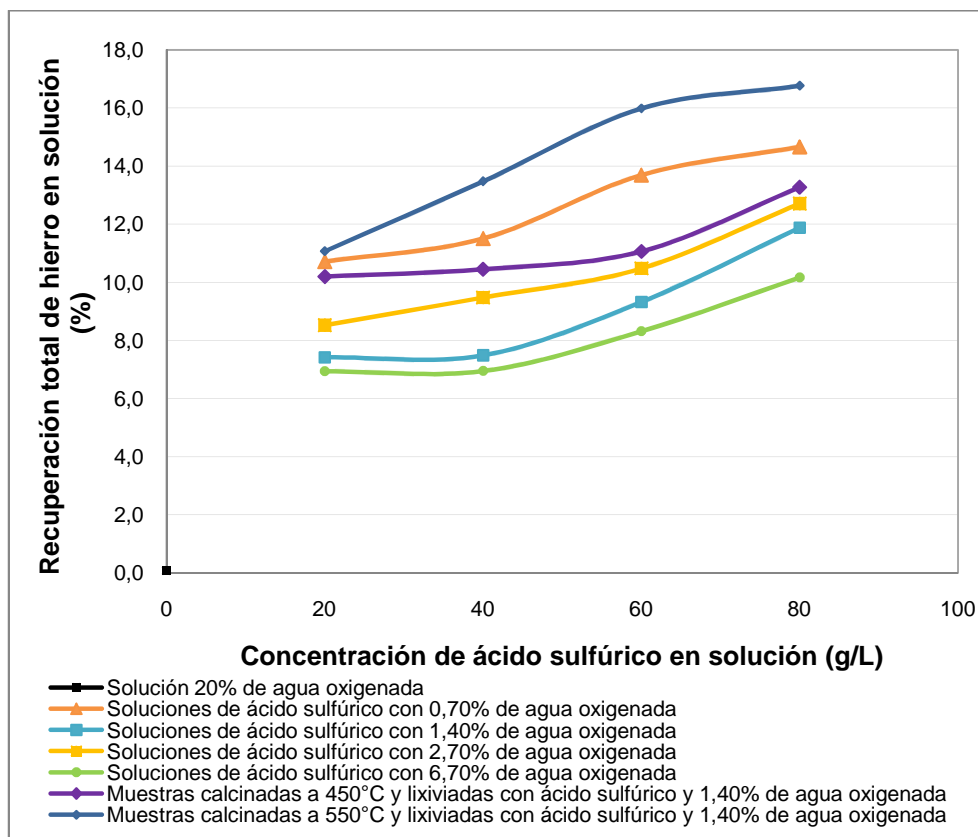


**Figura 3.25.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y agua oxigenada

La mayor recuperación de níquel en solución (3,4%) se alcanzó con la escoria de incombustos calcinada a 550 °C durante 2 horas y lixiviada con una mezcla de 80 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y 1,4% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. De este ensayo se obtuvo 148 mL de solución fuerte con una concentración de 0,8 g/L de níquel y 150 mL de solución débil con una concentración de 0,1 g/L.

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.26 se puede observar el porcentaje de recuperación de hierro en solución a partir de las lixiviaciones realizadas con  $H_2SO_4$  y  $H_2O_2$ .



**Figura 3.26.** Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y adiciones de agua oxigenada

La mayor recuperación de hierro en solución (16,8%) se alcanzó cuando la escoria de incombustos fue calcinada a 550 °C durante 2 horas y lixiviada con una mezcla de 80 g/L de  $H_2SO_4$  y 1,40% de  $H_2O_2$ . De este ensayo se obtuvo 148 mL de solución fuerte con 0,7 g/L de hierro y 150 mL de solución débil con 0,1 g/L.

La modificación del potencial Eh de 0,3 v (lixiviaciones  $H_2SO_4$  de sin  $H_2O_2$ ) a 0,7 v (lixiviaciones  $H_2SO_4$ ) permitió lograr una recuperación hasta 17% de los metales de interés. Lo cual podría deberse al especial comportamiento de los vanadatos complejos frente a las soluciones de  $H_2SO_4$  y  $H_2O_2$ .

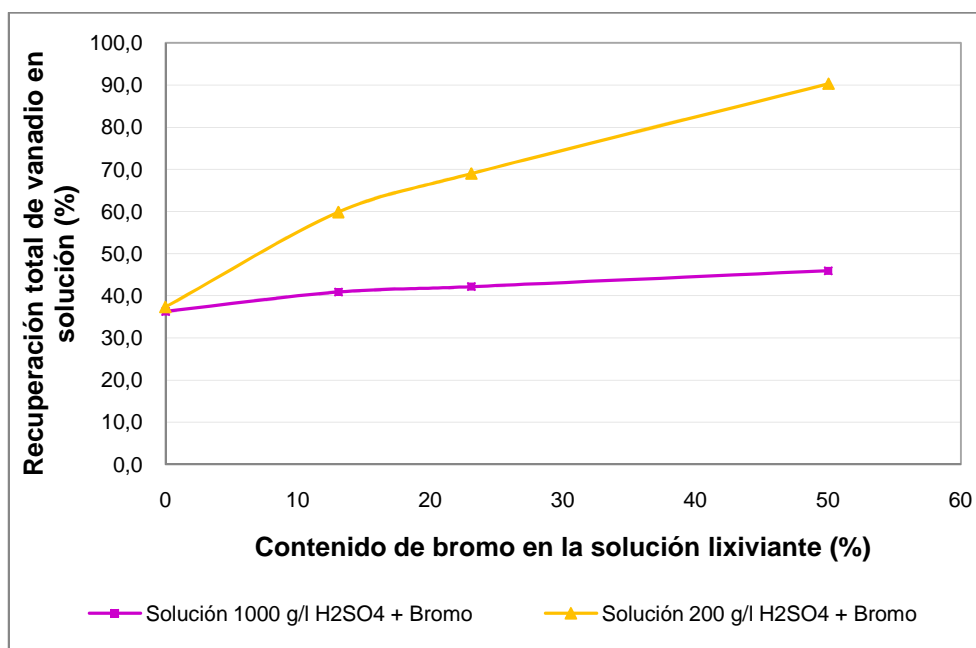
### 3.3.1.4 Lixiviación con ácido sulfúrico y bromo de la escoria de incombustos

Dentro de los agentes lixiviantes no convencionales, se ha propuesto trabajar con bromo (Br) debido a su preferencia para reaccionar con iones metálicos de valencia alta como el vanadio (5+) y su adaptabilidad a un amplio rango de pH.

Cabe resaltar que el valor nombrado como 1 000 g/L  $H_2SO_4$  corresponde a una lixiviación con  $H_2SO_4$  puro, y aquella nombrada como 200 g/L implica una solución conformada por 20% de  $H_2SO_4$ . Los ensayos se desarrollaron según la metodología de la sección 2.3.2.4 y se describen en anexos VIII, serie A006.

#### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.27 se muestra la recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con  $H_2SO_4$  y bromo.



**Figura 3.27.** Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico y bromo

La mayor recuperación de vanadio (90,3%) se obtuvo a través de una lixiviación conformada por 10 g de escoria, 30 mL de solución 200 g/L  $H_2SO_4$  y 40 mL de bromo, en la cual se obtuvo 50 mL de solución con una concentración de 22,0 g/L.

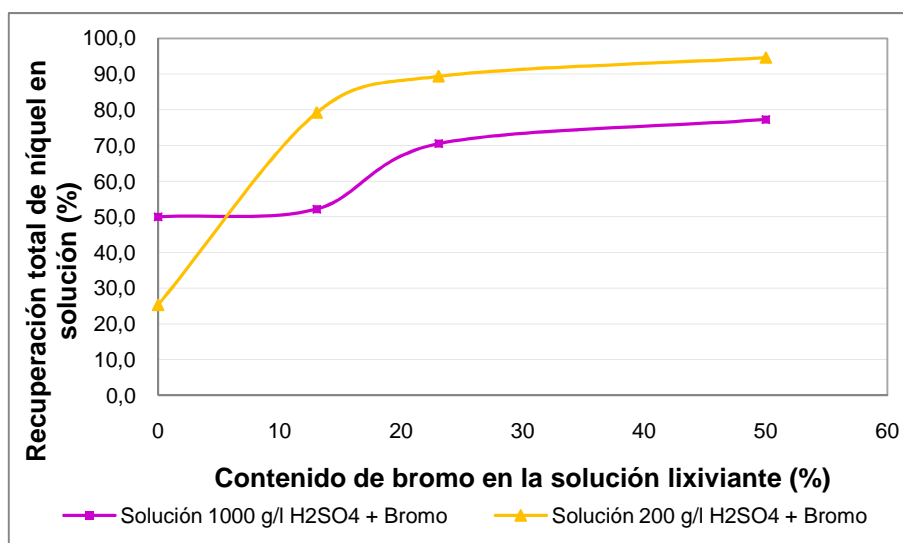
Mientras tanto las lixiviaciones realizadas con 1 000 g/L de ácido sulfúrico ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  puro) lograron una recuperación promedio de 41,4 % de vanadio.

Las mezclas constituidas por 200 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y bromo logran una mayor disolución de vanadio que aquellas conformadas por  $\text{H}_2\text{SO}_4$  puro (1 000g/l) a la misma cantidad de bromo. Como es el caso de las lixiviaciones realizadas con 50% de bromo en donde se obtuvo una diferencia de 44,4% de vanadio, entre la lixiviación realizada con una solución 200 g/L y aquella efectuada con 1 000 g/L.

Esta diferencia en la recuperación de vanadio podría deberse a la reacción del bromo con el agua, que forma parte de la solución 200 g/L, lo cual provoca una reacción exotérmica más fuerte que aquella realizada con ácido sulfúrico puro (1 000 g/L) lo cual estimularía una mayor disolución de los vanadatos complejos.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.28 se observa la recuperación de níquel en solución.



**Figura 3.28.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico 200 y 1 000 g/L y bromo

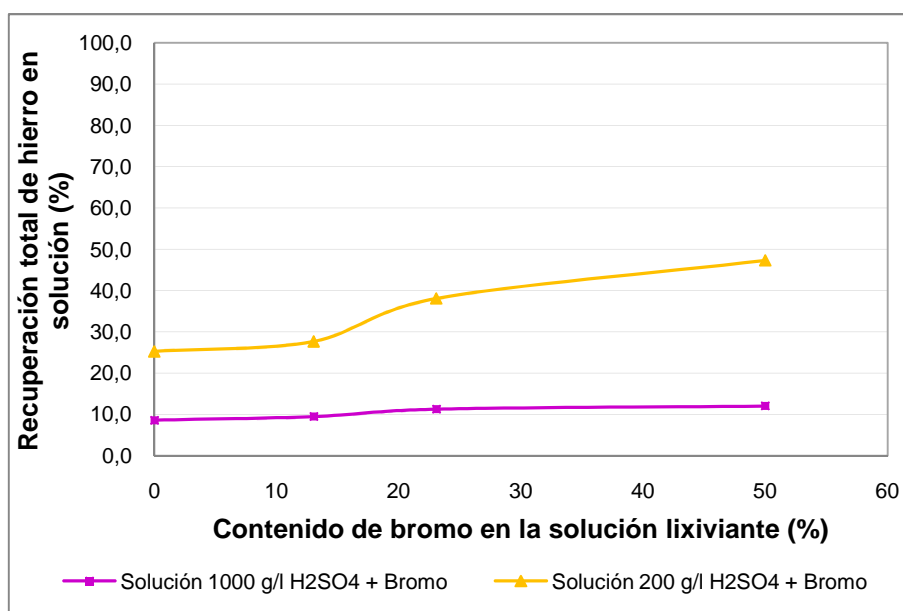
La mayor disolución de níquel se obtuvo en la lixiviación realizada con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y 50% de bromo, en donde se obtuvo 50 mL de solución fuerte con una concentración 16,6 g/L, cuya recuperación alcanzó un total de 94,6%. La mayor recuperación de níquel (77,3%) con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  puro (1 000 g/L) se obtuvo con una adición de 50%(v/v) de bromo.



La diferencia de 17,4% entre la recuperación 200 g/L  $H_2SO_4$  y aquella desarrollada con  $H_2SO_4$  puro a las mismas condiciones de operación como adición de bromo (50%), porcentaje de sólidos, temperatura de lixiviación podría deberse a la presencia de 80% de agua en la pulpa donde se encuentra la escoria de incombustos. Además se puede deducir que  $NiV_2O_6$  (único compuesto reconocido en donde está presente en níquel), reacciona con el bromo de mejor manera en una solución acuosa que en un medio de  $H_2SO_4$  puro.

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.29 se observa la recuperación de hierro en solución de ácido sulfúrico y bromo

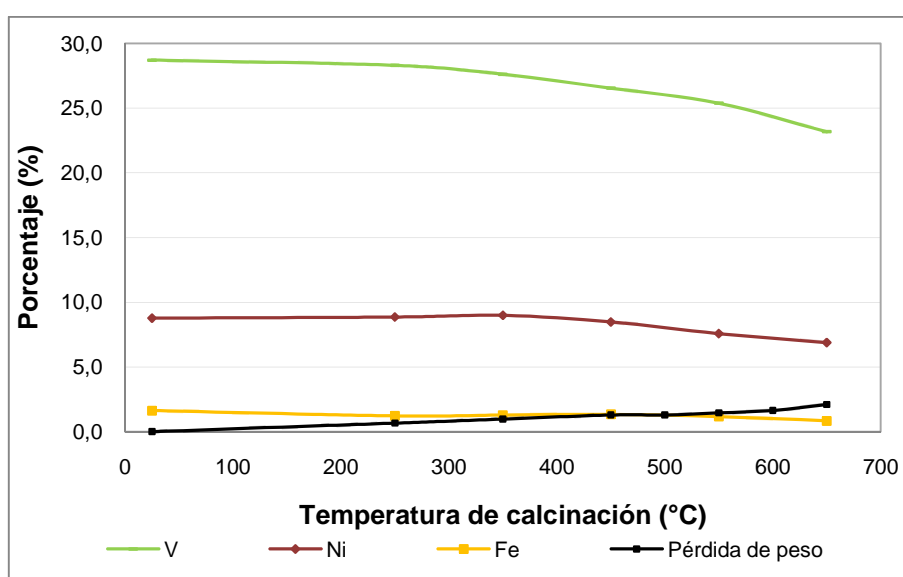


**Figura 3.29.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con ácido sulfúrico 200 y 1 000 g/L y bromo

La máxima recuperación de hierro (47,3%) se logró con una pulpa constituida por 10% de material, 40% de solución 200 g/L  $H_2SO_4$  y 50% de bromo. La recuperación promedio de hierro mediante la lixiviación con  $H_2SO_4$  puro (1 000 g/L) y diferentes adiciones de bromo fue de 35,2%. La mayor recuperación de hierro mediante la lixiviación con 200 g/L podría deberse a la mayor capacidad de disolución del hierro en medio acuoso que en ácido sulfúrico puro (1 000 g/L).

### 3.3.1.5 Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinada

Con las calcinaciones realizadas se construyeron curvas de concentración de los minerales de interés y pérdida de peso del material sometido a diferentes temperaturas. En la figura 3.30 se observa la pérdida de peso de la escoria de incombustos conforme la temperatura de calcinación y el contenido de vanadio, níquel y hierro en las muestras calcinadas de 250 a 950 °C durante 2 horas. Los ensayos fueron realizados según la metodología expuesta en la sección 2.3.2.5 y corresponden a la serie AC03 que se encuentra en el anexo V.



**Figura 3.30.** Pérdida de peso debido a la calcinación de la escoria de incombustos

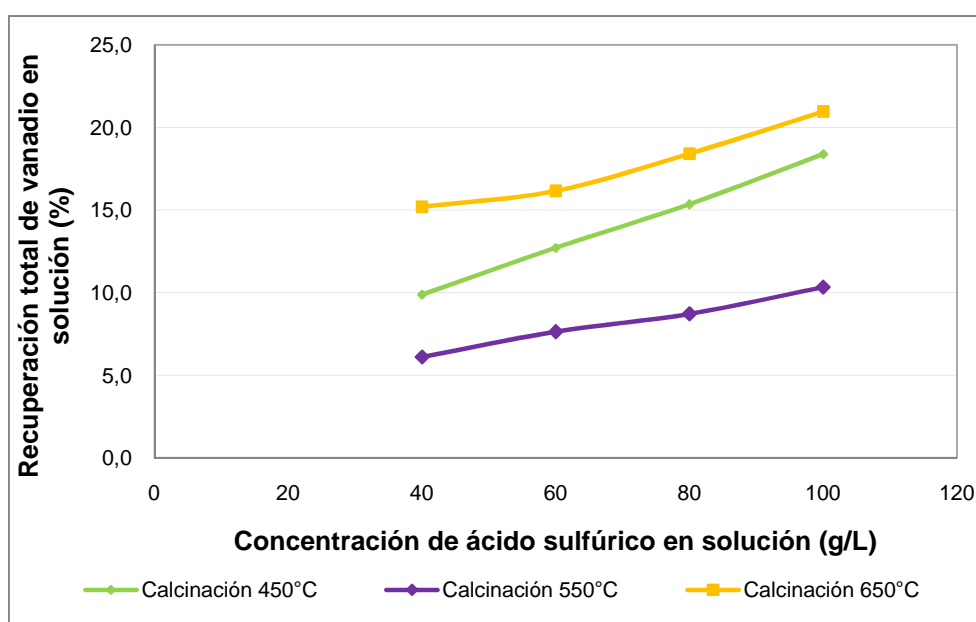
La escoria de incombustos presentó una máxima pérdida de peso (2,1%) cuando fue calcinada a 650 °C durante 2 horas. La escoria de incombustos disminuyó la concentración de vanadio, níquel y hierro a partir de los 450 °C lo cual podría deberse a la formación de compuestos con mayor peso molecular como  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  (569 g/mol) debido a la combinación con el oxígeno.

En comparación con compuestos como  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$  (199 g/mol) y  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$  (190 g/mol) que tienen menor peso molecular. De manera específica el  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$  (569 g/mol) incrementa su presencia en escoria de 0% (material calcinado a 550 °C) a 30% (material calcinado a 650 °C). Además se aprecia la disminución del porcentaje de  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$  (199 g/mol) de 75% (material calcinado a 550 °C) a 25% (material calcinado a 650 °C).

Consecutivamente a la calcinación de la escoria de incombustos se realizó una lixiviación con soluciones de ácido sulfúrico para disolver el vanadio y níquel. Los ensayos fueron realizados según la metodología expuesta en la sección 2.3.2.5, corresponden a la serie A003 y se describen en el Anexo VIII.

### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos calcinada

En la figura 3.31 se puede observar la recuperación de vanadio a partir de la escoria de incombusto calcinadas y lixiviada con soluciones de  $H_2SO_4$ .

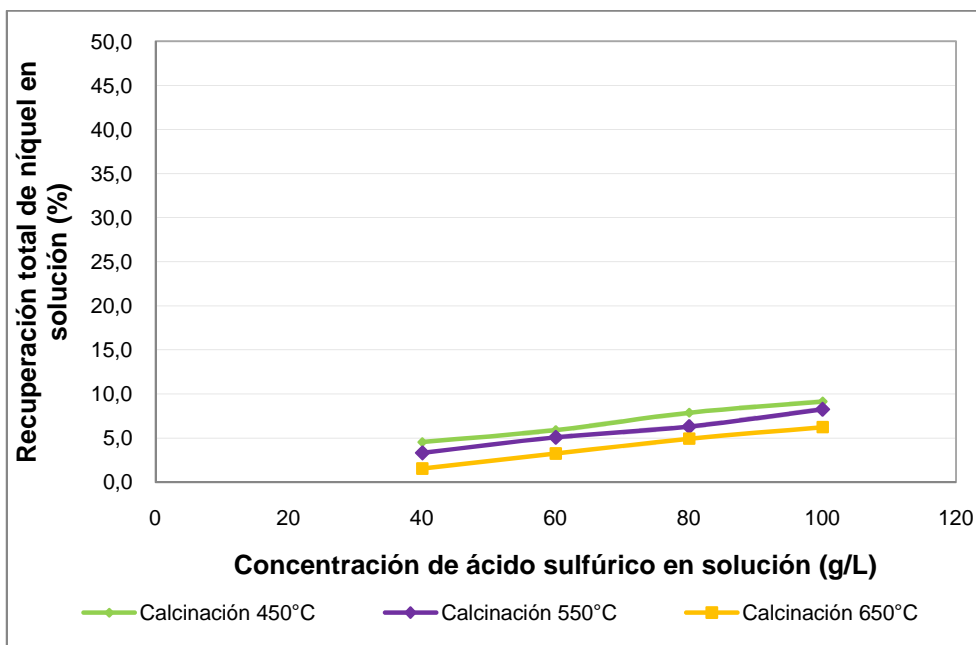


**Figura 3.31.** Recuperación de vanadio a partir de escoria de incombustos calcinada a diferentes temperaturas y lixiviada con soluciones de ácido sulfúrico

La máxima recuperación de vanadio (21,0%) se alcanzó con la escoria de incombustos calcinada durante 2 horas a 650 °C y lixiviada con 100 g/L de ácido sulfúrico. Lo cual podría deberse a la menor concentración de vanadio con respecto al material calcinado a 450 y 550 °C, lo que implica un mayor volumen de ácido por gramos de vanadio, presentes en la escoria, a diferencia de otras muestras con mayor cantidad de vanadio por material, (450 y 550 °C).

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos calcinada

En la figura 3.32 se observa la recuperación de níquel a partir de la lixiviación realizada a las muestras calcinadas.



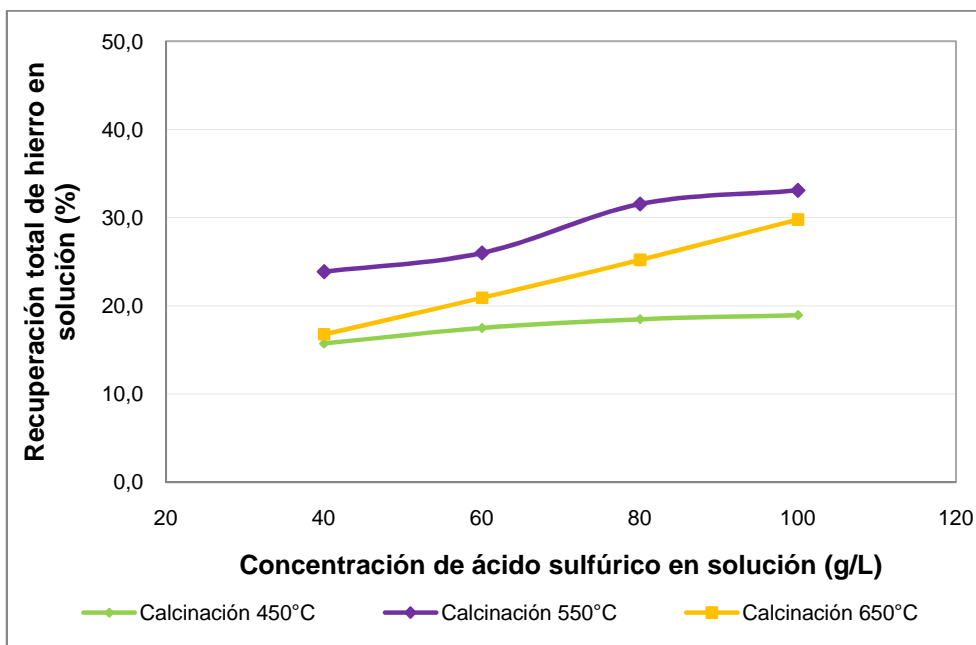
**Figura 3.32.** Recuperación de níquel a partir de escoria de incombustos calcinada a diferentes temperaturas y lixiviada con soluciones de ácido sulfúrico

En figura 3.32 las mayores recuperaciones de níquel se alcanzaron con las lixiviaciones realizadas con 100 g/L  $H_2SO_4$  en las muestras calcinadas a 450, 550 y 650 °C. Exactamente la máxima recuperación de níquel (9,2%) se alcanzó en las muestras calcinadas a 450 °C durante 2 horas y lixiviadas por 24 horas con 100 g/L de  $H_2SO_4$ . En donde se obtuvo 136 mL de solución fuerte con una concentración de 1,5 g/L y 150 mL de solución de lavado a 0,2 g/L.

En este caso la recuperación de níquel para todas las concentraciones de  $H_2SO_4$  solo presenta una desviación de 3% lo cual prueba que para la disolución de níquel no es conveniente calcinar a la muestra, puesto que no se evidencia un incremento significativo en la lixiviación de los compuestos de níquel.

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos calcinada

En la figura 3.33 se observa la recuperación de hierro a partir de las lixiviaciones realizadas a las muestras calcinadas.



**Figura 3.33.** Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con soluciones de ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinadas a diferentes temperaturas

La máxima recuperación de hierro (33,1%) se logró en el ensayo realizado con escoria de incombustos calcinada durante 2 horas a 550 °C y lixiviada por 24 horas con 100 g/L de ácido sulfúrico. En el cual se obtuvo 123 mL de solución fuerte con una concentración de 1,2 g/L de hierro y 457 mL de solución débil con una concentración de 0,1 g/L.

La calcinación del material a 550 °C contribuye a la recuperación de hierro en un 14,1% con respecto a la escoria calcinada a 450 °C. En este caso la diferencia de la recuperación podría deberse a efectos de heterogeneidad del material en los ensayos realizados. Puesto que la escoria de incombustos no altera su concentración de hierro, ni su peso en las calcinaciones realizadas desde 250 hasta 650 °C.

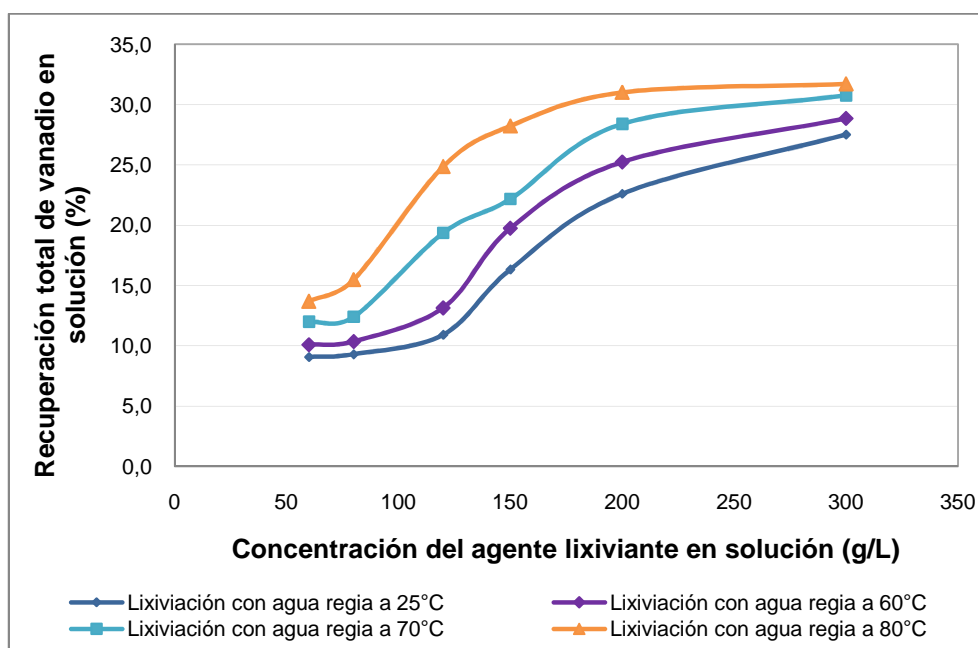
### 3.3.1.6 Lixiviación con agua regia a diferentes temperaturas de la escoria de incombustos

Para disolver el níquel y vanadio de la escoria de incombustos se empleó soluciones de agua regia (25%  $\text{HNO}_3$  y 75%  $\text{HCl}$ ). Los ensayos se realizaron modificando la temperatura de la solución lixivante mediante el uso de una plancha de calentamiento. Se trabajó con temperaturas de 25, 60, 70 y 80 °C durante 8 horas a 750 rpm, con un contenido de sólidos del 25%.

Los ensayos se realizaron según la metodología expuesta en la sección 2.3.2.6, los cuales se detallan en anexos VIII y corresponden a la serie A007.

#### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.34 se observa la recuperación de vanadio a partir de las lixiviaciones con agua regia.



**Figura 3.34.** Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con soluciones de agua regia a diferentes temperaturas

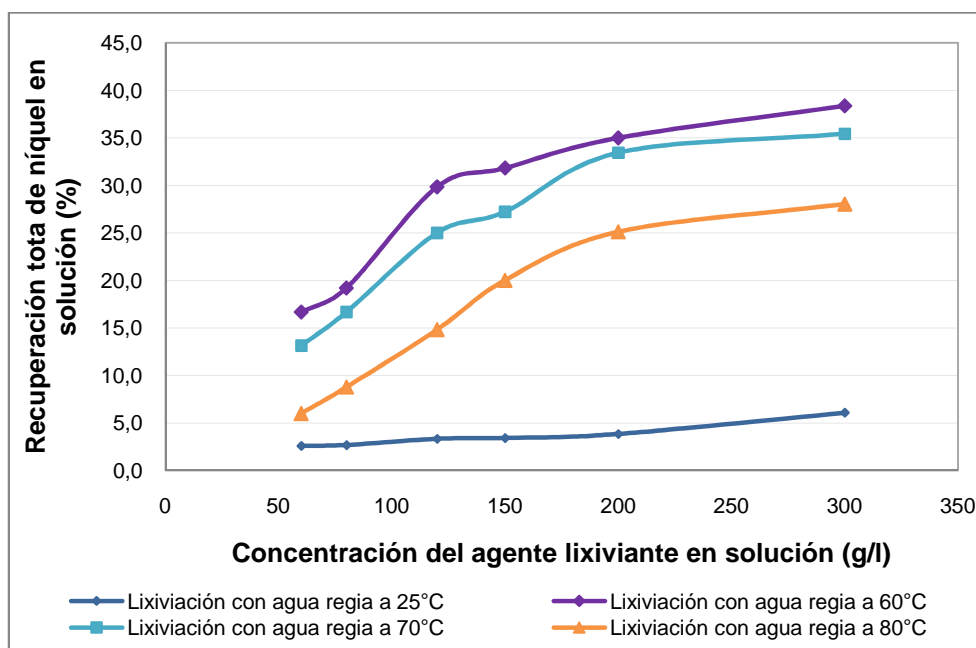
Como se puede observar la recuperación de vanadio aumenta conforme asciende la temperatura de la solución lixivante de 25°C a 80 °C.

La máxima recuperación de vanadio se obtuvo en la lixiviación realizada con 300 g/L de agua regia durante 24 horas. En donde se rescató 124 mL de solución fuerte con una concentración de 11,6 g/L y 76 mL de solución débil con una concentración de 6,5 g/L de vanadio. Así se recuperó 23,6% de vanadio por medio de la solución fuerte y 8,2% gracias al lavado de la torta.

En este caso la disolución de vanadio se vio favorecida por el incremento de la temperatura de 25 a 80 °C, que podría deberse a la existencia de una reacción endotérmica entre los vanadatos complejos y la mezcla de HCl y HNO<sub>3</sub>.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.35 se observa la recuperación de níquel a partir de las lixiviaciones realizadas con agua regia durante 24 horas.



**Figura 3.35.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con soluciones con agua regia a diferentes temperaturas

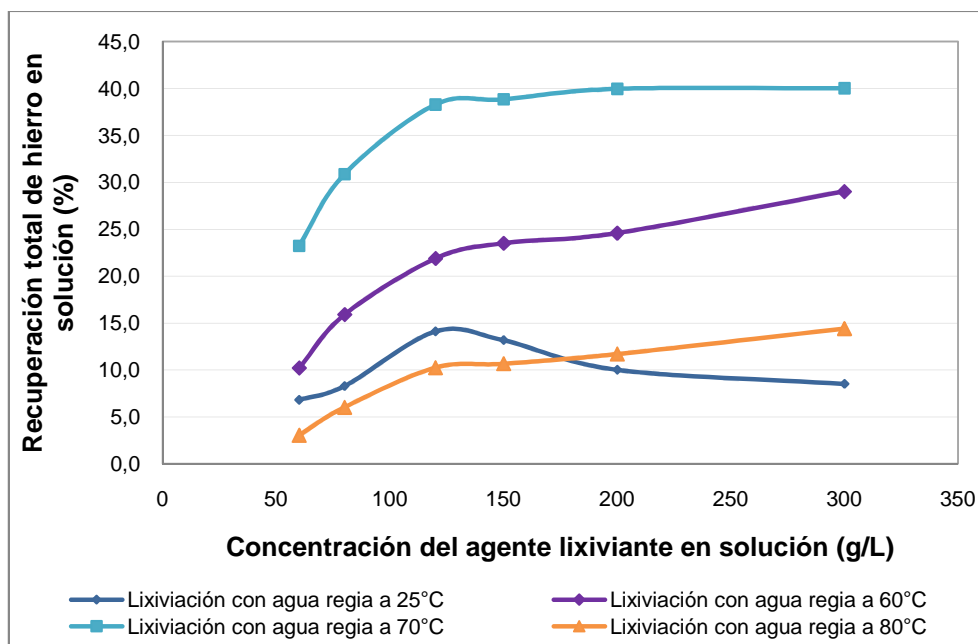
De acuerdo la figura 3.35 la mayor recuperación de níquel se alcanzó con la lixiviación realizada a 60 °C y una solución de 300 g/L de agua regia. En la cual se disolvió 38,4% del níquel. Además se puede observar que las lixiviaciones realizadas a 20 °C recuperan un promedio de 3,7% de níquel.

La disolución de níquel alcanza su máximo valor con las lixiviaciones desarrolladas a 60 °C en lugar de aquellos ensayos realizados a 70 y 80 °C.

Este evento podría suscitarse debido a que reacción del agua regia con  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  a los 60 y 70 °C es exclusiva para el níquel, mientras que a los 80 °C la reacción podría dirigirse hacia la disolución de otros metales.

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.36 se observa la recuperación de hierro en solución a través de la lixiviación con agua regia a diferentes temperaturas.



**Figura 3.36.** Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con soluciones con agua regia a diferentes temperaturas de la escoria de incombustos

La mayor recuperación de hierro (40,0%) se logró con la lixiviación realizada a 70 °C con una solución de 300 g/L de agua regia con respecto a los ensayos efectuados a 25, 60 y 80 °C. Esta diferencia podría deberse a la mayor reactividad de los otros elementos como vanadio y níquel en comparación con el hierro a 60, 80 y 25 °C.



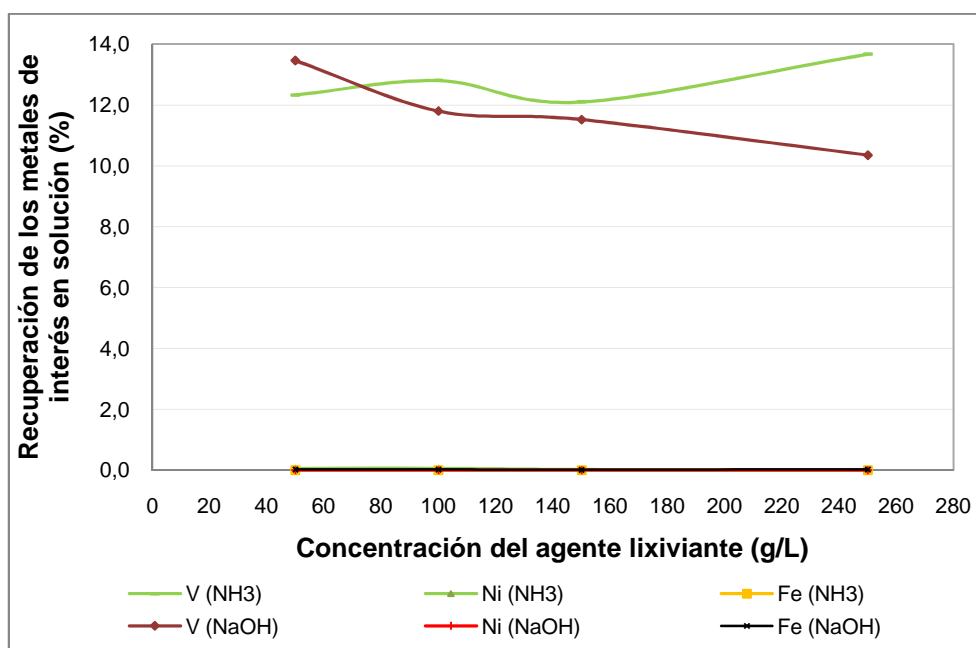
### 3.3.2 LIXIVIACIÓN BÁSICA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Para disolver níquel y vanadio de la escoria de incombustos se probaron condiciones básicas de pH mediante el uso de diferentes agentes lixiviantes como amoníaco ( $\text{NH}_3$ ) e hidróxido de sodio ( $\text{NaOH}$ ), preparados a diferentes concentraciones (50, 100, 150 y 250 g/L)

Los ensayos se desarrollaron conforme la metodología de la sección 2.3.3 y corresponden a la serie A008 y A009 que se detallan en Anexos VIII.

#### Recuperación de vanadio, níquel y hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.37 se observa la recuperación de vanadio, níquel y hierro lograda con soluciones de hidróxido de sodio y amoníaco.



**Figura 3.37** Recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de lixiviaciones con  $\text{NH}_3$  y  $\text{NaOH}$

En la figura 3.37 se observa la recuperación promedio de vanadio en soluciones de hidróxido de sodio de 50 a 250 g/L alcanzó un valor de 11,7% y 12,7% en soluciones de amoníaco a las mismas condiciones experimentales 25% sólidos, 25 °C, 750 rpm y 24 horas de agitación.

La mayor recuperación de vanadio (13,7%) se consiguió una solución de 250 g/L de amoníaco. En la cual se obtuvo 96 mL de solución fuerte con una concentración de 4,7 g/L y 64 mL de solución débil con una concentración de 1,0 g/L de vanadio. Mientras que la mayor recuperación de vanadio en solución de hidróxido (13,5%) de sodio logró con una concentración de 50 g/L del agente lixivante.

Tanto en las lixiviaciones realizadas con soluciones de amoníaco como hidróxido de sodio las recuperaciones de níquel y hierro son menores a 0,1%.

Este comportamiento del vanadio podría deberse a que los complejos vanadatos ( $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ) tienen una solubilidad limitada frente a las soluciones básicas como  $\text{NH}_3$  y  $\text{NaOH}$ . Es decir cerca del 14% de los vanadatos contenidos en la escoria pueden disolverse en condiciones básicas de pH a 25 °C.

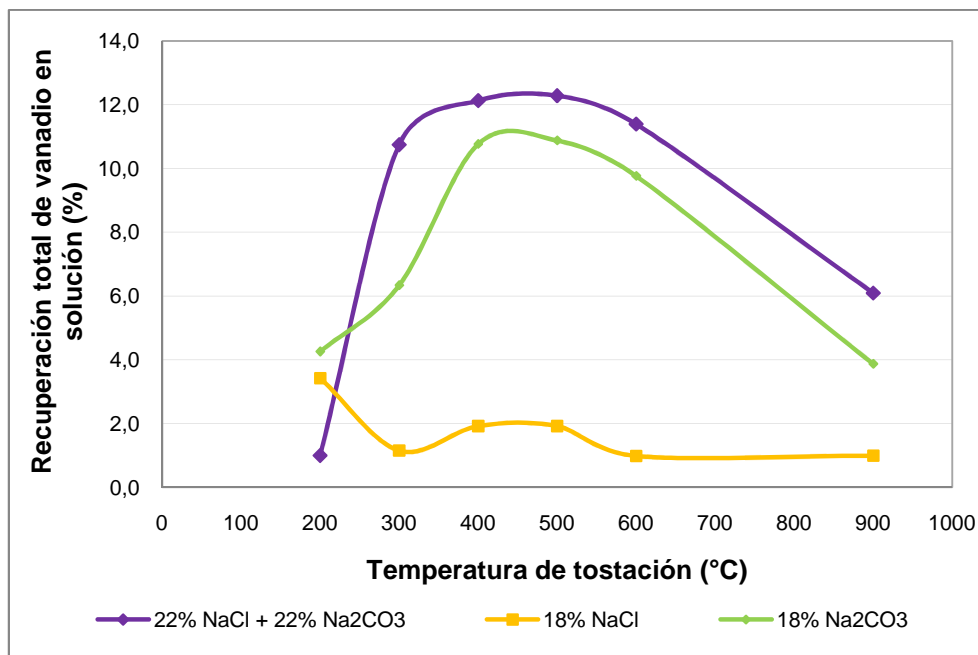
### **3.3.3 TOSTACION Y LIXIVIACION EN AGUA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

En los siguientes ensayos se realizó tostaciones a 200, 300, 400, 500, 600 y 900 °C con diferentes mezclas de escoria de incombustos y agentes. Las mezclas fueron conformadas por 18% w/w de  $\text{NaCl}$ , 18% w/w de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y una mezcla de  $\text{NaCl}$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  al 22% w/w cada agente.

Los ensayos se desarrollaron según la metodología de la sección 2.3.4. Se describen anexos VIII y corresponden a la serie A010.

#### **Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos**

En la figura 3.38 se observa la recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas y diversos agentes.



**Figura 3.38.** Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas y diversos agentes

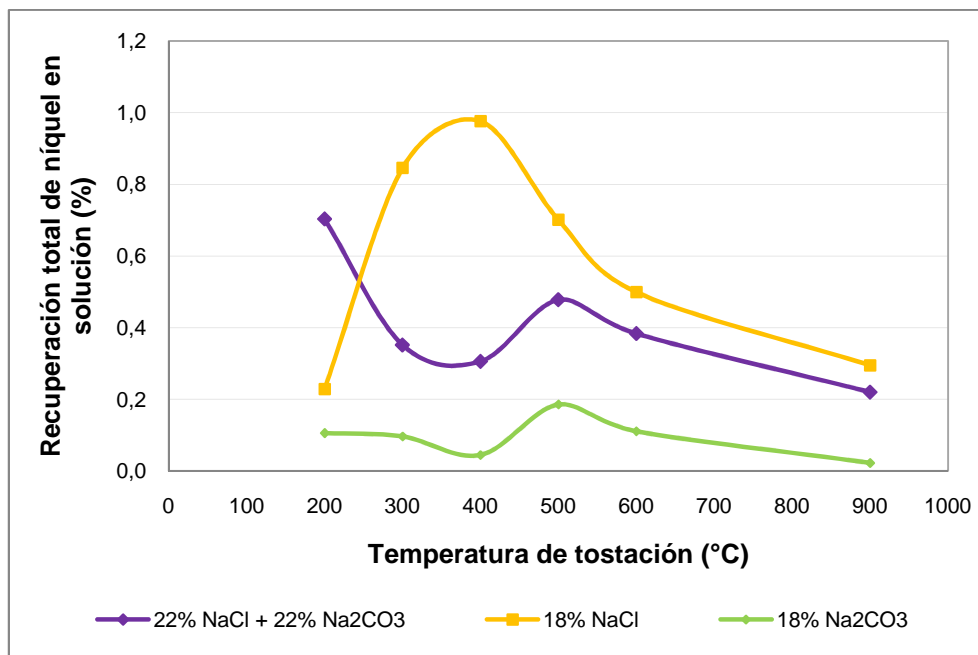
En figura 3.38 la mayor recuperación de vanadio se consiguió con muestras tostadas a 500 °C durante 2 horas con una mezcla de 22% de NaCl y 22% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. En la cual se obtuvo 12,3% de vanadio disuelto en agua. En dicho ensayo el aporte del lavado de la torta fue de 5,5% a la recuperación total.

Por otro lado la tostación realizada con 18% de NaCl logró una recuperación promedio de 1,7% de vanadio. Mientras la máxima recuperación (10,9%) de vanadio a partir de material tostado con 18% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> se alcanzó a los 500 °C.

En este caso la recuperación de vanadio inferior a 12,3 % podría deberse a que solo una parte de los vanadatos complejos (Ca<sub>0,17</sub>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Na<sub>0,33</sub>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Na<sub>0,76</sub>V<sub>6</sub>O<sub>15</sub>, NaV<sub>6</sub>O<sub>15</sub>) podrían disolverse en la solución de NaCl y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a pH mayores a 7.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.39 se observa la recuperación de níquel a partir de lixiviaciones realizadas con muestras tostadas a diferentes temperaturas con diversos agentes.

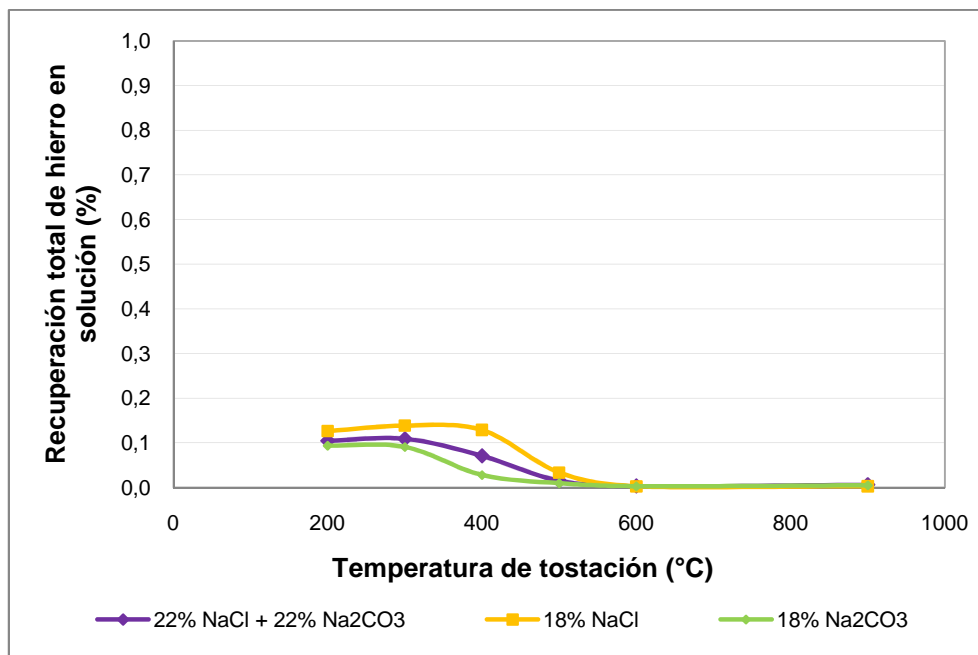


**Figura 3.39.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas y diversos agentes

En la figura 3.39 se observa que la máxima recuperación de níquel (1,0%) se consiguió con las muestra tostadas durante 2 horas con 18% de NaCl a 400 °C. En este caso el compuesto ( $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ) no se disuelve en estas condiciones experimentales 25 °C, 24 horas de agitación a 750 r pm, 25% de sólidos.

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.40 se observa la recuperación de hierro a partir de lixiviaciones realizadas con muestras tostadas a diferentes temperaturas y agentes.



**Figura 3.40.** Recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con muestras tostadas a diferentes temperaturas con diversos agentes

En la figura 3.40 se puede observar que en estas condiciones experimentales: 25 °C, 24 horas de agitación a 750 rpm, 25% de sólidos y tostaciones desde 200 a 900 °C con NaCl y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en una concentración no mayor al 22% el hierro no se disuelve en la lixiviación con agua. Puesto que el mayor valor de recuperación se reporta como 0,1%.

Este comportamiento podría deberse a la estabilidad de los compuestos de hierro en un ambiente alcalino.

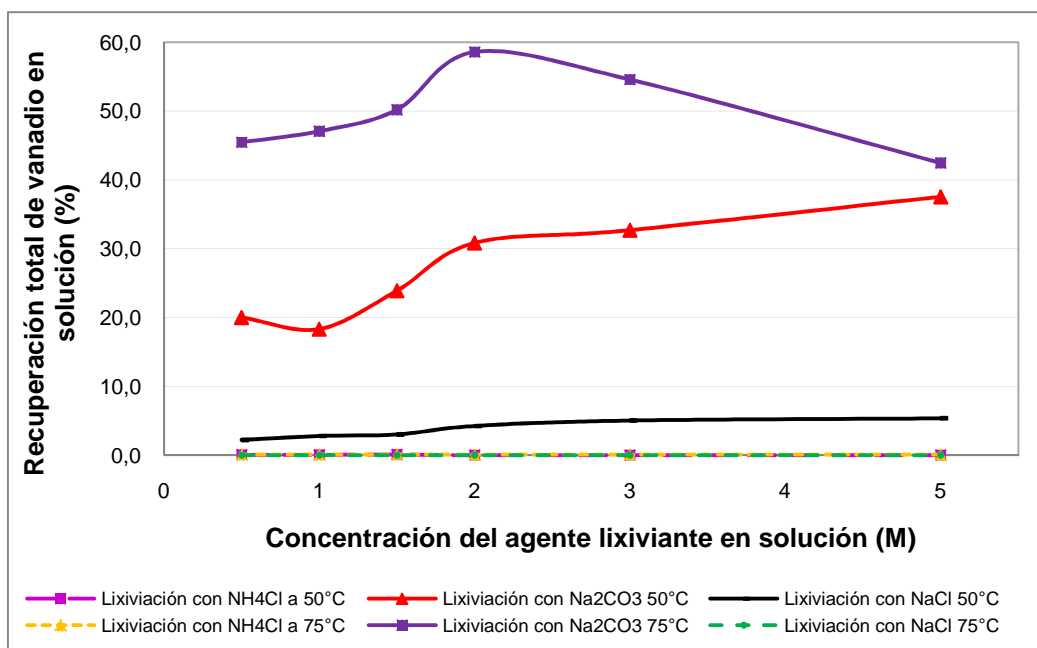
### 3.3.4 LIXIVIACION SALINA DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

A continuación se muestran los resultados obtenidos en las lixiviaciones realizadas durante 8 horas, a 50 y 75 °C con diferentes agentes (cloruro de amonio, carbonato de sodio y cloruro de sodio) a varias concentraciones (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 y 5,0 M).

Los ensayos se desarrollaron según la metodología de la sección 2.3.5, se describen en la sección anexos VIII y corresponden a la serie A011.

### Recuperación de vanadio de la escoria de incombustos

En la figura 3.41 se observa el porcentaje de recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con cloruro de amonio, carbonato de sodio y cloruro de sodio realizadas a 50 y 75 °C.



**Figura 3.41.** Recuperación de vanadio a partir de lixiviaciones con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaCl y NH<sub>4</sub>Cl

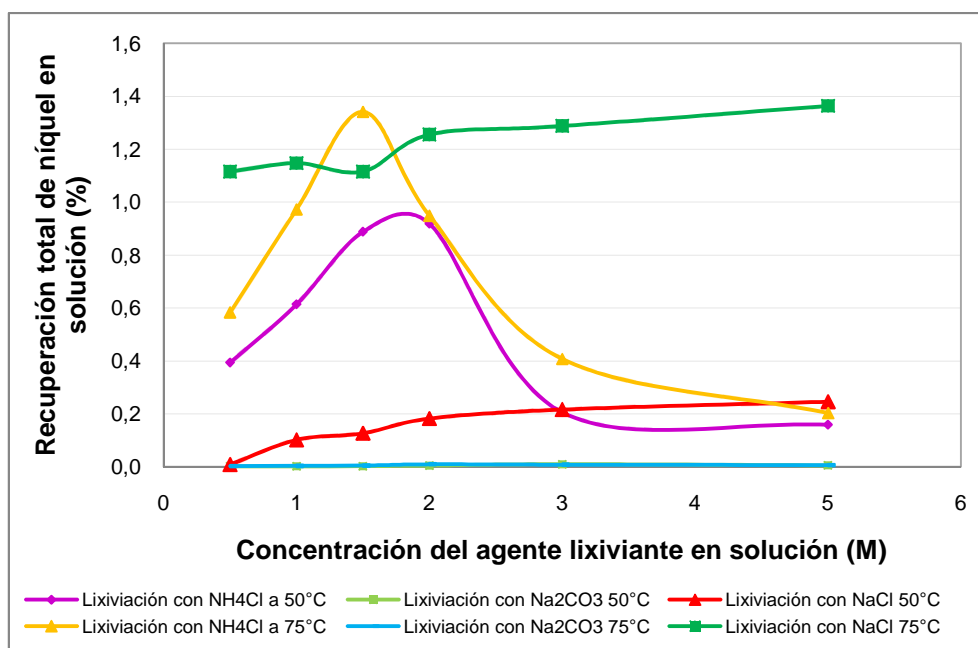
En la figura 3.41 la mayor disolución de vanadio se alcanzó con soluciones de carbonato de sodio efectuadas a 75 °C durante 24 horas. Además se puede observar que el incremento de la temperatura de lixiviación de 50 a 75 °C en la lixiviación con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> permitió un aumento promedio del 11,6% en la recuperación de vanadio. Específicamente la máxima recuperación de vanadio (58,6%) se logró con una solución lixivante 2 M de carbonato de sodio. La cual entregó 90 mL de solución fuerte con una concentración de 57,1 g/L y 100 mL de solución débil de 4,9 g/L de vanadio. El lavado de la torta permitió incrementar la recuperación de vanadio en un 5,1%.

La recuperación promedio con las lixiviaciones realizadas con cloruro de sodio a 50 y 75 °C no fue mayor a 3,8%. Mientras aquellas realizadas con cloruro de amonio a 50 y 75 °C no lograron una recuperación mayor al 0,1%.

Este comportamiento podría deberse que a similares condiciones de pH (9 a 10), uso de diferentes agentes en la lixiviación ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaCl}$  y  $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) y con una variación de la temperatura (de 50 a 75 °C) la recuperación de vanadio se incrementa significativamente de 0,1% para el caso del  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y 3,8% para  $\text{NaCl}$  a 58,6% con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C. Lo cual podría deberse a variaciones del potencial de oxidación de los vanadatos complejos ( $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ) en los ensayos efectuados. Cabe resaltar que la existencia de varias especies metálicas y no metálicas en las pulpas, debido a la heterogeneidad del material e interacción con los agentes lixiviantes y las diferentes temperaturas de las soluciones hace difícil la predicción de estados de oxidación precisos para el caso del vanadio.

### Recuperación de níquel de la escoria de incombustos

En la figura 3.42 se observa la recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con cloruro de amonio, carbonato de sodio y cloruro de sodio realizadas a 50 y 75 °C.



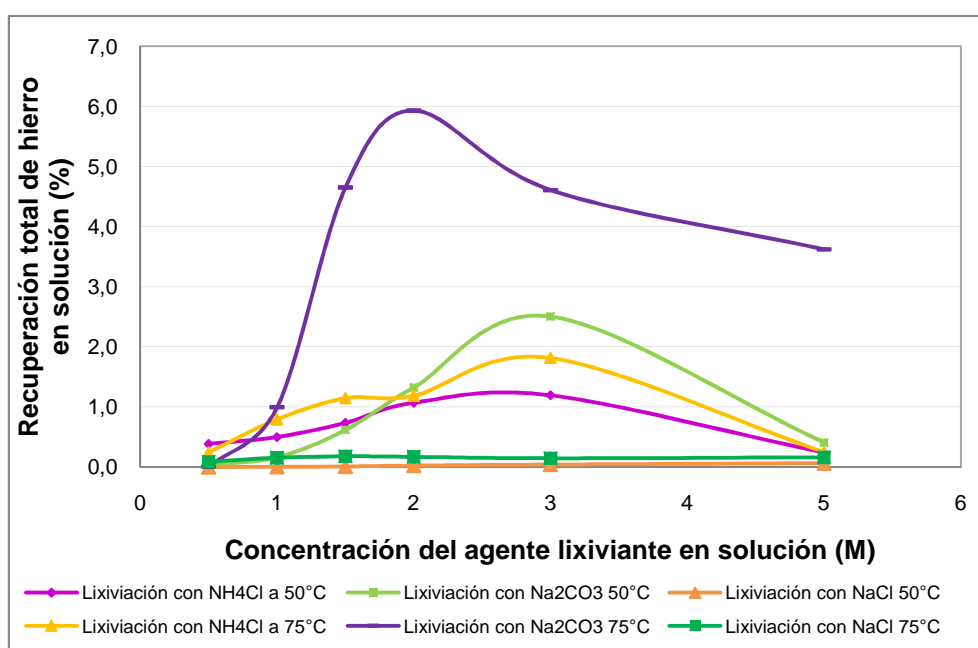
**Figura 3.42.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaCl}$  y  $\text{NH}_4\text{Cl}$

En la figura 3.42 se puede apreciar que mediante las lixiviaciones realizadas con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y  $\text{NaCl}$  a 50 y 75 °C a 25% de sólidos la máxima recuperación de níquel es 1,34%.

Lo cual indica que en estas condiciones experimentales 24 horas de agitación a 750 rpm, 25% de sólidos, el único compuesto donde está reconocido el níquel,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  no reacciona con ninguno de los agentes salinos ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y  $\text{NaCl}$ ) en dichas temperaturas (50 y 75 °C).

### Recuperación de hierro de la escoria de incombustos

En la figura 3.43 se observa la recuperación de hierro a partir de lixiviaciones con cloruro de amonio, carbonato de sodio y cloruro de sodio realizadas a 50 y 75 °C.



**Figura 3.43.** Recuperación de níquel a partir de lixiviaciones con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{NaCl}$  y  $\text{NH}_4\text{Cl}$

En la figura 3.43 se muestra que la mayor recuperación de hierro (5,9%) se logra mediante la lixiviación con una solución de 2 M de carbonato de sodio. En este ensayo la solución fuerte recuperó 5,5% del hierro en 8 horas de lixiviación. Mientras que el lavado de la torta solo aportó 0,43% a la recuperación total. La máxima recuperación con cloruro de amonio (1,8%) se logró con una solución lixivante 3 M realizada a 75 °C. Mientras que la solución de cloruro de sodio a 50 y 75 °C no disuelve ningún compuesto de en donde en hierro pueda estar contenido.

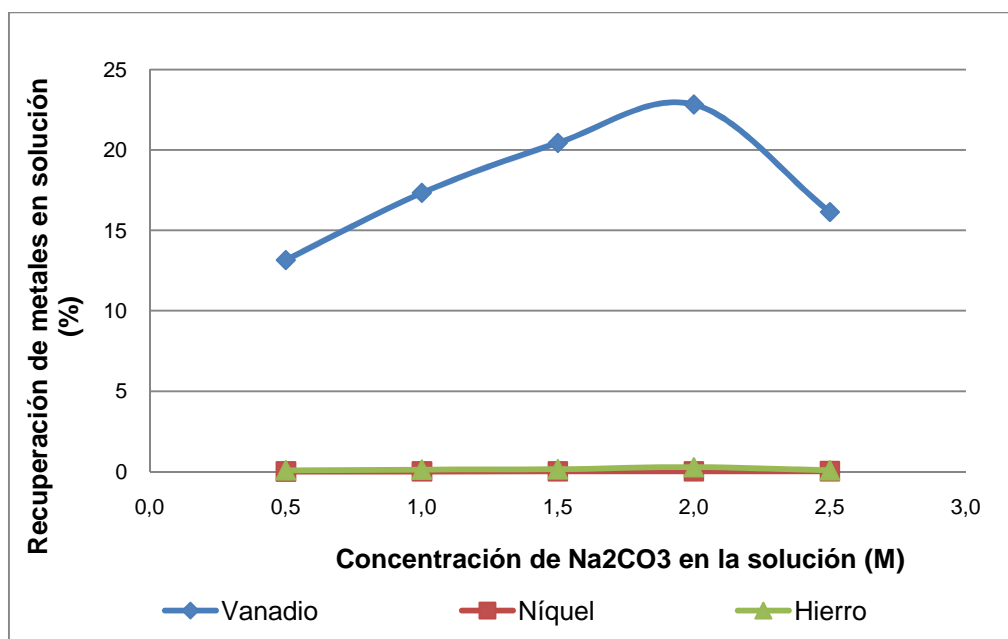


### 3.3.5 ENSAYOS COMBINADOS DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

Una vez obtenida la torta de la lixiviación con 200 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 70 °C, 25% de sólidos, durante 24 horas según la metodología de la sección 2.3.2.2. Se lixivió el sólido residual con 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 y 2,5 M de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C fin de incrementar la recuperación de vanadio y níquel. Para la lixiviación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  se usó la metodología de la sección 2.3.5 bajo la aclaración del agente lixivante y temperatura de solución y cantidad de muestra.

El sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico presentó una concentración de 10,7% de vanadio, 9,2% de níquel y 1,5% de hierro.

En la figura 3.44 se observa la recuperación de vanadio, níquel y hierro en solución a partir de la lixiviación realizada con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C y 25% de sólidos.

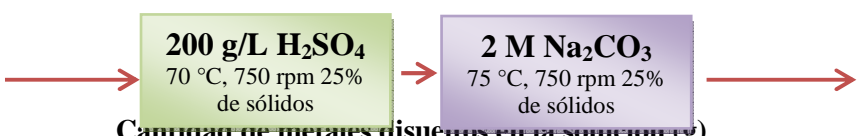


**Figura 3.44.** Lixiviación de la torta residual de la lixiviación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

En la figura 3.44 se nota que la máxima recuperación de vanadio (22,8%) se alcanza con el ensayo realizado con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M a 75 °C y 25% de sólidos a partir del sólido residual de la lixiviación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  logrado a las condiciones anteriores.

Esta recuperación pudo haberse producido debido a la interacción de los vanadatos complejos, residuales de la lixiviación con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M a 75 °C. Esto podría indicar que ciertos vanadatos reaccionan en medio ácido, específicamente con ácido sulfúrico a 70 °C y otros a condiciones básicas con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

A continuación en la figura 3.45 se presenta un balance de los procesos combinados, realizado para calcular la recuperación total de vanadio, níquel y hierro.



**Cantidad de metales disueltos en la solución (g)**

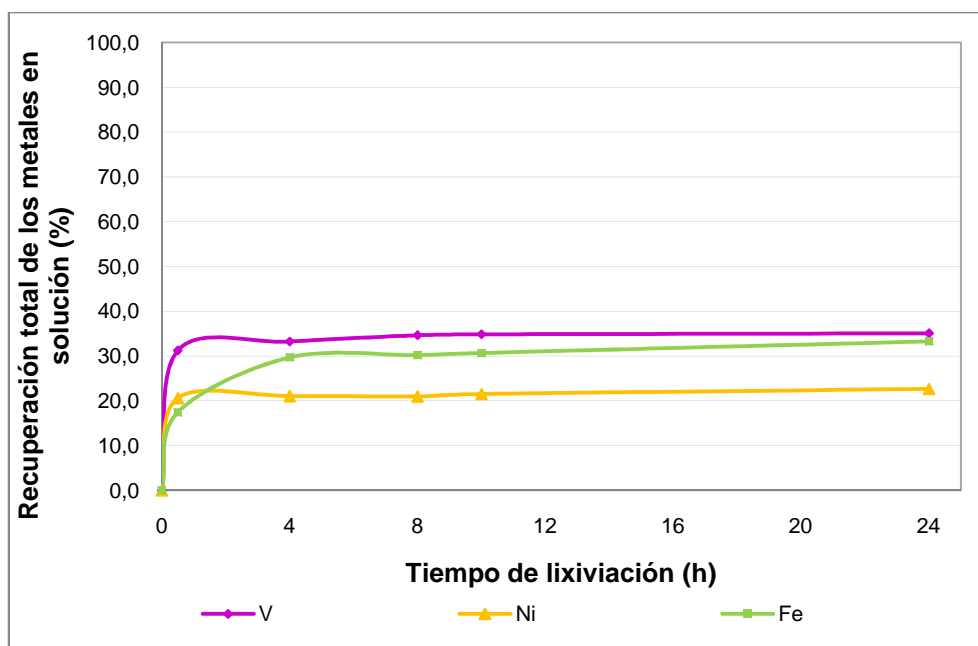
Peso original de muestra (g)	20,00	Solución Fuerte	Solución Débil	Solución Fuerte	Solución Débil	Cantidad de metales recuperados (g)	Recuperación total en el proceso (%)
<b>Vanadio (g)</b>	2,44	0,69	0,14	0,86	0,14	1,83	<b>75,10</b>
<b>Níquel (g)</b>	1,75	0,31	0,06	0,00	0,00	0,37	<b>21,02</b>
<b>Hierro (g)</b>	0,33	0,10	0,01	0,00	0,00	0,11	<b>33,74</b>

**Figura 3.45.** Balance global de los procesos aplicados a la escoria de incombustos

### 3.3.5.1 Determinación del tiempo de lixiviación de la escoria de incombustos tratada con ácido sulfúrico y carbonato de sodio

Se realizó la determinación del tiempo de lixiviación de los ensayos que entregaron mayor recuperación de vanadio y níquel. Estos ensayos corresponden a las lixiviaciones realizadas con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 70 °C y aquella ejecutada con 2 M de  $Na_2CO_3$  a 75 °C. De la lixiviación realizada con  $H_2SO_4$  durante 24 horas se recuperó 34,3% de vanadio, 21,0% de níquel y 33,5% de hierro. Y de aquella realizada con  $Na_2CO_3$  se obtuvo 58,6% de vanadio, 5,9% de hierro y 0,0 % de níquel.

En la figura 3.46 se observa la recuperación de los metales de interés obtenidos a través del tiempo, mediante los ensayos realizados con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 75 °C.



**Figura 3.46.** Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 75 °C desde 0,5 hasta 24 horas

Las mayores recuperaciones de vanadio (35,1%), hierro (33,3%) y níquel (22,6 %) se consiguieron durante 24 horas de lixiviación. El vanadio (31,3%) y níquel (20,6 %) alcanzaron una disolución mayor durante los primeros 30 minutos de

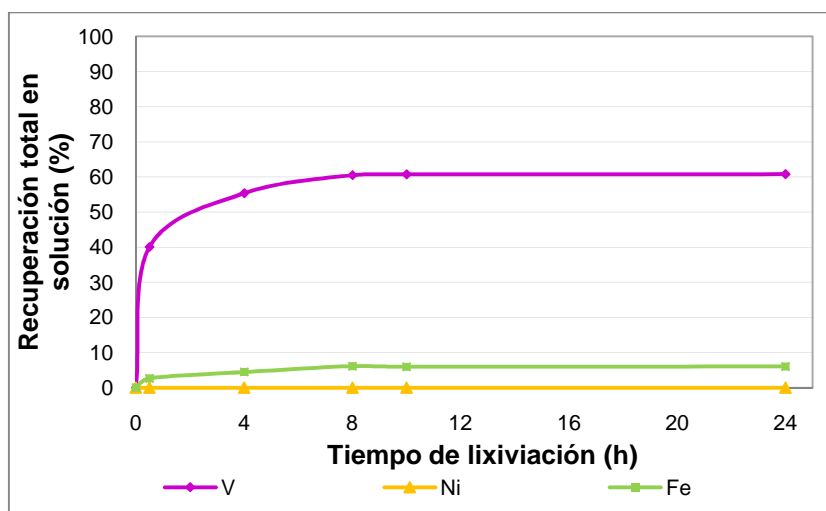
lixiviación, mientras tanto el hierro alcanzó una disolución considerable (29,7 %) a partir de las 4 horas de lixiviación. Por consiguiente se tomará como tiempo de recuperación de vanadio, níquel y hierro 4 horas de lixiviación mediante la lixiviación con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 75 °C.

En la tabla 3.17 se muestran las recuperaciones obtenidas mediante la lixiviación con  $H_2SO_4$  a 200 g/L a 70 °C a 0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24 horas

**Tabla 3.17.** Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 70 °C a través del tiempo

Ensayo	Tiempo de lixiviación (h)	Peso de muestra (g)	Recuperación total en solución (%)		
			Vanadio	Níquel	Hierro
AAT1-1	0,5	20,00	31,3	20,6	17,4
AAT1-2	4	20,00	33,3	21,1	29,7
AAT1-3	8	20,00	34,6	21,0	30,2
AAT1-4	10	20,00	34,9	21,5	30,7
AAT1-5	24	20,00	35,1	22,6	33,3

El sólido residual logrado a través de la lixiviación con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 75 °C presenta una concentración de 10,7% de vanadio, 9,2% de níquel y 1,5% de hierro, el cual fue lixiviado con  $Na_2CO_3$  2 M a 75 °C a 0,5; 4,0; 8,0; 10,0 y 24 horas. En la figura 3.47 se presenta la recuperación de vanadio, níquel y hierro.



**Figura 3.47.** Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con  $Na_2CO_3$  2M a 75 °C desde 0,5 hasta 24 horas

En la figura 3.47 se puede observar que la máxima recuperación de vanadio (60,8%) se alcanzó durante las 24 horas de lixiviación. Sin embargo el níquel a lo largo de las 24 horas mantuvo un valor de 0,0% y el hierro alcanzó un valor promedio de 5,1%. Se ha considerado como tiempo de lixiviación: 8 horas porque se logra una disolución de vanadio de 60,5% y 6,1% de hierro.

A continuación en la tabla 3.18 se observa la recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación realizada con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M a 75°C.

**Tabla 3.18.** Recuperación de los minerales de interés debido a la lixiviación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2M a 75 °C hasta las 24 horas

Ensayo	Tiempo de lixiviación (h)	Peso de muestra (g)	Recuperación total en solución (%)		
			Vanadio	Níquel	Hierro
ABT1-1	0,5	20,00	40,1	0,00	2,7
ABT1-2	4	20,00	55,3	0,00	4,5
ABT1-3	8	20,00	60,5	0,00	6,1
ABT1-4	10	20,00	60,7	0,00	6,0
ABT1-5	24	20,00	60,8	0,00	6,1

### **3.4 RECUPERACIÓN DE LOS MINERALES DE INTERÉS POR CRISTALIZACIÓN DE LAS SOLUCIONES**

Como resultado de las lixiviaciones se obtuvo una solución cargada de los metales de interés y una torta remanente. En esta sección se presentan los resultados de las cristalizaciones de las soluciones.

En el caso de las cenizas volantes se escogió la solución fuerte procedente de la lixiviación efectuada con 200 g/L  $H_2SO_4$  a 25 °C, 25% de sólidos, durante 8 horas de agitación (750 rpm). En la cual se usó material calcinado a 350 °C por 1,5 horas.

Para la escoria de incombustos se analizó dos soluciones fuertes, aquella procedente de la lixiviación con 200 g/L  $H_2SO_4$  a 70 °C, 25% de sólidos durante 4 horas de agitación (750 rpm) y aquella proveniente de la lixiviación con  $Na_2CO_3$  2 M, a 75 °C, con un porcentaje de sólidos 25% durante 8 horas.

Cada solución cristalizada fue analizada por difracción de rayos X en orden de determinar los posibles compuestos disueltos mediante los diferentes tratamientos

#### **3.4.1 COMPOSICIÓN MINERALOGICA DE LA SOLUCIÓN CRISTALIZADA PROCEDENTE DE LA LIXIVIACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES**

En la lixiviación de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C durante 1,5 horas en una solución de 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 25 °C con 25% de sólidos, se obtuvo una solución fuerte, la cual fue cristalizada para obtener un producto seco con la composición, que se observa en la tabla 3.19.

**Tabla 3.19.** Composición mineralógica de la solución fuerte cristalizada proveniente de la lixiviación con 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de las cenizas volantes

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Mikasaita	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	30
Sulfato de hierro	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	30
Óxido de vanadio	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	27
Morenosita	NiSO <sub>4</sub> .7H <sub>2</sub> O	5
Jambornita	(Ni,Fe,Ca) (OH) <sub>2</sub> (OH,S,H <sub>2</sub> O)	4
Magnesita	Mg(CO <sub>3</sub> )	1
Ardealita	Ca <sub>2</sub> (HPO <sub>4</sub> )(SO <sub>4</sub> )(H <sub>2</sub> O)	1
Cuarzo	SiO <sub>2</sub>	1
Sulfato de aluminio	Al <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1

Como se puede observar, la solución fuerte cristalizada presenta diferentes compuestos que pudieron haber sido formados en la lixiviación con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> como es el caso del sulfato de hierro, la mikasaita Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, morenosita NiSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O, ardealita Ca<sub>2</sub>(HPO<sub>4</sub>)(SO<sub>4</sub>)(H<sub>2</sub>O) y el sulfato de aluminio Al<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

La lixiviación con ácido sulfúrico permitió disolver metales como vanadio, níquel y hierro a fin de presentar un 96% en peso en la solución fuerte cristalizada como Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, NiSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O y (Ni,Fe,Ca) (OH)<sub>2</sub> (OH,S,H<sub>2</sub>O).

De acuerdo a los análisis realizados por difracción de rayos X la presencia de vanadio como V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> permite calificar a los ensayos como buenos porque esta es una de las presentaciones comerciales del vanadio. Sin embargo el 90% de recuperación del vanadio solo permite tener un sólido cristalizado con 27% de pentóxido de vanadio.

En el caso del níquel la presencia de 5% de NiSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O a través de una recuperación del 31% del material, no hace un producto atractivo para su comercialización directa.

Aunque el objetivo no fue la recuperación de hierro el 33% de su recuperación vuelve al sólido residual un producto atractivo con 60% de su contenido como sulfato de hierro.

### 3.4.2 COMPOSICIÓN MINERALÓGICA DE LAS SOLUCIONES CRISTALIZADAS PROCEDENTES DE LA LIXIVIACIÓN DE ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### 3.4.2.1 Composición mineralógica de la solución cristalizada de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> obtenida de la lixiviación de la escoria de incombustos

Como producto de la primera lixiviación realizada con 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 70 °C, 25% de sólidos durante 4 horas de agitación (750 rpm) a la escoria de incombustos original se obtuvo una solución, la cual al ser cristalizada demostró tener la siguiente composición mineralógica, que se presenta en la tabla 3.20.

**Tabla 3.20.** Composición mineralógica de la solución cristalizada 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 70 °C

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Oxi sulfato de vanadio	V <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	51
Sulfato de níquel hidratado	NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	27
Mikasaita	Fe <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub>	7
Sulfato de níquel y potasio hidratado	K <sub>2</sub> NiSO <sub>4</sub> .6H <sub>2</sub> O	5
Albita	NaAlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	4
Anorthita	Ca(Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	2
Reyerita	Ca <sub>7</sub> Si <sub>11</sub> AlO <sub>29</sub> (OH) <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O	2
Sillimanita	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> SiO <sub>2</sub>	1
Tridymita	SiO <sub>2</sub>	1

De acuerdo a los resultados obtenidos mediante difracción de rayos X se puede asumir que algunos compuestos pudieron ser formados durante la lixiviación con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 70 °C, como: mikasaita Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, oxi sulfato de vanadio V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, sulfato de níquel hidratado NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O, sulfato de níquel y potasio hidratado K<sub>2</sub>NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O debido a la presencia de grupos sulfatos en su estructura.

La única presentación del vanadio fue como V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, mientras que el níquel se presentó como hidratos en NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O y K<sub>2</sub>NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O y el hierro como Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>. La presencia de 51% de V<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, 27% de NiSO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O y 7% de



$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  convierten a un producto atractivo debido a que el 85% de su contenido involucra metales de interés.

### 3.4.2.2 Composición mineralógica de la solución cristalizada de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ obtenida de la lixiviación de la escoria de incombustos

Como producto de la lixiviación realizada con de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2M a 75 °C durante 8 horas de agitación se logró una solución fuerte, la cual fue cristalizada y sometida a un análisis por difracción de rayos X en el cual resultó la siguiente composición, mostrada en la tabla 3.21

**Tabla 3.21.** Composición mineralógica de la solución cristalizada 2 M de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Trona	$\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	28
Thermonatrita	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	24
Barnesita	$\text{NaV}_6\text{O}_{16}$	16
Volborthita	$\text{Ca}_3(\text{V}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})$	15
Óxido de calcio, magnesio y vanadio	$\text{CaMgV}_2\text{O}_7$	14
Silicato de níquel	$\text{Ni}_2\text{SiO}_4$	1
Pentlandita	$\text{Fe}_9\text{Ni}_9\text{S}_{16}$	1
Cristobalita	$\text{SiO}_2$	1

En la tabla 3.21 se puede observar que el 28% de thermonatrita  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  y 24% de trona  $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  SON procedentes del agente lixiviante disuelto en la solución que se cristalizó al momento de evaporar al agua de la solución.

El 45% de la solución cristalizada está formada por compuestos en donde se encuentra presente el vanadio ( $\text{NaV}_6\text{O}_{16}$ ,  $\text{Ca}_3(\text{V}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})$  y  $\text{CaMgV}_2\text{O}_7$ ), solo el 2% esta conformado por compuestos de níquel  $\text{Ni}_2\text{SiO}_4$  y  $\text{Fe}_9\text{Ni}_9\text{S}_{16}$  y el 1% por  $\text{Fe}_9\text{Ni}_9\text{S}_{16}$  compuesto de hierro.

En este caso el sólido cristalizado con 45% de vanadio puede ser calificado como bueno debido que el 28% de este contiene productos procedentes del agente lixiviante utilizado.

### 3.5 ESTABILIZACIÓN DEL SÓLIDO RESIDUAL DEL PROCESO

Como resultado de las lixiviaciones se obtuvo una solución cargada de los metales de interés y una torta remanente. En esta sección se presentan las composiciones mineralógicas de las tortas y los resultados de la estabilización de las mismas.

Tanto para las cenizas volantes como la escoria de incombustos se seleccionó un proceso, del cual se obtuvo un sólido residual, el mismo que fue combinado con diferentes agentes (cemento y cal) para lograr su estabilización.

En el caso de las cenizas volantes se escogió el sólido residual procedente de la lixiviación efectuada con 200 g/L  $H_2SO_4$  a 25°C, 25% de sólidos, durante 8 horas de agitación (750rpm). En la cual se usó material calcinado a 350°C por 1,5 horas.

Para la escoria de incombustos se escogió el sólido resultante de una secuencia de ensayos: lixiviación con 200g/l  $H_2SO_4$  a 70°C, 25% de sólidos durante 4 horas de agitación (750rpm) y aquella con  $Na_2CO_3$  2M, a 75°C, con un porcentaje de sólidos 25% durante 8 horas.

Cada torta fue evaluada conforme un test de toxicidad EPA 1311 y analizada por difracción de rayos X en orden de determinar los compuestos insolubles remanentes de los ensayos.

Además los sólidos residuales de cada proceso fueron estabilizados con mezclas de cemento y cal a fin de determinar una composición idónea que encapsule los elementos contaminantes, para lo cual se uso un test de toxicidad EPA 1311.

### 3.5.1 ESTABILIZACION DE LA TORTA PRODUCTO DE LA LIXIVIACION DE LAS CENIZAS VOLANTES

#### 3.5.1.1 Composición mineralógica del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes

Como primer paso se realizó una caracterización mineralógica de la torta remanente del proceso que consta de de una calcinación a las cenizas volantes a 350 °C durante 1,5 hora y una lixiviación efectuada con 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 25 °C, 25% de sólidos durante 8 horas de agitación (750 rpm).

En la tabla 3.22 se muestra la composición de la torta remanente de la lixiviación de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C y lixiv iada con 200 g/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

**Tabla 3.22.** Composición mineralógica de la torta remanente de la lixiviación con 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> de las cenizas volantes calcinadas a 350 °C

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Carbón	C	90
Rhomboclasa	HFe(SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	10

De acuerdo al análisis realizado por difracción de rayos X se observó que el 90% de la torta remanente contiene carbón y el 10% de corresponde a un compuesto llamado rhomboclasa HFe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.4H<sub>2</sub>O. La rhomboclasa según su estructura se predice que pudo haber sido formada durante la lixiviación con ácido sulfúrico debido a la existencia de grupos sulfatos en su estructura proveniente del agente lixivante H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y elementos como el hierro.

#### 3.5.1.2 Estabilización del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes

Para estabilizar la torta remanente de la lixiviación efectuada con 200 g/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 25 °C, 25% de sólidos, durante 8 horas de agitación (750 rpm) se

prepararon diferentes mezclas con cemento y cal. En la tabla 3.23 se especifican las cantidades de cada uno de sus componentes.

**Tabla 3.23.** Composición de las mezclas conformada por cal, cemento y torta de cenizas volantes producto de la lixiviación con 200 g/L de ácido sulfúrico, 25°C

Numero de torta	Cantidad de torta remanente (%)	Cemento Portland (%)	Cal (%)
1	33	33	33
2	38	31	31
3	40	40	20
4	50	20	30
5	50	25	25
6	50	30	20
7	50	40	10
8	59	29	12
9	63	19	19

Como se puede observar las tortas estabilizadas fueron conformadas con diferentes proporciones de cenizas volantes remanentes de la lixiviación, cemento Portland y cal P24. Además se debe tomar en cuenta que las mezclas fueron elaboradas con la misma cantidad de torta remanente a fin de comparar los resultados del test EPA 1311 (TCLP 1311).

Las mezclas con mayor dureza al tacto fueron 1 y 2. Mientras las tortas 3, 4, 5, 6, 7, 8 y 9 presentaron menor firmeza al tacto. Para esta evaluación fue simplemente una valoración empírica.

A continuación en la tabla 3.24 se muestran los valores de pH y concentraciones de arsénico, bario, cadmio, vanadio, níquel, hierro, cromo, selenio, plata y mercurio encontradas en el extracto lixiviado.

**Tabla 3.24.** Resultados del test EPA (TCLP 1311) de las tortas estabilizadas procedentes de las cenizas volantes.

Límite máximo permitido (mg/L)	As <sup>1</sup>	Ba <sup>1</sup>	Cd <sup>1</sup>	V <sup>3</sup>	Ni <sup>2</sup>	Fe <sup>1</sup>	Cr <sup>1</sup>	Se <sup>1</sup>	Ag <sup>1</sup>	Pb <sup>1</sup>	Hg <sup>1</sup>	pH <sup>2</sup>
	5,00	100,00	1,00	30,00	2,00	30,00	5,00	1,00	5,00	5,00	0,20	5-9
Cenizas volantes originales	0,10	0,10	1,76	168,50	174,00	200,60	2,40	0,10	0,13	0,10	0,10	3,50
Torta remanente de la lixiviación con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2,10	0,10	0,07	45,00	195,00	8,99	1,38	0,00	0,01	0,50	0,00	2,14
<b>Tortas-cal-cemento</b>												
33-33-33	0,01	0,10	0,07	1,10	0,15	0,10	0,13	0,00	0,02	0,50	0,00	7,22
38-31-31	0,00	0,10	0,04	1,40	0,14	0,09	0,12	0,00	0,04	0,30	0,00	7,22
40-40-20	0,02	0,10	0,28	42,20	19,00	14,70	0,96	0,00	0,09	1,60	0,00	8,50
50-20-30	0,01	0,10	0,04	2,70	2,49	6,26	0,10	0,00	0,02	0,10	0,00	6,91
50-25-25	0,01	0,10	0,07	15,90	8,71	32,94	0,22	0,00	0,02	0,40	0,00	7,15
50-30-20	0,00	0,10	0,04	7,00	2,54	7,12	0,11	0,00	0,02	0,10	0,00	6,45
50-40-10	0,01	0,10	0,03	3,90	2,39	4,06	0,07	0,00	0,01	0,10	0,00	5,70
59-29-12	0,01	0,10	0,04	28,90	0,29	1,99	0,12	0,00	0,02	0,30	0,00	5,55
63-19-19	0,00	0,10	0,06	9,00	8,32	14,33	0,32	0,00	0,03	0,20	0,00	6,20

1 Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

2 Parámetro regulado por la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

3 Sustancia no regulada en la presente norma.

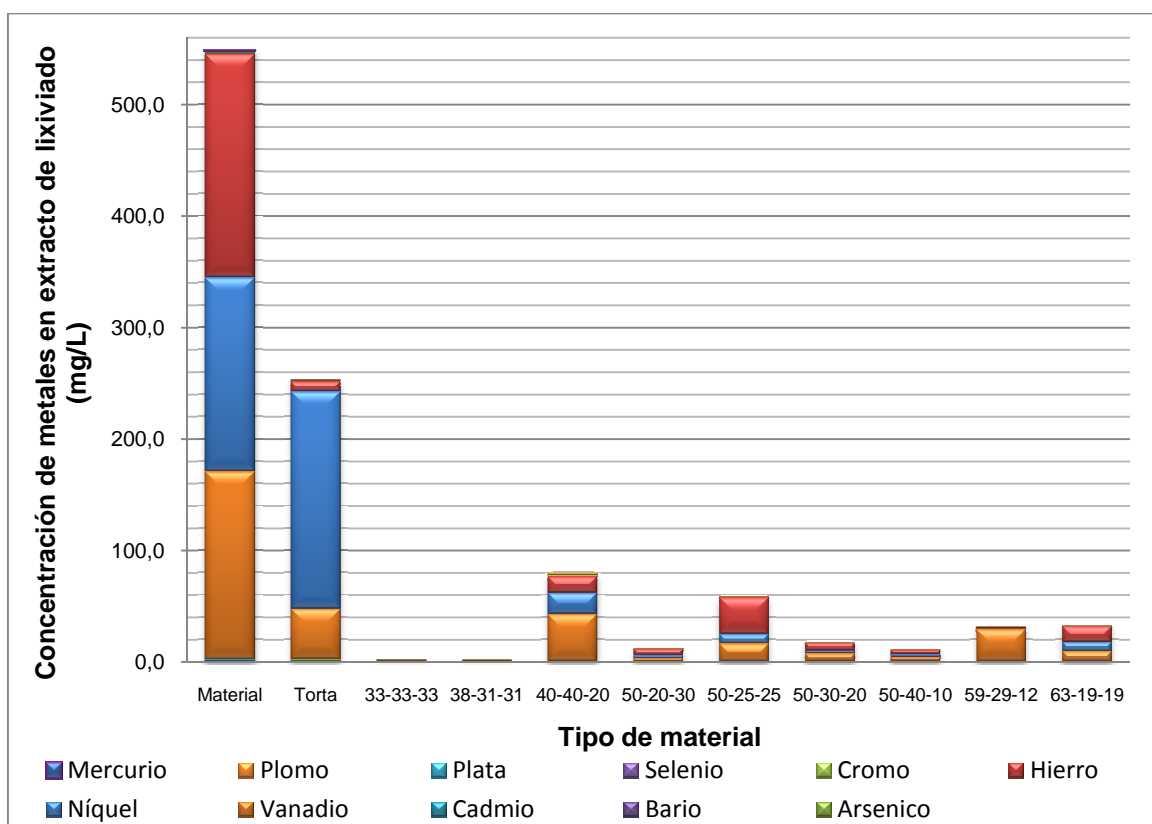
Cabe resaltar que el vanadio no está regulado por el test toxicológico EPA (TCLP 1311) de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003, pero se escogió una concentración de 30 mg/L como sustitución del límite máximo permisible para evaluar su capacidad de lixiviación debido a su semejanza con las características del hierro cuya concentración se encuentra regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público.

Como se muestra en la tabla 3.24 las concentraciones de hierro (200,60 mg/L), níquel (174,00 mg/L), vanadio (168,50 mg/L), cadmio (1,76 mg/L) y valores de pH (3,5) pertenecientes al extracto de lixiviado de las cenizas volante originales están sobre los requerimientos de Norma de descarga al sistema de alcantarillado público y los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003, clasificando a las cenizas volantes como material tóxico.

La torta remanente de la lixiviación con ácido sulfúrico presenta una concentración mayor de vanadio (45,00 mg/L), níquel (195,00 mg/L) y valor de pH (2,1) con respecto a la norma de descarga al sistema de alcantarillado público, catalogando a este material como producto no apto para descargar sus lixiviados al sistema público.

Las torta estabilizadas 1 y 2 presentan una concentración de arsénico, bario, cadmio, vanadio, níquel, hierro, cromo, selenio, plata y mercurio bajo la norma y los estándares mencionados. De esta manera se cataloga a las tortas 1 y 2 como materiales inofensivos al medio ambiente, cuya disposición en rellenos de seguridad no traería fatales consecuencias

Para visualizar de mejor manera el contenido del extracto de lixiviado obtenido mediante el test EPA (1311) se presenta la figura 3.48 que muestra la concentración de de los elementos analizados.



**Figura 3.48.** Contenido del extracto de lixiviado de los materiales conformados por las cenizas volantes

En la figura 3.48 se puede observar que los elementos con mayor desviación respecto a la concentración máxima permitida, en el caso del: material original (cenizas volantes originales) fueron: cadmio con una desviación de 76%; vanadio 462%; níquel 86% y hierro 569%. Mientras tanto en la torta remanente del proceso (torta sin estabilización) fueron: vanadio 50% y níquel 9650%.

Las mezclas que brindaron mayor estabilización de As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se y Ag fueron 1, 2 y 8. Las mezclas 1 y 2 presentan mayor solidez con respecto a la mezcla 3. La mezcla 1 estuvo conformada por una proporción equitativa de cemento, cal y sólido residual. Mientras la mezcla 2 se encontró conformada por 38,5% de sólido residual y una proporción igual del 30,8% de cemento y cal.

### **3.5.2 ESTABILIZACION DE LA TORTA REMANENTE DE LOS TRATAMIENTOS APLICADOS A LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

#### **3.5.2.1 Composición mineralógica del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico y carbonato de sodio de la escoria de incombustos**

El sólido analizado es producto de una serie de ensayos correspondiente a una lixiviación con 200 g/L de  $H_2SO_4$  a 70 °C, 25% de sólidos durante 4 horas de agitación (750 rpm) y una lixiviación con  $Na_2CO_3$  2 M, a 75 °C, con 25% sólidos durante 8 horas.

A continuación en la tabla 3.25 se presenta la composición mineralógica de la torta remanente, producto de la lixiviación con 200 g/L  $H_2SO_4$  a 70 °C.

**Tabla 3.25.** Composición mineralógica de la torta remanente de la lixiviación con 200 g/L  $H_2SO_4$  a 70 °C

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Óxido de vanadio y níquel	$Ni_3(VO_4)_2$	76
Óxido de potasio y vanadio	$KO_{33}V_2O_5$	10
Óxido da calcio y aluminio	$CaAl_2O_4$	8
Fosfato de aluminio	$AlPO_4$	3
Sulfuro de aluminio	$Fe_7S_8$	1
Magnetita	$Fe_3O_4$	1
Tridymita	$SiO_2$	1

Los compuestos que se muestran en la tabla 3.25 son aquellos que forman parte de la torta residual y corresponden a los compuestos insolubles en ácido sulfúrico 200 g/L 70 °C. En el caso del vanadio y el níquel se presentan como  $Ni_3(VO_4)_2$  y  $KO_{33}V_2O_5$ . Mientras que el hierro como  $Fe_7S_8$  y  $Fe_3O_4$ .

Consecutivamente se realizó una lixiviación del sólido residual presentado en la tabla 3.25 con 2 M  $Na_2CO_3$  a 75 °C. La composición mineralógica de este nuevo sólido residual se muestra en la tabla 3.26

**Tabla 3.26.** Composición mineralógica de la torta residual de la lixiviación con 2 M de  $Na_2CO_3$  de la escoria de incombustos

Nombre del compuesto	Fórmula	Contenido aproximado (%)
Óxido de vanadio y níquel	$Ni_3(VO_4)_2$	56
Óxido da calcio y aluminio	$CaAl_2O_4$	15
Fosfato de aluminio	$AlPO_4$	8
Sulfuro de aluminio	$Fe_7S_8$	6
Magnetita	$Fe_3O_4$	5
Óxido de potasio y vanadio	$KO_{33}V_2O_5$	5
Tridymita	$SiO_2$	5

Se puede observar que las tortas remanentes de las lixiviaciones con  $H_2SO_4$  y  $Na_2CO_3$  tienen la misma composición mineralógica pero a diferentes porcentajes. Lo cual indica que una fracción de  $Ni_3(VO_4)_2$  y  $KO_{33}V_2O_5$  contenidos en la escoria de incombustos se disuelven 2 M de  $Na_2CO_3$  a 75°C.



Mientras que los compuestos  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ ,  $\text{AlPO}_4$ ,  $\text{Fe}_7\text{S}_8$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  y  $\text{SiO}_2$  son insolubles a pH básicos

### 3.5.2.2 Estabilización del sólido residual de la lixiviación con ácido sulfúrico y carbonado de sodio de la escoria de incombustos

La torta seleccionada para la estabilización se derivó de una secuencia de lixiviaciones, conformada por 200 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  efectuada a 70 °C y aquella realizada con 2 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C. Las proporciones de los materiales que conforman las tortas estabilizadas se observan en la tabla 3.27

**Tabla 3.27.** Composición de las mezclas conformada por cal, cemento y torta de escoria de incombustos producto de la lixiviación con 200 g/L de ácido sulfúrico, 25 °C, 25% sólidos y 2 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 75 °C

Numero de torta	Cantidad de torta remanente (%)	Cemento Portland (%)	Cal (%)
1	40	30	30
2	40	40	20
3	50	20	30
4	50	25	25
5	50	30	20
6	50	40	10
7	60	20	20
8	60	30	10

Aún cuando las tortas contienen diferentes proporciones de cal, cemento y torta remanente fueron conformadas por la misma cantidad de sólido residual a fin de comparar la estabilización de las mezclas.

De acuerdo a la resistencia de la matriz (torta remanente-cemento-cal) las mezclas 2 y 6 fueron más firmes que las demás. La mezcla 2 presenta una composición 40-40-20 y la mezcla 6 una composición 50-40-10.

A continuación en la tabla 3.28 se muestran las concentraciones de As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se y Ag encontradas en el extracto lixiviado.

**Tabla 3.28.** Resultados del test EPA (TCLP 1311) de las tortas estabilizadas procedentes de la escoria de incombustos

Límite máximo permitido (mg/L)	As <sup>1</sup>	Ba <sup>1</sup>	Cd <sup>1</sup>	V <sup>3</sup>	Ni <sup>2</sup>	Fe <sup>1</sup>	Cr <sup>1</sup>	Se <sup>1</sup>	Ag <sup>1</sup>	Pb <sup>1</sup>	Hg <sup>1</sup>	pH <sup>2</sup>
	5,00	100,00	1,00	30,00	2,00	30,00	5,00	1,00	5,00	5,00	0,20	5-9
Escoria de incombustos original	1,50	0,10	0,52	20,30	11,34	0,09	0,01	0,10	0,18	0,10	0,10	6,7
Torta remanente de la lixiviación con H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Torta 1)	0,90	0,10	0,03	50,10	23,33	0,94	0,15	0,00	0,01	0,10	0,00	3,89
Torta remanente de la lixiviación con Na <sub>2</sub> CO <sub>4</sub> (Torta 2)	3,80	0,10	0,05	29,00	10,00	0,50	0,03	0,00	0,02	0,10	0,00	9,68
<b>Tortas-cemento-cal</b>												
40-30-30	0,01	0,10	0,16	3,60	0,80	3,80	0,42	0,00	0,04	0,80	0,00	10,18
40-40-20	0,00	0,10	0,05	1,40	0,09	0,06	0,13	0,00	0,05	0,30	0,00	10,70
50-20-30	0,01	0,10	0,12	1,40	0,19	0,22	0,36	0,00	0,04	0,30	0,00	10,40
50-25-25	0,00	0,10	0,06	5,00	0,10	0,08	0,21	0,00	0,01	0,30	0,00	9,82
50-30-20	0,00	0,10	0,11	1,90	0,14	0,18	0,27	0,00	0,05	0,50	0,00	10,40
50-40-10	0,00	0,10	0,05	2,40	0,29	0,46	0,25	0,00	0,08	0,30	0,00	10,43
60-20-20	0,00	0,10	0,03	2,10	0,27	0,08	0,20	0,00	0,01	0,10	0,00	10,18
60-30-10	0,02	0,10	0,23	2,00	0,08	0,39	1,00	0,00	0,07	1,10	0,00	9,79

1 Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

2 Parámetro regulado por la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

3 Sustancia no regulada en la presente norma.

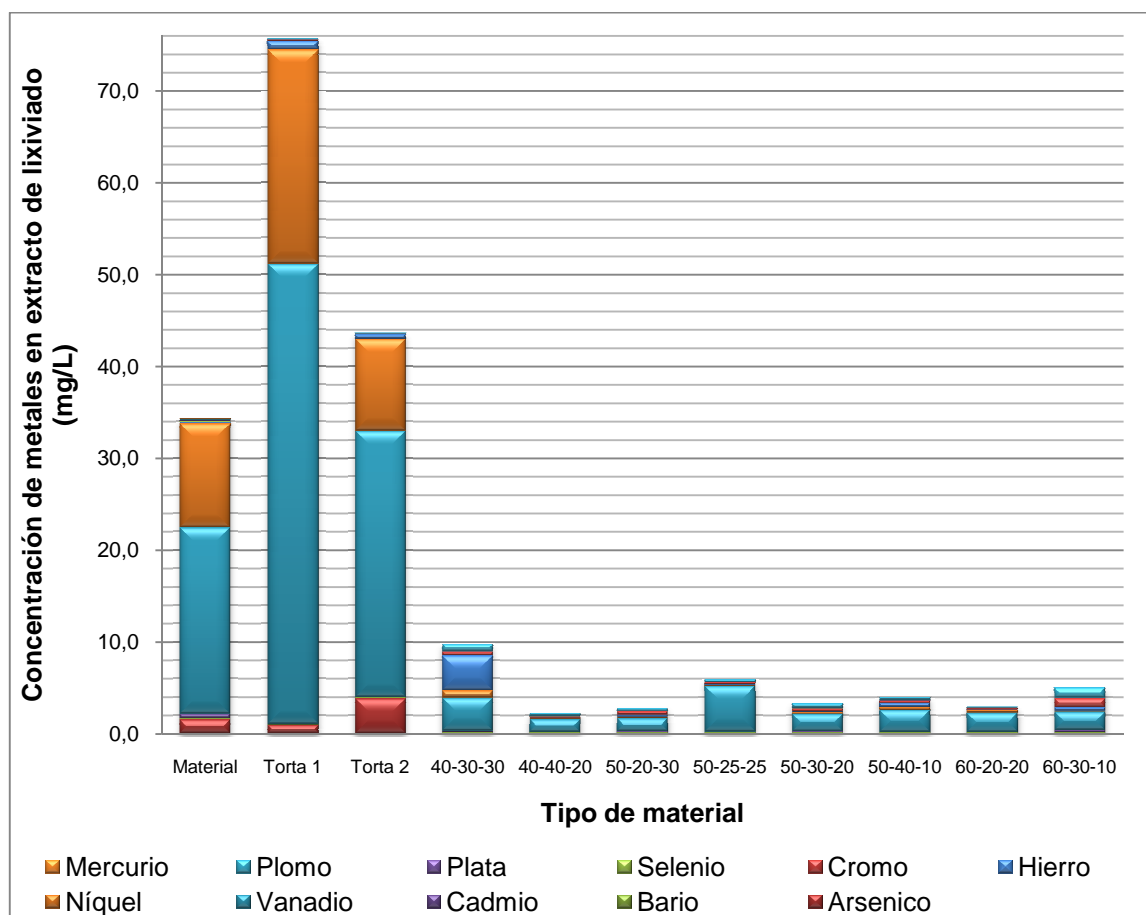
Cabe resaltar que el vanadio no está regulado por el test toxicológico EPA (TCLP 1311) de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003, pero se escogió una concentración de 30 mg/L como sustitución del límite máximo permisible para evaluar su capacidad de lixiviación debido a su semejanza con las características del hierro cuya concentración se encuentra regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público.

Según los valores permitidos el elemento que presentó mayor desviación fue el pH de las tortas estabilizada. Esta desviación pudo haberse producido por uso de

carbonato de sodio en la lixiviación y cal en la estabilización, puesto que el pH de la solución fue de 10.

Se ha escogido la estabilización de la torta residual con la proporción 6 (torta 50%, cemento 40% y cal 10%) debido a las concentraciones de arsénico, bario, cadmio, vanadio, níquel, hierro, cromo, selenio, plata y mercurio encontradas en el extracto lixiviado se encuentran bajo la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público y los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

Para visualizar el contenido del extracto de lixiviado obtenido mediante el test EPA (1311) se presenta la figura 3.49 que muestra la concentración de los elementos analizados para cada tipo de material.



**Figura 3.49.** Contenido del extracto de lixiviado de los materiales conformados por la escoria de incombustos

Como se puede observar el níquel fue el elemento más contaminante que se encontró presente en la escoria de incombustos original (material), en la torta remanente de la lixiviación con  $H_2SO_4$  (torta 1) y en la torta 2 correspondiente al sólido residual de la lixiviación con  $Na_2CO_3$ .

Todas las mezclas conformadas por sólido residual, cemento y cal presentaron una estabilización de los minerales contaminantes. Sin embargo el pH mostró valores superiores al permitido. Cuyo límite es 9.

Con la figura 3.49 se confirma la elección de la torta estabilizada 6 (torta 50%, cemento 40% y cal 10%) debido que presenta mayor contenido de sólido residual y las concentraciones de arsénico, bario, cadmio, vanadio, níquel, hierro, cromo, selenio, plata y mercurio encontradas en el extracto lixiviado se encuentran bajo la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público y los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

### **3.6 DISEÑO CONCEPTUAL Y ANÁLISIS ECONÓMICO PRELIMINAR DEL ESTABLECIMIENTO DE UNA PLANTA DE TRATAMIENTO DE CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS PARA RECUPERACIÓN DE VANADIO Y NIQUEL**

#### **3.6.1 DISEÑO CONCEPTUAL PARA EL PROCESAMIENTO DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS**

Para la estimación de la cantidad de cenizas volantes y escoria de incombustos se consideró la información obtenida mediante entrevista personal al presidente de Termoesmeraldas S. A. (Cruz A, 2010), quien ha estimado una descarga promedio de 60 ton/año, donde el 65% del material pertenecería a la escoria de incombustos y el 35% a las cenizas volantes.

Debido a que la descarga del material se realiza por una sola vez en el año y de manera íntegra, tanto las 39 ton de escoria como las 21 ton de cenizas volantes han sido racionadas durante los 12 meses del año.

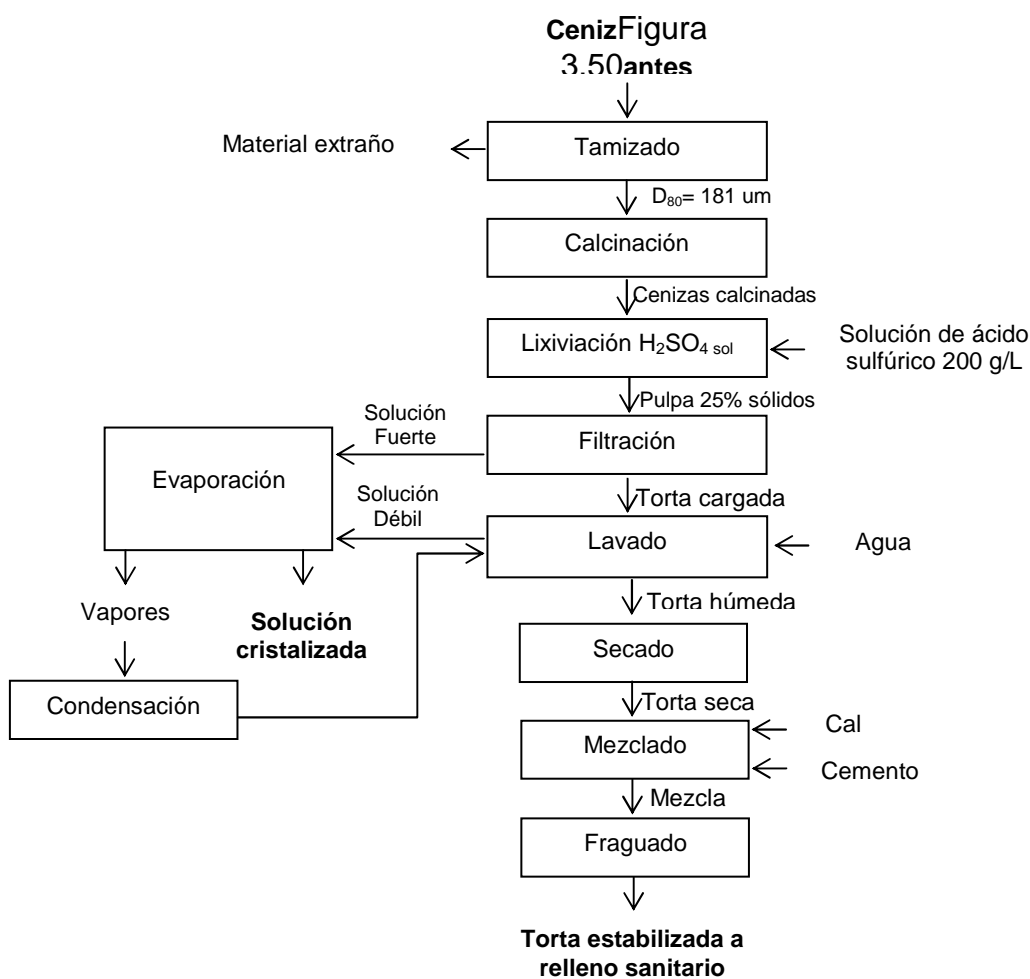
Para el dimensionamiento de la planta se ha establecido un procesamiento de 3250 kg/mes de escoria de incombustos y 1750 kg/mes de cenizas volantes.

Para el dimensionamiento de los equipos que conformarán la planta se estimó una operación de 28 días por mes, durante 2 turnos de 8 horas. De esta manera se procesará 116,07 kg/día de escoria y 62,50 kg/día de cenizas volantes en 2 líneas independientes.

Sobre ésta base se realizó un balance de masa con las mejores condiciones experimentales obtenidas en las secciones 3.2.3.3 para las lixiviaciones y 3.5.1.2 para la estabilización de las tortas; en el caso de las cenizas volantes la sección 3.3.5 y 3.5.2.2 para la escoria.

### 3.6.1.1 Dimensionamiento de la planta y especificaciones de la infraestructura para el procesamiento de las cenizas volantes

En la figura 3.50 se muestra el diagrama de flujo para el procesamiento de las cenizas volantes y la escoria de incombustos. Las condiciones de los procesos se muestran en las tablas 3.5, 3.6, 3.7 y 3.8.



**Tabla 3.29.** Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes

### 3.6.1.2 Condiciones de operación para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes

Para el procesamiento de 62,50 kg/día de cenizas volantes se señalan los siguientes parámetros de operación.

**Tabla 3.30.** Condiciones de operación para el tamizado de las cenizas volantes

<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes originales
<b>Número de malla</b>	16 (2 mm)

**Tabla 3.31.** Condiciones de operación para la calcinación de las cenizas volantes

<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes originales tamizadas
<b>Tiempo de calcinación (horas)</b>	1,5
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	350
<b>Tipo de atmósfera</b>	Oxidante

**Tabla 3.32.** Condiciones de operación para la lixiviación de las cenizas volantes

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Tiempo de lixiviación (horas)</b>	8,0
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	200

**Tabla 3.33.** Condiciones de operación para el secado de la torta húmeda

<b>Tipo de muestra</b>	Torta húmeda
<b>Temperatura de secado (°C)</b>	50
<b>Tiempo de secado (horas)</b>	24

**Tabla 3.34.** Condiciones de operación para el fraguado de la mezcla

<b>Tipo de muestra</b>	Torta seca, cal y cemento
<b>Tiempo de fraguado (días)</b>	15

**Tabla 3.35.** Condiciones de operación para la evaporación de las soluciones fuertes y débiles

<b>Tipo de muestra</b>	Solución fuerte y débil
<b>Temperatura de evaporación (°C)</b>	70

**Tabla 3.36.** Balance de masa para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de las cenizas volantes durante un día de trabajo

<b>Corriente</b>	<b>Peso (kg)</b>	<b>Volumen (L)</b>	<b>Concentración de los minerales</b>		
			<b>Vanadio</b>	<b>Níquel</b>	<b>Hierro</b>
Cenizas volantes originales	62,50	201,61	5,3 %	1,6 %	5,4 %
Cenizas volantes calcinadas	47,19	-	2,8 %	0,6 %	4,1 %
Solución de ácido sulfúrico 200 g/L	-	141,57	-	-	-
Solución fuerte	-	75,45	7,62 g/L	1,33 g/L	7,96 g/L
Agua	-	141,57	-	-	-
Solución débil	-	130,24	4,775 g/L	0,83 g/L	3,58 g/L
Solución cristalizada	9,16	-	13,10 %	16,04 %	11,64 %
Torta seca	38,03	-	0,32 %	0,20 %	2,28 %
Cal	31,00	-	-	-	-
Cemento	31,00	-	-	-	-
Torta fraguada	100,03	-	0,12 %	0,08 %	0,86 %

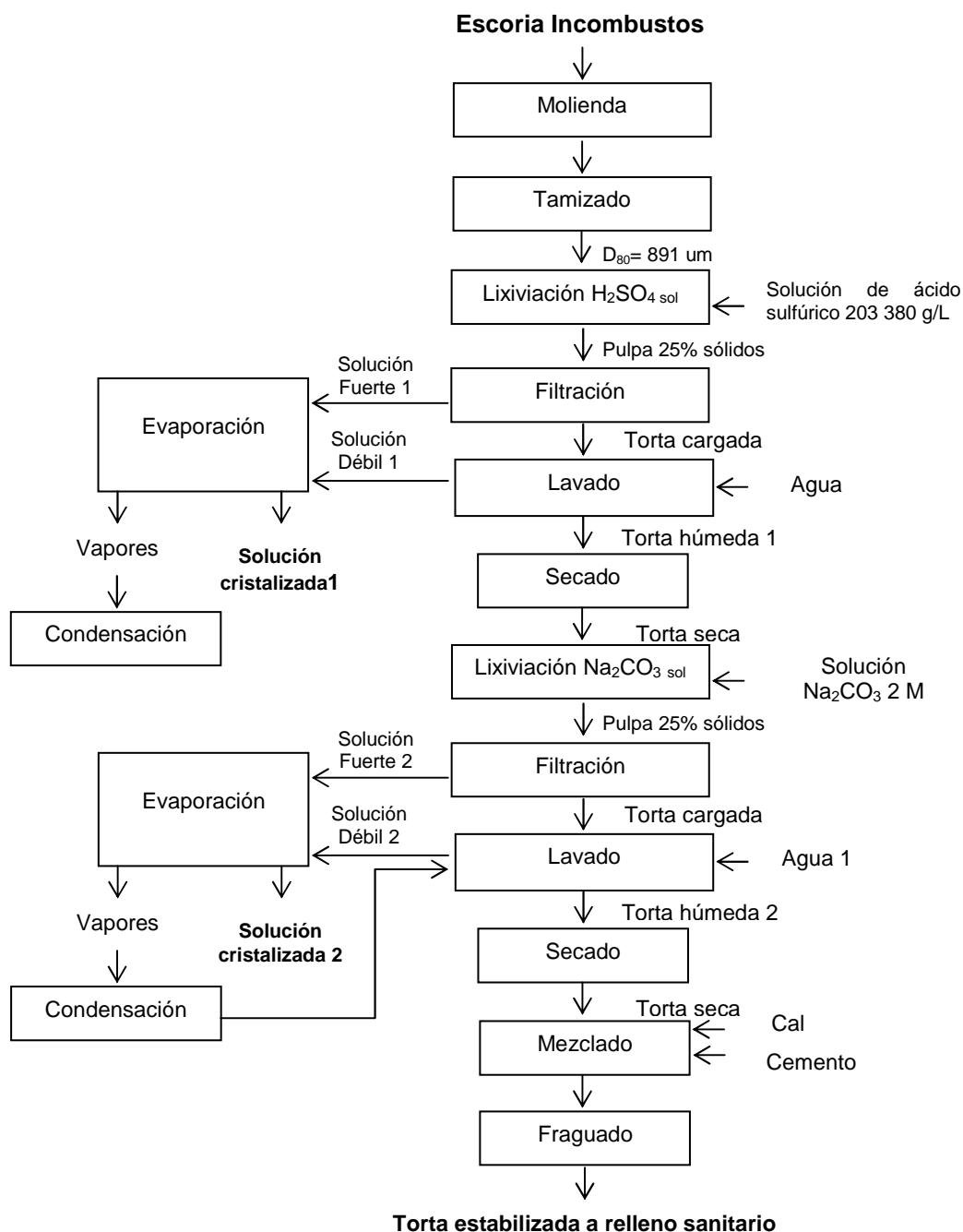
**Tabla 3.37.** Recuperación global de vanadio, níquel y hierro mediante el procesamiento de las cenizas volantes

	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
<b>Recuperación global</b>	91	73	70



### 3.6.1.3 Diseño conceptual para el procesamiento de la escoria de incombustos

En la figura 3.51 se muestra el diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de la escoria de incombustos



**Tabla 3.38.** Diagrama de flujo del proceso de recuperación de vanadio, níquel y hierro a partir de la escoria de incombustos

### 3.6.1.4 Condiciones de operación para la recuperación de vanadio, níquel y hierro de la escoria de incombustos

Para el procesamiento de 116,07 kg/día de escoria se señalan las siguientes condiciones de operación.

**Tabla 3.39.** Características de la escoria después de la molienda y tamizado

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria original
<b>Tamaño de partícula (um)</b>	891

**Tabla 3.40.** Condiciones de operación para la lixiviación con  $H_2SO_4$  de la escoria de incombustos

<b>Lixiviación agitada (rpm)</b>	750
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	70
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Tiempo de lixiviación (horas)</b>	4
<b>Agente lixivante</b>	$H_2SO_4$ sol
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	200

**Tabla 3.41.** Condiciones de operación para la lixiviación de la escoria de incombustos

<b>Lixiviación agitada (rpm)</b>	750
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	75
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25
<b>Tiempo de lixiviación (horas)</b>	8
<b>Agente lixivante</b>	$Na_2CO_3$ sol
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (M)</b>	2

**Tabla 3.42.** Condiciones de operación para el secado de la torta húmeda 1 y 2

<b>Tipo de muestra</b>	Torta húmeda
<b>Temperatura de secado (°C)</b>	50
<b>Tiempo de secado (horas)</b>	24

**Tabla 3.43.** Condiciones de operación para el fraguado de la mezcla

<b>Tipo de muestra</b>	Mezcla de cenizas volantes, cal y cemento
<b>Tiempo de fraguado (días)</b>	15

**Tabla 3.44.** Condiciones de operación para la evaporación de las soluciones fuertes y débiles correspondientes a las lixiviaciones 1 y 2

<b>Tipo de muestra</b>	Solución fuerte y débil
<b>Temperatura de evaporación (°C)</b>	70

**Tabla 3.45.** Balance de masa diario para la recuperación de níquel y vanadio de la escoria de incombustos

<b>Corriente</b>	<b>Peso (kg)</b>	<b>Volumen (L)</b>	<b>Concentración de los minerales</b>		
			<b>Vanadio</b>	<b>Níquel</b>	<b>Hierro</b>
Escoria original	116,07	50,03	28,72 %	8,16 %	1,62 %
Solución de ácido sulfúrico 200 g/L	-	348,21	-	-	-
Solución fuerte 1	-	285,53	33,19 g/L	5,89 g/L	2,05 g/L
Agua 1	-	580,35	-	-	-
Solución débil 1	-	580,35	3,34 g/L	0,52 g/L	0,07 g/L
Solución cristalizada 1	30,00	-	38,06 %	6,62 %	2,1 %
Torta seca 1	84,15	-	26,03 %	8,89 %	1,48 %
Solución de carbonato de sodio 2 M	-	252,45	-	-	-
Solución fuerte 2	-	201,96	20,93 g/L	0,00 g/L	0,05 g/L
Agua 2	-	252,45	-	-	-
Solución débil 2	-	252,45	9,46 g/L	0,00 g/L	0,02 g/L
Solución cristalizada 2	15,72	-	42,04 %	0,00 %	0,01 %
Torta seca 2	68,42	-	22,14 %	10,94%	1,82 %
Cal	13,68	-	-	-	-
Cemento	54,74	-	-	-	-
Torta fraguada	136,84	-	11,07 %	5,46 %	0,90 %

**Tabla 3.46.** Recuperación global de vanadio, níquel y hierro mediante el procesamiento de la escoria de incombustos

	Vanadio (%)	Níquel (%)	Hierro (%)
<b>Recuperación global</b>	75	21	34

### 3.6.1.5 Equipamiento y reactivos para el procesamiento de las cenizas volantes y escoria

Los datos del costo de los equipos a utilizar, y sus especificaciones presentan en la tabla 3.45. Los reactivos, junto con su consumo y costo se muestran en la tabla 3.46.

Para la especificación de los equipos se ha considerado dos turnos de trabajo, en los cuales se halla dividido el procesamiento de los materiales.

**Tabla 3.47.** Especificaciones y costo de los equipos a utilizar en una planta de tratamiento de cenizas volantes y escoria de incombustos

Equipo	Cantidad.	Especificaciones técnicas	Costo (USD)
Horno	1	Horno Nichols Herreshoff mono solera con calentamiento a gas (GLP), capacidad 35 kg	10 000
Molino de martillos	1	Molino de martillos con capacidad de 6 kg por hora	5 500
Tamiz vibratorio	2	Abertura 2 mm	14 000
Tanque con agitación para lixiviación de las cenizas volantes	1	Tanque de polipropileno con capacidad de 40 galones	2 000
Filtros	1	Filtros de Presión con capacidad de 20 galones	6 900
Filtros	2	Filtros de Presión con capacidad de 40 galones	10 000
Tanques con agitación con calentamiento para lixiviación ácida de la escoria	2	Tanque de polipropileno con capacidad de 40 galones	3 600
Evaporadores y condensadores	3	Evaporadores de hasta 140 litros	30 000
Concreteira hidráulica (mezcla de torta, cal y cemento)	2	Capacidad de mezcla 0,2 m <sup>3</sup>	4 000
Máquina para hacer bloques	2	Capacidad 150 bloques 20x20x40	12 000
<b>Inversión total</b>			<b>98 000</b>

**Tabla 3.48.** Consumo y costo de los reactivos a utilizar en una planta de procesamiento de cenizas volantes y escoria de incombustos

Reactivo	Consumo (kg/día)	Costo (USD/kg)	Valor (USD/día)	Valor (USD/mes)
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	53,40	1,50	80,11	2243,08
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	97,95	1,23	120,48	3 373,44
Cal	44,68	0,50	22,34	625,52
Cemento	85,74	0,17	14,57	408,12
<b>Costo mensual de los reactivos</b>				<b>6 650,16</b>

### 3.6.2 ANÁLISIS ECONÓMICO PRELIMINAR

Para el análisis económico preliminar, Se considera el procesamiento de 3,25 ton/mes de escoria de incombustos y 1,75 ton/mes de cenizas volantes. Las cuales no tienen costo ya que son desechadas de manera indiscriminada.

Con una jornada de trabajo de 28 días al mes, se tiene un procesamiento diario de 116,07 kg/día de escoria y 62,5 kg/día de cenizas volantes.

Con estos niveles de producción, se estiman en detalle los ingresos, que se presentan en la tabla 3.47.

**Tabla 3.49.** Ingresos mensuales por venta de los productos

Material	Producción (kg/día)	Producción (kg/mes)	Precio <sup>1</sup> (USD/kg)	Ingreso mensual (USD)
Solución cristalizada de la lixiviación de cenizas volantes cargada con 60% de sulfato de hierro y 27% de pentóxido de vanadio	9,16	256,48	5,88	1 508,10
Solución cristalizada de la lixiviación ácida de la escoria cargada 51% oxisulfato de vanadio y 27% de sulfato de níquel hidratado	30,00	840,00	10,00	8 400,00
Solución cristalizada de la lixiviación con carbonato de sodio, cargada con 16% de barnesita, 15 % de volbortita y 14% de óxido de calcio, magnesio y vanadio	15,72	440,16	2,94	1 294,07
<b>Total</b>				<b>11 202,17</b>

<sup>1</sup> Los precios son valores estimados en los cuales se tomó en cuenta el precio del pentóxido de vanadio cuya pureza es del 80%, cuyo precio es 17,64 USD/kg.

**Tabla 3.50.** Inversión estimada para la planta

Item	Costo (USD/mes)
Equipo	98 000
Infraestructura	20 000
<b>Inversión estimada</b>	<b>118 000</b>

Los costos estimados para la operación mensual de la planta se presentan en la tabla 3.48

**Tabla 3.51.** Costos de operación por mes de la planta

Item	Costo (USD/mes)
Reactivos	5 616,52
Personal (Jefe de la planta, cuatro operadores, supervisor)	2 500,00
Servicios (agua, electricidad, GLP)	300,00
<b>Total de costos por mes</b>	<b>8 416,52</b>

En función de la capacidad a instalar, y de la vida útil de la misma, se estimó un horizonte de 5 años para la operación de la planta. Para la actualización de los flujos y el cálculo de los indicadores de factibilidad económica de la planta, se utilizó una tasa de oportunidad de 10%, con base en una media de la tasa de interés nacional.

Con estas estimaciones se construyó un flujo de fondos para el cálculo de los indicadores económicos: Valor actual neto (VAN); Tasa interna de retorno (TIR); y Relación beneficio costo (B/C). Los valores obtenidos de éstos indicadores se presentan en la tabla 3.49.

**Tabla 3.52.** Indicadores económicos obtenidos

Indicadores	Valores
VAN	8 718 USD
TIR	12,85%
B/C	1,07

### 3.6.2.1 Análisis de resultados del análisis económico preliminar

Se debe contar con un capital propio de USD 118 000 para cubrir los costos de inversión inicial hasta los cuatro años siete meses de producción en el cual se recuperaría toda la inversión.

El precio de venta de los productos cargados de vanadio, níquel y hierro de 5,88; 10,00 y 2,94 USD/kg permiten tener ingresos de venta de USD 11 202,17 durante los 5 años de vida útil de los equipos. Los precios mostrados pertenecen a valores referenciales y no están sustentados en un estudio de mercado.

Los indicadores reflejan que esta planta de recuperación de metales de interés, para las condiciones estimadas produciría una rentabilidad atractiva del 12,85% que se encuentra sobre la tasa de oportunidad del capital considerada como 10%. Los beneficios calculados sobre la estimación del volumen de producción por cada uno de los metales a precios actuales del mercado, superarían a los costos de operación más la inversión requeridos, en un 7% como muestra el valor de 1,07 del indicador B/C (beneficio/costo)

Los cinco años de operación estimados para el cálculo de los indicadores corresponden a un escenario conservador, puesto que la infraestructura y los equipos mayores como el horno y el molino de martillos podrían tener una vida útil sobre los 10 años y con una pequeña reinversión se podría estimar la rentabilidad para el mismo tiempo, en ese caso arrojaría una TIR de alrededor del 12,85%, lo que significa que la variable más sensible en este modelo de producción es el volumen de producción y el aprovechamiento de la capacidad instalada. En el Anexo 4 se detalla el cálculo de los indicadores económicos.

Debe considerarse que el tratamiento de pasivos ambientales por parte de un gestor ambiental calificado, para la incineración de este tipo de desechos motivaría un gasto de 45 000 USD/año. Puesto que costo de tratamiento de este tipo de desechos es de 0,75 USD/kg. Gasto que podría corresponder al 41,6% de la inversión inicial en el caso de la instalación de una planta para la recuperación de vanadio, níquel y hierro.

## 4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1 CONCLUSIONES

El tratamiento de pasivos ambientales por parte de un gestor ambiental calificado, para la incineración de este tipo de desechos motivaría un gasto de 45 000 USD/año. Puesto que costo de tratamiento de este tipo de desechos es de 0,75 USD/kg. Gasto que podría corresponder al 41,6% de la inversión inicial en el caso de la instalación de una planta para la recuperación de vanadio, níquel y hierro.

La valorización de las cenizas volantes y escoria de incombustos es muy compleja, cuyos resultados están limitados a nivel de laboratorio por tanto deben ser considerados con cautela.

#### 4.1.1 CONCLUSIONES DE LA VALORIZACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES

Las cenizas volantes presentaron un contenido de 5,42% de hierro, 5,31% de vanadio y 1,61% de níquel, constituidas por material amorfo y óxidos complejos de vanadio, sodio, níquel y calcio ( $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$ ,  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ).

Para recuperar 91% de vanadio, 73% de níquel y 55% de hierro en solución se calcino el material a 350 °C por 1,5 hora y lixivió con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 25 °C, 25% de sólidos durante 8 horas de agitación (750 rpm).

La solución fuerte cristalizada estuvo conformada por 30% mikasaita  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , 30% sulfato de hierro  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , 27% óxido de vanadio  $\text{V}_2\text{O}_5$ , 5% morenosita  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 4% jambornita  $(\text{Ni,Fe,Ca})(\text{OH})_2(\text{OH,S,H}_2\text{O})$ , 1% magnesita  $\text{Mg}(\text{CO}_3)$ , 1% ardealita  $\text{Ca}_2(\text{HPO}_4)(\text{SO}_4)(\text{H}_2\text{O})$ , 1% cuarzo  $\text{SiO}_2$  y 1% sulfato de aluminio  $\text{Al}_2\text{SO}_4$ .



El sólido residual se encontró constituido por 90% de carbón y 10% de rhomboclasa  $\text{HFe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , el cual fue estabilizado con una mezcla conformada por 38% de sólido residual y 31% de cemento y 31% de cal, para cumplir con los límites máximos permitidos en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público y de acuerdo a los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

#### 4.1.2 CONCLUSIONES DE LA VALORIZACIÓN DE LA ESCORIA DE INCOMBUSTOS

La escoria presentó un contenido de 28,72% de vanadio, 8,16% de níquel, 1,62% de hierro constituidas por  $\text{Ca}_{0,17}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,33}\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Na}_{0,76}\text{V}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NaV}_6\text{O}_{15}$ ,  $\text{NiV}_2\text{O}_6$  y 5% de  $\text{SiO}_2$ .

Para recuperar el 75% de vanadio, 21% de níquel y 34% de hierro se propuso una secuencia de lixiviaciones. Las cuales constan de: lixiviación con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  a 70 °C, 25% de sólidos, durante 4 horas de agitación (750 rpm) y una lixiviación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2 M, 75 °C, 25% de sólidos durante 8 horas.

La solución cristalizada procedente de la lixiviación con 200 g/L de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  estuvo conformada por: 51% oxi sulfato de vanadio  $\text{V}_2\text{O}_3(\text{SO}_4)_2$ , 27% sulfato de níquel hidratado  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 7% mikasaita  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ , 5% sulfato de níquel y potasio hidratado  $\text{K}_2\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 4% albita  $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ , 2% reyerita  $\text{Ca}_7\text{Si}_{11}\text{AlO}_{29}(\text{OH})_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 2% anorthita  $\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8)$ , 1% tridymita  $\text{SiO}_2$  y 1% sillimanita  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$ .

El sólido residual de la lixiviación con 200 g/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  estuvo constituido por: 76%  $\text{Ni}_3(\text{VO}_4)_2$ , 10%  $\text{KO}_{33}\text{V}_2\text{O}_5$ , 8%  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ , 3%  $\text{AlPO}_4$ , 1%  $\text{Fe}_7\text{S}_8$ , 1%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , y 1%  $\text{SiO}_2$ . Según el test toxicológico TCLP (EPA 1311) presenta una concentración de vanadio (50,10 mg/L) y níquel (23,33 mg/L) sobre la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002 Lo cual no indicó que este sólido debió ser

tratado a fin de reducir la concentración de níquel y vanadio antes de ser dispuesto a un sistema de descarga.

La solución cristalizada proveniente de la lixiviación con 2 M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estuvo conformada por: 28% trona  $\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 24% thermonatrita  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 16% barnesita  $\text{NaV}_6\text{O}_{16}$ , 15% volborthita  $\text{Ca}_3(\text{V}_2\text{O}_7)(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})$ , 14% óxido de calcio, magnesio y vanadio  $\text{CaMgV}_2\text{O}_7$ , 1% silicato de níquel  $\text{Ni}_2\text{SiO}_4$ , 1% pentlandita  $\text{Fe}_9\text{Ni}_9\text{S}_{16}$  y 1% cristobalita  $\text{SiO}_2$ .

El sólido residual de la secuencia de lixiviaciones  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  estuvo constituido por 56%  $\text{Ni}_3(\text{VO}_4)_2$ , 15%  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ , 8%  $\text{AlPO}_4$ , 6%  $\text{Fe}_7\text{S}_8$ , 5%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 5%  $\text{KO}_{33}\text{V}_2\text{O}_5$  y 5%  $\text{SiO}_2$  fue estabilizado mediante la mezcla constituida por 50% de sólido, 40% de cemento y 10% de cal, y se logra cumplir con la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002 y los estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003.

En un escenario conservador el proyecto brindó una rentabilidad atractiva del 12,85%, cuya la inversión inicial de USD 118 000 podría cubrirse en cuatro años, siete meses de operación, en el cual se recuperará toda la inversión.

## **4.2 RECOMENDACIONES**

Establecer el sector de comercialización del vanadio, níquel y hierro a fin de plantear un proceso de refinamiento que permita obtener productos comercialmente aceptables y ampliamente competitivos.

Completar el trabajo con estudios a mayor escala, puesto que la evaluación de los diferentes métodos de valorización fue realizada a escala de laboratorio.

Realizar en forma complementaria un estudio de mercado para la venta de los productos con las determinadas especificaciones que se debe tomar y a la vez confirmar los precios de venta.

Realizar tratamientos pirometalúrgicos que permitan aprovechar el residual energético de las cenizas volantes como de la escoria de incombustos en lugar de la concentración de los minerales (vanadio, níquel y hierro).

## BIBLIOGRAFÍA

1. Akita, S.; Maeda, T. y Takeuchi, H., 1995, "Recovery of Vanadium and Nickel in Fly Ash from Heavy Oil." J. Chem. Tech. Biotechnol, 62, 345.
2. Amer., A, 2002, "Processing of Egyptian boiler-ash for extraction of vanadium and nickel", <http://www.ig.pwr.wroc.pl/minproc/journal/pdf/2000/s153.pdf>, (Enero 2010).
3. Babcock H. y Wilcox S., 2007, "Steam, its generation and use", 39na. edición, Editorial Babcock y Wilcox, Estados Unidos, p 15-23
4. Bottani, E. y Odetti, H., 2006, "Introducción a la química orgánica", Editorial UNI, Santa Fé, Colombia, p 308.
5. Brizuela, E. y Loza, J., 2007, "Unidad XII: Combustión de combustibles líquidos", <http://materias.fi.uba.ar/6730/Tomo2Unidad12.pdf>, (noviembre, 2010).
6. Cáceres S, 2000, "Diagramas Eh pH", <http://www.metalurgia.uda.cl/apuntes/caceres/cursohidrometalurgia/Hidrometalurgia.pdf>, (Agosto, 2010).
7. Caravaca, C., 1993, "Extraccion de Au(CN)<sub>2</sub> mediante la amina Primene 81R y mezclas sinergicas de esta con los derivados organofosforados Neutros Cyanex 923 y Cyanex 921", Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Doctor en Ciencias Químicas, Universidad complutense, Madrid, España, p.79
8. Cheong, S. C., Kwang, J., Won, H. L. & Woong, K. K., 1980, "A study on the recovery of vanadium from the fuel oil ash", Journal of the Korean Institute of chemical Engineers, 18 (3), 153.

9. CNPML, 2003, "Fenómenos y procesos que tienen lugar en función de la temperatura" <http://www.cnpml.org/html/archivos/Ponencias/Ponencias-ID68.pdf>, (Agosto, 2010).
10. Cortés, J. V., 2009, "Carbón", [http://www.ciuden.es/DOCUMENTOS\\_B/CAPTURA/11AA%20CARBON%20.PDF](http://www.ciuden.es/DOCUMENTOS_B/CAPTURA/11AA%20CARBON%20.PDF), (octubre, 2010)
11. EPA, 2003, "Method 1311: Toxicity Characteristic Leaching Procedure (Provides information about the toxicity characteristic leaching procedure)" <http://www.epa.gov/wastes/hazard/testmethods/sw846/pdfs/1311.pdf>, (Octubre, 2010).
12. EPA, 2010, "Regulaciones del Código Federal (Identificación y listado de residuos peligrosos)", <http://frwebgate.access.gpo.gov/cgi-bin/get-cfr.cgi?TITLE=40&PART=261&SECTION=24&TYPE=TEXT>, (Octubre 2010)
13. Erazo, V., 2005, "Estandarización del método analítico para la determinación de vanadio por espectrofotometría de absorción atómica en petróleo y bunker", Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Licenciada en Ciencias Químicas, PUCE, Quito, Ecuador, p 15
14. Galarza, J., Gonzalez, M., Guadarrama, L., 1995, "Planta para la extracción de oro y plata con base en el uso de bromo y tiourea" Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico, Iztapalapa, México, p. 23
15. Garrel, R. y Christ L., 1990, "Solution, Minerals and Equilibria", 1er edición, Jones & Bartlett Publishers; New York, Estados Unidos, p. 59.
16. González A., Arancibia N., Jara A., Mora M., Navia R., 2007, "Cenizas volantes y su aplicación como material de relleno en barreras reactivas permeables", [http://www.chileresiduos.cl/chileresiduos/userfiles/file/cenizas%20volantes\(1\).doc](http://www.chileresiduos.cl/chileresiduos/userfiles/file/cenizas%20volantes(1).doc), (Mayo, 2010)

17. González, J A., García, C., Machado, A., Rincón, C., Villalobos, E. y Martínez K., 2004, "Concentración de vanadio y níquel en cenizas volantes por combustión controlada" *Interciencia*, 29 (9), 504.
18. Holloway, P. y Etsell, T., 2004, "Salt Roasting of Suncor Oil Sands Fly Ash", *Metallurgical and materials transactions*, 35 (8), 1051.
19. Mejía, J. y Orozco, W., 2008, "Calderas de vapor: diseño de quemadores", [http://www.entrepares.com/juancontrol/files/479/1638/ARTICULO\\_REVISTA%20definitivo.pdf](http://www.entrepares.com/juancontrol/files/479/1638/ARTICULO_REVISTA%20definitivo.pdf), (noviembre 2010).
20. Navarro, R., Guzman, J., Saucedo, I., Revilla, J. y Guibal, E., 2006, "Vanadium recovery from oil fly ash by leaching, precipitation and solvent extraction processes", *Sciencedirect journal-Waste Management*, 27 (3), 425.
21. Nuñez, S.J., 2000, "Fundamentos de edafología", 2da. edición, Editorial EUNED, San José, Costa Rica, 2000, pp. 67, 68.
22. Olivo, S., 2006, "Estabilización de residuos mineros con alto potencial de generación de drenaje ácido", Tesis Previa a la Obtención del título de Ingeniero Química, EPN, Quito, Ecuador, pp. 35, 123.
23. Ortiz, A., Nuñez, P., Aramburú, V., León, E., Quiñones L., Sandoval, M., Santibañez, L., Gonzales, C., Cerrón, J., Alarcón, J., 2009, "Factores que afectan la selección del proceso metalúrgico para beneficiar minerales complejos de oro" *Revista del Instituto de Investigaciones FIGMMG*, 12 (24), 49.
24. Pardo, O. J., 2005, "Evaluación preliminar del proceso de estabilización-solidificación de residuos peligrosos basado en el uso de cemento Pórtland- Estudio para lodos de metales pesados", [http://guaica.uniandes.edu.co:5050/dspace/bitstream/1992/723/3/MI\\_ICYA\\_2005\\_002.pdf](http://guaica.uniandes.edu.co:5050/dspace/bitstream/1992/723/3/MI_ICYA_2005_002.pdf), (Julio 2010).

25. PDVSA-Intevep, 1997, "Módulo de minerales de Venezuela" <http://www.pdvsa.com/lexico/museo/minerales/niquel.htm>, (Septiembre 2010).
26. Piña L., Dorante E., García C., González J. y Martínez K., 2004, "Operational variable effects on heavy metals acid leaching present in fly ash", Revista Técnica de la Facultad de Ingeniería Universidad del Zulia, 27 (1), 1.
27. Rbbertomeu, S.L, 1997, "Corrosión fuel oil", <http://www.rbbertomeu.es/html/docs/H-1%20Corrosio%20fueloil.htm>, (octubre, 2010).
28. Stuart, D., 2008, "Monitoreo del punto de rocío ácido en corrientes de gas de escape" <http://www.icmglobalnews.com/images/ametek1309-IGM-Spain.pdf>, (noviembre 2010).
29. Takeno, N., 2005, "Atlas of Eh-pH diagrams", <http://www.gsj.jp/GDB/openfile/files/no0419/openfile419e.pdf>, (Agosto 2009).
30. Texto Unificado de la Legislación Secundaria del Ministerio del ambiente, publicado el 31 de marzo de 2003 en la Edición Especial No. 2 del Registro Oficial por Decreto Presidencial No. 3516, (Tulas, libro VI, anexo 6, 2, 2.20).
31. U.S. Geological Survey, 2009, "Mineral Commodity Summaries" <http://metalprices.com/FreeSite/metals/v/v.asp#Tables>, (Agosto, 2010)
32. Ulacco, H., 2000, "Concentración de minerales" [http://www.unsl.edu.ar/~geo/materias/prospeccion-geologica/documentos/teorias/Tema1-ros\\_geoquim.pdf](http://www.unsl.edu.ar/~geo/materias/prospeccion-geologica/documentos/teorias/Tema1-ros_geoquim.pdf), (Septiembre, 2010)
33. Unidad de Planeación Minero Energética (UPME), 2009, "Características y propiedades de metales valiosos-Níquel", [www.upme.gov.co](http://www.upme.gov.co), (Septiembre, 2010).

34. Valbuena, E. y Velázquez, A., 2000, "Recuperación del Vanadio por lixiviación ácida de las cenizas del Fuel Oil", Proyecto de titulación previo a la obtención del título de Ingeniero Químico, La Universidad del Zulia, Venezuela, pp. 130.
35. Vogel, A., 1996, "Introducción a la química analítica", 5ta edición, editorial Prentice Hall, New York, Estados Unidos, p.67



## **ANEXOS**

## ANEXO I

### FOTOGRAFÍAS DEL TRATAMIENTO DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### Calcinación de las cenizas volantes a temperaturas entre 400 y 950 °C

Conforme a la calcinación de las cenizas volantes expuesta en la sección 1.2.4.1 se tomó fotografías que nos permitieron establecer un rango de fusión de las cenizas volantes.



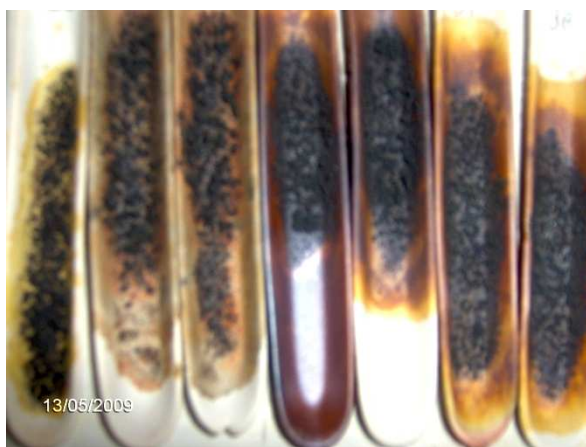
**Figura A1.** Cenizas volantes calcinadas a 400, 500 y 550 °C

Entre 400 y 550 °C no se evidenció efectos de fusión de las cenizas volantes al menos en muestras sometidas a calcinación durante 2 horas. A los 550 °C se puede observar un cambio de coloración de las cenizas volantes de café a marrón lo cual podría deberse a la aparición de óxido de hierro  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  cuyo contenido se encuentra alrededor del 20% en las cenizas volantes analizada por difracción de rayos X.



**Figura A2.** Cenizas volantes calcinadas a 600, 650 y 750 °C

A partir de las calcinaciones realizadas a 600 °C se observa aglomeración de las cenizas volantes.



**Figura A3.** Cenizas volantes calcinadas a 850, 900 y 950 °C

Las cenizas volantes calcinadas a 850, 900 y 950 °C muestran efectos de fusión.

### Calcinación de la escoria de incombustos a temperaturas entre 400 y 950 °C

Conforme a la calcinación de la escoria de incombustos expuesta en la sección 3.3.1.5 se tomó fotografías que nos permitieron establecer un rango de fusión del material.



**Figura A4.** Escoria de incombustos calcinadas a 400, 500 y 550 °C

En la escoria de incombustos calcinada a 550 °C ya se puede apreciar efectos de la fusión del material, puesto que se observa aglomeraciones del material. Mientras que las calcinaciones llevadas a cabo a 400 y 500 °C no muestran efectos de fusión.



**Figura A5.** Escoria de incombustos calcinadas a 600, 650 y 750 °C

En las calcinaciones realizadas a 600 ya se puede observar la fusión de la escoria pues se encuentran partes dispersas de material que tiñen la navecilla de color café. Las cenizas de incombustos calcinadas a 650 y 750 °C muestran una fusión

evidente porque además de teñir la navecilla se aprecia aglomeraciones del material.



**Figura A6.** Escoria de incombustos calcinadas a 850, 900 y 950 °C

Las escorias calcinadas a 850, 900 y 950 °C ya muestran características de fusión, puesto que el material se encuentra incrustado sobre la superficie de la navecilla.

## ANEXO II

### PARAMETROS DE CARACTERIZACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### **Densidad real y aparente**

La densidad se refiere al peso seco en gramos de materiales sólidos dentro de un volumen definido. Como los materiales están constituidos por partículas que difieren de tamaño y forma, e incluye espacios porosos entre las partículas las relaciones de masa por volumen originan dos conceptos: densidad aparente y densidad real.

La densidad aparente es la relación del peso del material sobre el volumen total de la muestra, incluyendo el espacio poroso.

La densidad real es la relación entre el material seco por unidad de volumen sin incluir el espacio poroso.

Aunque ambas se expresan en g/mL y tienen un ámbito normal de valores que es influenciado por el tipo de material, contenido de materia orgánica, origen, la presencia de ciertos minerales primarios en la muestra, el grado de compactación y parcialmente por la clase textural.

La densidad aparente varía desde 0,1 g/L o menos en suelos orgánicos, hasta 1,6 g/L en suelos minerales. Puede llegar hasta valores de 1,8 g/L en suelos arenosos y 2,0 g/L en suelos compactos

La densidad real tiene un ámbito de valores que oscila entre 1,65 g/L en suelos de alto contenido de material orgánico hasta 2,90 g/L si hay en el suelo minerales pesados.

Como la densidad aparente incluye el espacio poroso, a mayores valores de densidad aparente disminuye proporcionalmente la porosidad del material. Relacionado con la clase textural, es dable asumir que tipo de poros predominan en el material: macro o microporos.

La relación entre la densidad aparente y la densidad real de los materiales, permite calcular el porcentaje del espacio poroso ( $n$ ), utilizando la siguiente fórmula:

$$n = \left(1 - \frac{\text{Densidad aparente}}{\text{Densidad real}}\right) \times 100 \text{ [adimensional]} \quad [A1]$$

El valor  $n$  permite interpretar la porosidad del material y su grado de compactación.

Por regla general, a menor porosidad (menor valor de  $n$ ) el material es más compacto. Este valor  $n$  no permite interpretar por sí solo las relaciones de infiltración o permeabilidad, a menos que se asocie con la clase textural correspondiente.

Los valores de densidad aparente que presenten los suelos son influenciados por:  
Contenido de materia orgánica.

Material que le ha dado origen.

Nivel de compactación (Núñez, 2000).

### **Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas de la escoria de incombustos y las cenizas volantes**

#### **Contenido de humedad de la escoria de incombustos y las cenizas volantes**

Se determina generalmente por porcentaje de pérdida de peso al calentar una muestra en una estufa a 105°C. Por encima de esta temperatura aparecerían las pérdidas de agua quimisorbida, poco importantes para la mayoría de carbones, pero apreciables para los lignitos y, de forma general, tanto mayores cuanto menor sea el rango del combustible. A medida que se aumentara la temperatura de calentamiento, se desprendería el agua ligada con motivo del inicio de las reacciones de pirolisis.

La humedad de un combustible es muy variable, en función de las condiciones de extracción y de su preparación mecánica, el tiempo en que ha estado expuesto a la acción atmosférica y las condiciones atmosféricas propias en el momento del

muestreo. Si se permite que un carbón alcance el equilibrio, a una temperatura determinada con una atmosfera de humedad concreta, se obtiene una humedad de equilibrio o humedad estándar, característica del combustible, que varía en función del rango.

Turbas	20-30%
Lignitos	15-25%
Hullas	5%
Antracitas	3%

Esta humedad, según normas A.S.T.M, se mide a 30°C en presencia de aire y un 97% de humedad relativa.

Los contenidos de humedad de un carbón tienen efectos en distintos ámbitos:

Los carbones de bajo rango, con mayores contenidos en humedad, tienen costes relativos de transporte más altos.

La humedad actúa como un inerte, bajando las temperaturas de llama, evacuando entalpia de cambio de estado con los humos e incrementando el consumo de auxiliares (ventiladores).

Un bajo contenido en humedad favorece la molienda e inhibe las posibles aglomeraciones.

### **Contenido de volátiles de la escoria de incombustos y las cenizas volantes**

Durante la fase inicial del proceso de combustión se desprenden del carbón productos volátiles, consistentes en distintas cantidades de hidrógeno, óxidos de carbono, metano y otros hidrocarburos de bajo peso molecular.

El contenido en volátiles de un carbón constituye una importante propiedad de este proporcionando una indicación de su reactividad y facilidad de ignición. La medida de la cantidad de volátiles emitida es, en la práctica, una función de las características de la muestra de carbón y del proceso de combustión seleccionados. En este sentido, el ensayo propuesto por ISO para su determinación fija la temperatura (900°C), la duración (7 min) y el recipiente sobre el cual se debe depositar la muestra fuera de contacto con el aire; se define como



contenido en volátiles del carbón la pérdida de peso de la muestra en estas condiciones.

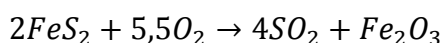
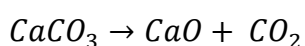
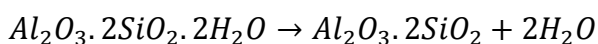
Este parámetro caracteriza la estabilidad de la llama tras la ignición así como la facilidad para la producción de esta. En este sentido, los carbones de alto rango tienen pocos volátiles y arden muy lentamente, siendo crítica la estabilidad de llama.

Un contenido excesivamente alto en volátiles (superior al 30%) puede provocar problemas de seguridad en la molienda, debido a la aparición de igniciones espontáneas.

### **Cenizas de la escoria de incombustos y las cenizas volantes**

Es el residuo sólido tras la combustión completa de toda la materia orgánica y de la oxidación de la materia mineral presente en el carbón. No es nunca igual al contenido en sustancias minerales del combustible antes de la combustión pues estas modifican sus formas de combinación.

De entre las múltiples reacciones químicas que intervienen las principales son la deshidratación del caolín y del yeso, la disociación de los carbonatos y la oxidación de las piritas. Por otro lado, ciertos constituyentes como los cloruros se volatilizan total o parcialmente. Las transformaciones químicas más importantes se representan, al menos teóricamente, por las ecuaciones



Estas reacciones originan una pérdida de peso de los productos con respecto a los reactivos, de manera que, salvo en casos muy raros, el contenido en cenizas obtenido por calcinación en presencia de aire es siempre una medida por defecto del contenido en sustancias minerales del carbón. Ello obliga a normalizar la temperatura y duración del ensayo. Por consiguiente, las cenizas definen la calidad del carbón en la combustión al determinar el contenido en materia

incombustible presente. A mayor contenido de cenizas, menor poder calorífico presentará el carbón bruto y mayores serán los sobrecostos de manipulación y tratamiento, así como los posibles problemas de erosión en los equipos de transporte y combustión.

Por otra parte, la descarga de las escorias a alta temperatura y estado pastoso en las calderas de escorias fundentes implica la extracción de cantidades sustanciales de calor sensible. No obstante, el extra coste de utilizar carbón lavado no siempre justifica, aunque, de esta forma, las cantidades de cenizas depositadas en bancos de tubos son menores, así como son también inferiores las necesidades de soplado. Adicionalmente, un mayor contenido de cenizas requiere una eficacia superior para el equipo de depuración de partículas.

En este sentido, cabe resaltar la importancia que los constituyentes de las cenizas tienen sobre el rendimiento de la caldera y su conexión con los procesos de ensuciamiento y corrosión de las superficies calientes.

### **Contenido de carbón fijo de la escoria de incombustos y las cenizas volantes**

Este parámetro es calculado, por diferencia de 100 los contenidos, de humedad, volátiles y cenizas del carbón secado al aire. En este sentido, cabe destacar la importancia que los constituyentes de las cenizas tienen sobre el rendimiento de la caldera y su conexión con los procesos de ensuciamiento, escoriación y corrosión de las superficies calientes (Cortes, 2000).

### **Toxicidad del extracto lixiviando del material incombusto**

Este tipo de ensayo sirve para caracterizar al material como tóxico de acuerdo al criterio EPA. En la sección 1.2 se detalla las características el ensayo y los límites máximos permisibles de As, Cr, Hg, Pb, Se, Ba, Cd, Ag y Fe.

**ANEXO III**

**TABLAS CORRESPONDIENTES A LA LEGISLACIÓN VIGENTE**

**PARA RESIDUOS PELIGROSOS**

Listados nacionales de productos químicos prohibidos, peligrosos, de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador y límites máximos permisibles de descarga al sistema de alcantarillado público

**Tabla A1.** Listado nacional de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador

No.	Nombre	No. Onu
1	1,1-dicloroetano	2362
2	1,2,4,5-tetraclorobenceno	nc
3	1,2,4-triclorobenceno	2321
4	1,2-diclorobenceno	1591
5	1,3-diclorobenceno	2810
6	1,4-diclorobenceno	3077
7	1-cloro2,3,-epoxipropano (epiclorhidrina)	2023
8	2,4,5 triclorofenol	2020
9	2,4,6-tris-(1,1-dimetiletil) fenol	nc
10	2-etilhexanol	nc
11	2-furaldehido(furfural)	1199
12	2-naftilamina	1650 *
13	4-aminobifenilo	nc
14	4-bromofenil fenil eter	nc
15	4-nitrobifenilo	nc
16	Acetato de plomo	1616
17	Acetato de propilo	1276
18	Acetato de vinilo	1301
19	Acetatos de amilo o de isoamilo	1104
20	Acetonitrilo	1648
21	Acido acrilico	2218
22	Acido aminosulfonico(acido sulfamico)	2967
23	Acido cloroacetico	1750/1751/3250

**Tabla A2.** Listado nacional de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador (continuación)

24	Acido clorosulfurico	1754
25	Acido dicloroacetico	1764
26	Acido etilendiaminotetracetico (edta)	nc
27	Acido formico	1179
28	Acido fosforico	1805
29	Acido maleico	1759
30	Acido metacrilico c238	2531
31	Acido nitrico	2032*
32	Acido oxalico	* nc
33	Acido propionico	1848
34	Acidos bromoaceticos	1938
35	Acrilonitrilo	1093
36	Actinolita (asbesto)	2590*
37	Adiponitrilo	2205
38	Alcohol butilico	1120*
39	Alcohol propilico	1274
40	Amosita (asbesto)	2212*
41	Anhidrido ftalico	2214
42	Anhidrido maleico	2215
43	Anilina y sus sales	1547*
44	Antimonio	2871
45	Antofilita (asbesto)	2590*
46	Argon	1951*
47	Arsenico	1558*
48	Bencidina	1885
49	Berilio	1567
50	Bis-(2-etilhexil)ftalato	nc
51	Bromo	1744
52	Butadieno	1010*
53	Butanal(butiraldehido, isomero normal)	1129
54	Butano	1011 *
55	Butilbencil ftalato	nc
56	Butileno	1012

**Tabla A3.** Listados nacionales de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador (continuación)

57	Cadmio	2570*
58	Carbonato de amonio comercial	nc
59	Carbonato de bario	nc
60	Carburos de calcio	1402
61	Carburos de tungsteno (volframio)	nc
62	Cesio	1407
63	Cianuro de sodio	1689
64	Ciclohexano	1145
65	Ciclohexanona	1915
66	Clorato de potasio	1485
67	Clorato de sodio	1495
68	Cloro	1017*
69	Clorobenceno	1134
70	Cloroformo (triclorometano)	1888
71	Clorometano(cloruro de metilo)	1063/1912 *
72	Clorotrifluorometano	1022/2599*
73	Cloruro de cromo iii	nc
74	Cloruro de manganeso	nc *
75	Cloruro de niquel (iv)	nc
76	Cloruro de vinilo	1086 *
77	Cloruros de mercurio	1624
78	Cromatos de plomo	nc
79	Cromatos de zinc	nc
80	Cromo	nc *
81	Dibutil ftalato	nc
82	Dicromato de sodio	nc
83	Difenilamina	nc
84	Dimetilamina (anhidra)	1032
85	Dioxido de azufre	1079 *
86	Dioxido de carbono	1013
87	Dioxido de nitrogeno	1067 *
88	Disulfuro de tetrametiltiourama	137-26-8 nc
89	Ditionito de sodio	1384

**Tabla A4.** Listado nacional de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador (continuación)

90	Espiritu de petroleo (white spirit)	nc
91	Etano	1035 *
92	Fenol	2821/2312/1671
93	Fluor	1045/9192
94	Fluorosilicatos de potasio;	2655
95	Fluorosilicatos de sodio;	2674
96	Fluoruro de hidrogeno (acido fluorhidrico)	1052
97	Fosfato de tris (2,3-dibromopropilo)	nc
98	Fosforo rojo o amorfo	1338 *
99	Glutaraldehido	nc
100	Heptano	1206 *
101	Hexaclorobenceno	2729
102	Hexaclorobutadieno	2279
103	Hexametilendiamina	2280
104	Hexametenotetramina	1328
105	Hidrazina (anhidra)	2029 *
106	Hidrazina (hidratada)	2030/3293 *
107	Hipoclorito de calcio	1748/2880/2208
108	L-cianoguanidina (diciandiamida)	nc
109	Litio	1415
110	Mercurio	2809 *
111	Metacrilato de metilo	1247
112	Metanal (formaldehido)	2209/1198 *
113	Metano	2034//1972 *
114	Metoloxirano (oxido de propileno)	1280
115	Mono metilamina c108 (anhidra)	nc
116	Naftaleno	1334/2304 *
117	Naftilamina	3411/1650/2077 *
118	Niquel	nc *
119	Nitrato de sodio	1498 *
120	Nitratos de magnesio	2724
121	Nitrobenceno	1662
122	Nitroglicerina	3064/1204/3319/3343/3357*

**Tabla A5.** Listado nacional de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador (continuación)

123	Nonano	1920 *
124	Octacloroestireno	nc
125	Octano	1262 *
126	O-diclorobenceno	1591
127	Ortoftalatos de dioctilo (dioctil ftalato)	nc
128	Oxalato de etilo	2525
129	Oxicianuros de sodio	nc
130	Oxicloruro de carbono	nc
131	Oxido de calcio	1910
132	Oxido de bario	1884
133	Oxido de triziridinilfosfina	nc
134	Oxido ferrico	1376
135	Oxidos de mercurio	1641 *
136	Oxidos de molibdeno (moo <sub>3</sub> )	nc
137	Oxidos ferroso	1376
138	Oxirano(oxido de etileno)	1040
139	Paraformaldehido (polímero de formaldehído)	2213
140	P-diclorobenceno	nc
141	Pentaclorobenceno	nc
142	Pentacloronitrobenceno	nc
143	Pentano	1265 *
144	Pentaoxido de difosforo (anhídrido fosfórico)	1807
145	Pentasulfuro de fosforo	1340
146	Peroxido de bario	1449
147	Peroxido de metiletil-cetona	nc
148	Peroxidos de potasio	1491
149	Peroxidos de sodio	1504
150	Persulfato de sodio	1505
151	Plomo (polvo)	2291 *
152	Policloroterfenilos (pct)	nc
153	Poliuretanos	nc
154	Potasio	2257

**Tabla A6.** Listados nacionales de productos químicos prohibidos, peligrosos y de uso severamente restringido que se utilicen en el Ecuador (continuación)

155	Propano	1978 *
156	Propeno (propileno)	1077 *
157	Propionato de etilo	1195
158	Propionato de metilo	1248
159	Quinoleina	2656
160	Rubidio	1423
161	Selenio	2658
162	Silicio en polvo amorfo	1346
163	Sodio	1428
164	Sulfato de cobre	nc *
165	Sulfato de cromo (crómico)	nc
166	Sulfato de mercurio	1645 *
167	Sulfato de níquel	nc
168	Sulfato de plomo	1794
169	Sulfuro de sodio	1385/1849
170	Tanino de quebracho	nc
171	Tereftalato de dimetilo	nc
172	Tetracloroetileno	1897 *
173	Tetraetilo de plomo	nc
174	Tetrahidrofurano	2256
175	Toluen-diisocianato	nc
176	Toluidinas	1708 *
177	Tremolita (asbesto)	2590 *
178	Trietanolamina trinitrato	nc *
179	Trimetilamina (anhidra)	1083
180	Trióxido de cromo (anhídrido crómico)	1463
181	Trióxido de dicromo (sesquióxido de cromo u "óxido verde")	nc
182	Zinc	1436

\* Sustancias a ser controladas para uso restringido



## Límites máximos permisibles de descarga al sistema de alcantarillado público

**Tabla A7.** Límites máximos permisibles de descarga al sistema de alcantarillado público

Parámetros	Límite máximo permisible (mg/L)
Aceites y grasas Sustancias solubles en hexano	100
Alkil mercurio	No detectable
Acidos o bases que puedan causar contaminación, sustancias explosivas o inflamables	Cero
Aluminio Al	5,0
Arsénico total As	0,1
Bario Ba	5,0
Cadmio Cd	0,02
Carbonatos CO <sub>3</sub>	0,1
Caudal máximo	1.5 L/s veces el caudal promedio horario del sistema de alcantarillado
Cianuro total CN <sup>-</sup>	1,0
Cobalto total Co	0,5
Cobre Cu	1,0
Cloroformo Extracto carbón cloroformo (ECC)	0,1
Cloro Activo Cl	0,5
Cromo Hexavalente Cr+6	0,5
Compuestos fenólicos Expresado como fenol	0,2
Demanda Bioquímica de Oxígeno (5 días) D.B.O <sub>5</sub> .	250
Demanda Química de Oxígeno D.Q.O.	500
Dicloroetileno Dicloroetileno	1,0
Fósforo Total P	15
Hierro total Fe	25,0
Hidrocarburos totales de petróleo TPH	20
Manganeso total Mn	10,0
Materia flotante Visible	<b>Cero</b>
Mercurio (total) Hg	0,01
Níquel Ni	2,0
Nitrógeno total Kjeldahl N	40
Plata Ag	0,5

**Tabla A8.** Límites máximos permisibles de descarga al sistema de alcantarillado público  
(continuación)

Plomo Pb	0,5
Potencial de hidrógeno	5-9
Sólidos sedimentables	20
Sólidos suspendidos totales	220
Sólidos totales	1 600
Selenio Se	0,5
Sulfatos SO <sub>4</sub> =	400
Sulfuros S	1,0
Temperatura	< 40
Tensoactivos sustancias activas al azul de metileno	2,0
Tricloroetileno tricloroetileno	1,0
Tetracloruro de carbono	1,0
Sulfuro de carbono	1,0
Compuestos organoclorados (totales)	
Concentración de organoclorados totales	0,05
Organofosforados y carbamatos (totales)	0,1
Vanadio V	5,0
Zinc Zn	10

## ANEXO IV

### FICHAS TECNICAS DE LA CARACTERIZACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### Ficha técnica #1

Número de ensayos: BG01  
 Título de los ensayos: Propiedades físicas de las cenizas volantes  
 Tipo de ensayos: Granulometría  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 22-05-2009

Objetivo: Determinar el diámetro de partícula del 80% del material pasado.

#### Condiciones de operación

Tipo de muestra	Cenizas volantes
Cantidad de muestra (g)	300
Tiempo de tamizado (min)	20

#### Resultado de la prueba:

Malla (um)	Abertura de la malla (µm)	Peso retenido (g)	Peso Retenido (%)	Peso Retenido Acumulado (%)	Peso Pasado Acumulado (%)	log dp
#45	355	21,5	7,29	7,29	92,71	2,55
#60	250	8,0	2,71	10,00	90,00	2,40
#80	180	34,0	11,53	21,53	78,47	2,26
#100	150	39,0	13,22	34,75	65,25	2,18
#150	106	75,5	25,59	60,34	39,66	2,03
#200	75	67,5	22,88	83,22	16,78	1,88
fondo		49,5	16,78	100,00	0,00	
<b>Alimentación recalculada</b>		<b>295,0</b>	<b>100</b>			

#### Ejemplo de cálculo

Del ensayo: BG01  
 Numero de malla: #60

#### Porcentaje del peso retenido

$$\%Wr = \frac{Wr}{Ar} * 100$$

$$\%Wr = \frac{8,0}{295,0} * 100$$

$$\%Wr = 2,71$$

Donde:

%Wr = Porcentaje del peso retenido (%).

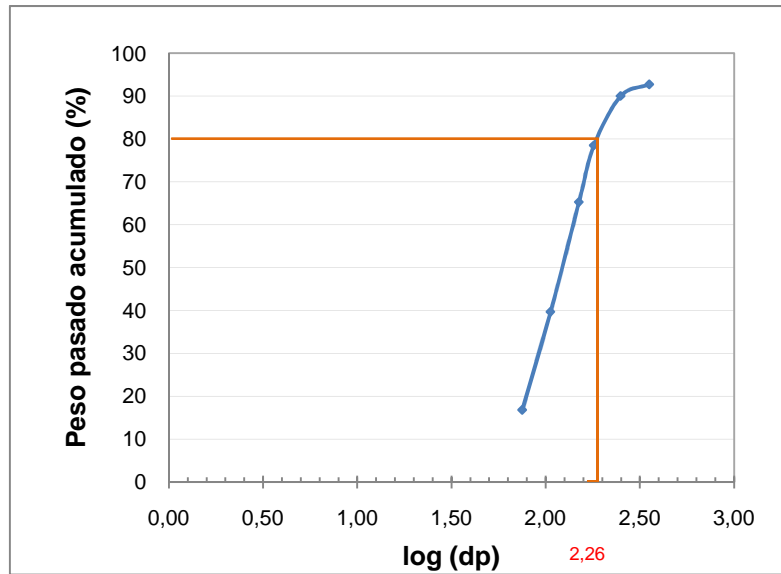
Wr = Peso retenido (g)

Ar = Alimentación recalculada (g)

**Porcentaje del peso retenido acumulado**

Donde:

%Wra = Porcentaje del peso retenido acumulado (%).

**Análisis granulométrico:**

**Figura A7.** Determinación del d80 de las cenizas volantes

**d80= 181,97 um**

## Ficha técnica #2

Número de ensayos: AG01  
 Título de los ensayos: Granulometría.  
 Tipo de ensayos: Propiedades físicas de la materia prima  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos (lote 1 y lote 2)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 22-05-2009

Objetivo: Determinar el diámetro de partícula del 80% del material pasado.

### Condiciones de operación

<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos
<b>Cantidad de muestra (g)</b>	250
<b>Tiempo de tamizado (min)</b>	20

### Resultado de la prueba:

Lote 1

Malla (um)	Abertura de la malla (µm)	Peso retenido (g)	Peso Retenido (%)	Peso Retenido Acumulado (%)	Peso Pasado Acumulado (%)	log dp
10	950	0,0	0,00	0,00	100,00	2,98
18	900	57,2	22,97	22,97	77,03	2,95
25	710	32,8	13,17	36,14	63,86	2,85
40	425	39,0	15,66	51,81	48,19	2,63
60	250	44,1	17,71	69,52	30,48	2,40
80	180	25,0	10,04	79,56	20,44	2,26
100	150	7,7	3,09	82,65	17,35	2,18
150	106	11,2	4,50	87,15	12,85	2,03
200	75	7,0	2,81	89,96	10,04	1,88
270	53	6,5	2,61	92,57	7,43	1,72
325	45	3,5	1,41	93,98	6,02	1,65
400	38	1,9	0,76	94,74	5,26	1,58
fondo		13,1	5,26	100,00	0,00	0,00
<b>Alimentación recalculada</b>		<b>249,0</b>	<b>100</b>			

**d80= 891,25 um**

Lote 2

Malla (um)	Abertura de la malla ( $\mu\text{m}$ )	Peso retenido (g)	Peso Retenido (%)	Peso Retenido Acumulado (%)	Peso Pasado Acumulado (%)	log dp
10	950	0,00	0,00	0,00	100,00	2,98
18	900	45,80	19,57	19,57	80,43	2,95
25	710	30,10	12,85	32,42	67,58	2,85
40	425	36,50	15,62	48,04	51,96	2,63
60	250	41,70	17,85	65,89	34,11	2,40
80	180	23,80	10,16	76,04	23,96	2,26
100	150	7,40	3,16	79,20	20,80	2,18
150	106	10,90	4,65	83,85	16,15	2,03
200	75	6,90	2,93	86,78	13,22	1,88
270	53	6,40	2,75	89,54	10,46	1,72
325	45	3,90	1,65	91,18	8,82	1,65
400	38	2,30	0,98	92,16	7,84	1,58
fondo		18,30	7,84	100,00	0,00	0,00
Alimentación recalculada		<b>233,8</b>	<b>100</b>			

$d_{80} = 891,25 \mu\text{m}$

### Análisis granulométrico:

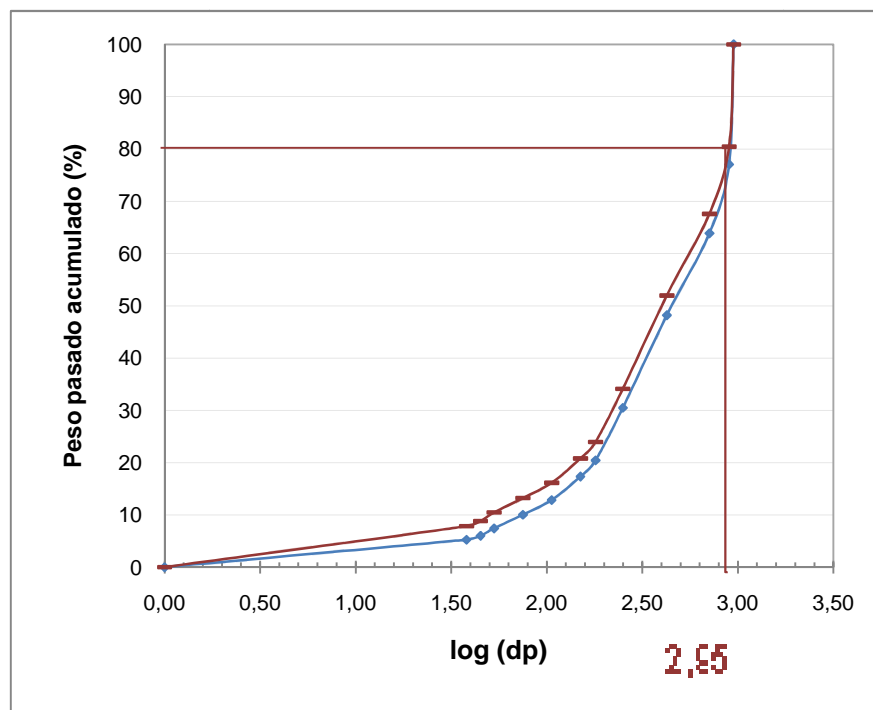


Figura A8. Determinación del  $d_{80}$  de la escoria de incombustos.

### Ficha técnica #3

Número de ensayos: AB01  
 Título de los ensayos: Densidad aparente  
 Tipo de ensayos: Propiedades físicas de la materia prima  
 Tipo de muestra: Cenizas volantes y Escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 22-05-2009

Objetivo: Determinar la densidad aparente

#### Resultado de la prueba:

Tipo de muestra	Ensayo	Masa (g)	Volumen (mL)	Densidad aparente (g/mL)
Cenizas volantes	1	11,5	37	0,31
	2	15,7	50	0,31
	3	10,7	35	0,31
	4	15,1	47	0,32
	<b>Promedio</b>			

Tipo de muestra	Ensayo	Masa (g)	Volumen (mL)	Densidad aparente (g/mL)
Escoria de incombustos (lote1)	1	39,5	17	2,32
	2	80,5	36	2,24
	3	125,9	51	2,47
	4	52,1	23	2,27
	5	100,8	44	2,29
	<b>Promedio</b>			

Tipo de muestra	Ensayo	Masa (g)	Volumen (mL)	Densidad aparente (g/mL)
Escoria de incombustos (lote2)	1	41,5	18	2,31
	2	81,5	35	2,33
	3	105,9	47	2,25
	4	42,1	19	2,22
	5	20,8	9	2,31
	<b>Promedio</b>			

### Ficha técnica #4

Número de ensayos: AB02  
 Título de los ensayos: Densidad real  
 Tipo de ensayos: Propiedades físicas de la materia prima  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes y Escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha:

Objetivo: Determinar la densidad real

#### Resultado de la prueba:

		Escoria de incombustos (lote1)	Escoria de incombustos (lote2)	Cenizas volantes
Peso picnometro	Wp	23,26	23,23	23,23
Peso picnometro + muestra	Wp+m	24,83	24,76	28,98
Peso muestra	Wm	1,58	1,53	5,75
Peso picnómetro + muestra + agua	Wp+m+a	49,29	49,23	49,00
Peso picnómetro + agua	Wp+a	48,26	48,26	48,26
<b>Densidad real</b>	<b>g/cm<sup>3</sup></b>	<b>2,91</b>	<b>2,76</b>	<b>1,15</b>



### Ficha técnica #5

Número de ensayos: AB03  
 Título de los ensayos: Determinación del pH  
 Tipo de ensayos: Propiedades químicas de la materia prima  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes y escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 25-05-2010

Objetivo: Determinar el pH

#### Resultado de la prueba:

Tipo de muestra	Cantidad de muestra (g)	Cantidad de agua (mL)	Temperatura (°C)	Potencial hidrógeno (pH)	pH promedio
Cenizas volantes	20	60	25,3	3,49	3,50
	20	60	25,5	3,51	
Escoria de incombustos	20	60	25,4	6,6	6,70
	20	60	25,3	6,8	







### Ficha técnica #7

Número de ensayos: AB05  
 Título de los ensayos: Caracterización toxicológica  
 Tipo de ensayos: Propiedades químicas de la materia prima  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes y escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 29-05-2009

Objetivo: Analizar la concentración de los elementos señalados en el test EPA 1311 (TCLP)

#### Condiciones de operación para las cenizas volantes

Cantidad de cenizas volantes (g)	20
Cantidad de agua (mL)	400
Adición de ácido acético	0
pH inicial (mL)	3,5

#### Resultado de la prueba:

Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de las cenizas volantes

Elemento	Contenido del extracto lixiviado (mg/L)	Límite máximo permisible (mg/L)
Níquel <sup>2</sup>	11,34	2,00
Vanadio <sup>3</sup>	20,30	-
Hierro <sup>1</sup>	0,09	30,00
Arsénico <sup>1</sup>	1,50	5,00
Bario <sup>1</sup>	0,10	100,00
Cadmio <sup>1</sup>	0,52	1,00
Cromo (+6) <sup>1</sup>	0,01	5,00
Mercurio <sup>1</sup>	0,10	0,20
Selenio <sup>1</sup>	0,10	1,00
Plata <sup>1</sup>	0,18	5,00
Plomo <sup>1</sup>	0,10	5,00
pH inicial <sup>2</sup>	3,50	5 - 9

1 Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

2 Parámetro regulado por la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

3 Sustancia no regulada en la presente norma.

### Condiciones de operación para la escoria de incombustos

Cantidad de cenizas volantes (g)	20
Cantidad de agua (mL)	400
Adición de ácido acético (mL)	4
pH inicial	4,7

### Resultado de la prueba:

Caracterización toxicológica EPA (TCLP 1311) del extracto lixiviado de la escoria de incombustos

Elemento	Contenido del extracto lixiviado (mg/L)	Límite máximo permisible (mg/L)
Níquel <sup>2</sup>	174,00	2,00
Vanadio <sup>3</sup>	168,50	-
Hierro <sup>1</sup>	202,60	30,00
Arsénico <sup>1</sup>	0,10	5,00
Bario <sup>1</sup>	0,10	100,00
Cadmio <sup>1</sup>	1,76	1,00
Cromo total <sup>1</sup>	2,40	5,00
Mercurio <sup>1</sup>	0,10	0,20
Selenio <sup>1</sup>	0,10	1,00
Plata <sup>1</sup>	0,13	5,00
Plomo <sup>1</sup>	0,10	5,00
pH inicial <sup>2</sup>	6,7	5 - 9

1 Estándares U.S EPA 40CFR 261.24, EPA 2003

2 Sustancia regulada en la Norma de descarga al sistema de alcantarillado público, 2002

3 Sustancia no regulada en la presente norma.

## Ficha técnica #8

Número de ensayos: AB06  
 Título de los ensayos: Contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas.  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes y Escoria de incombustos  
 Tipo de ensayos: Propiedades químicas de la materia prima  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 27-05-2009

Objetivo: Determinar el contenido de humedad, volátiles, carbón fijo y cenizas.

### Resultado de la prueba:

Humedad	Nomenclatura	Cenizas volantes	Escoria de incombustos	
			Lote 1	Lote 2
Peso crisol tarado	Wc	24,45	22,90	23,30
Peso crisol tarado + muestra	Wc+m	26,29	24,22	25,52
Peso crisol tarado + muestra luego del secado	Wtotal	26,27	24,20	25,49
Peso de muestra original	Wm	1,84	1,32	2,22
Peso de muestra después del secado	Wm seca	1,82	1,30	2,19
<b>Contenido de humedad (%)</b>		<b>1,24</b>	<b>1,01</b>	<b>1,27</b>
<b>Volátiles</b>				
Peso crisol tarado + muestra luego del secado	Wtotal	26,27	24,20	25,49
Peso crisol tarado + muestra luego de la calcinación por 7 min	Wtotal2	26,28	24,18	25,46
<b>Contenido de volátiles (%)</b>		<b>0,86</b>	<b>2,50</b>	<b>2,61</b>
<b>Cenizas</b>				
Peso crisol tarado + muestra luego de la calcinación por 7 min	Wtotal2	26,28	24,18	25,46
Peso crisol tarado + muestra luego de la calcinación por 2 horas	Wtotal3	26,02	23,51	24,28
<b>Contenido de cenizas (%)</b>		<b>85,00</b>	<b>46,57</b>	<b>43,98</b>
<b>Carbón fijo</b>				
<b>Contenido de carbón fijo</b>	<b>Wcarbón fijo</b>	<b>12,90</b>	<b>49,92</b>	<b>52,14</b>

## ANEXO V

### FICHAS TECNICAS DE LA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS VOLANTES Y ESCORIA DE INCOMBUSTOS

#### Ficha técnica #9

Número de ensayos: BC01  
 Título de los ensayos: Calcinación de las cenizas volantes  
 Tipo de ensayos: Calcinación de cenizas volantes (concentración de minerales).  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 28 -05-2009

Objetivo: Observar el efecto de la temperatura de calcinación sobre la concentración de las cenizas volantes

#### Condiciones de operación

Tipo de muestra		Cenizas volantes
Tiempo de calcinación (h)		2
Temperatura de calcinación (°C)	-	BC01-1
	250	BC01-2
	350	BC01-3
	450	BC01-4
	550	BC01-5
	650	BC01-6
	750	BC01-7
	850	BC01-8
	950	BC01-9

#### Resultado de los ensayos:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso de la muestra (g)	Volumen de solución (mL)	Concentración de minerales en solución (mg/L)		
				V	Ni	Fe
BC01-1	-	0,1013	100	53,800	16,300	54,900
BC01-2	250	0,1231	50	100,100	27,600	117,500
BC01-3	350	0,0582	100	16,300	3,660	23,710
BC01-4	450	0,1751	100	206,800	58,400	178,500
BC01-5	550	0,1058	100	220,000	64,000	172,000
BC01-6	650	0,1043	50	400,000	142,000	340,000
BC01-7	750	0,1014	50	380,000	136,000	244,000
BC01-8	850	0,1017	50	360,000	98,000	186,000
BC01-9	950	0,1170	50	278,000	42,000	132,000



**Balance metalúrgico:**

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Concentración de minerales en la muestra (%)		
		V	Ni	Fe
BC01-1	-	5,311	1,609	5,420
BC01-2	250	4,066	1,121	4,773
BC01-3	350	2,829	0,635	4,115
BC01-4	450	11,810	3,335	10,194
BC01-5	550	20,794	6,049	16,257
BC01-6	650	19,175	6,807	16,299
BC01-7	750	18,738	6,706	12,032
BC01-8	850	17,699	4,818	9,145
BC01-9	950	11,880	1,795	5,641

**Ejemplo de cálculo**

Del ensayo: BC01-1

Elemento: Vanadio

**Concentración de vanadio en la muestra:**

$$C_{em} = \frac{V_s * C_{es}}{W_m}$$

$$C_{vm} = \frac{50 \text{ ml} * 100,10 \frac{\text{mg}}{\text{l}} * \frac{1 \text{ l}}{1000 \text{ ml}}}{0,1231 \text{ g} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}}} * 100$$

$$C_{vm} = 4,07 \%$$

Donde:

$C_{em}$  = Concentración del elemento en la muestra (%).

$V_s$  = Volumen de la solución de aforo (ml).

$C_{es}$  = Concentración del elemento en la solución de aforo (mg/l).

$W_m$  = Peso de la muestra (g).

## Ficha técnica #10

Número de ensayos: BC02  
 Título de los ensayos: Calcinación de las cenizas volantes  
 Tipo de ensayos: Calcinación de cenizas volantes (pérdida de peso)  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 01-06-2009

Objetivo: Observar el efecto de la temperatura de calcinación sobre la pérdida de peso de las cenizas volantes

### Condiciones de operación

Tipo de muestra		Cenizas volantes
Tiempo de calcinación (h)		2
Temperatura de calcinación (°C)	250	BC02-1
	350	BC02-2
	450	BC02-3
	550	BC02-4
	650	BC02-5
	750	BC02-6
	850	BC02-7

### Resultado de los ensayos:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso de crisol (g)	Peso inicial muestra (g)	Peso final muestra + crisol (g)
BC02-1	250	456,34	52,3	496,9
BC02-2	350	453,23	50,3	491,2
BC02-3	450	413,70	50,2	449,8
BC02-4	550	360,20	50,5	394,8
BC02-5	650	381,40	51,7	415,3
BC02-6	750	348,20	50,3	379,4
BC02-7	850	485,90	61,2	525,0

### Balance metalúrgico:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso inicial muestra + crisol (g)	Peso final de la muestra	Pérdida de peso (g)	Porcentaje de pérdida de peso (%)	Peso luego de la calcinación (%)
BC02-1	250	508,7	40,6	11,8	22,45	77,6
BC02-2	350	503,6	38,0	12,3	24,51	75,5
BC02-3	450	463,9	36,1	14,1	28,09	71,9
BC02-4	550	410,7	34,6	15,9	31,49	68,5
BC02-5	650	433,1	33,9	17,8	34,43	65,6
BC02-6	750	398,5	31,2	19,1	37,97	62,0
BC02-7	850	547,1	39,1	22,1	36,11	63,9

## Ficha técnica #11

Número de ensayos: AC01  
 Título de los ensayos: Calcinación de escoria de incombustos  
 Tipo de ensayos: Calcinación de escoria de incombustos (concentración de minerales)  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 04-06-2009

Objetivo: Observar el efecto de la temperatura de calcinación sobre la concentración de la escoria de incombustos.

### Condiciones de operación

Tipo de muestra		Escoria de incombustos (lote 1)
Tiempo de calcinación (h)		2
Temperatura de calcinación (°C)	-	AC01-1
	250	AC01-2
	350	AC01-3
	450	AC01-4
	500	AC01-5
	650	AC01-6

### Resultado de los ensayos:

Lote 1:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso de la muestra (g)	Volumen de solución (mL)	Concentración de minerales en solución (mg/L)		
				V	Ni	Fe
AC01-1	-	0,1023	50	587,530	167,050	33,140
AC01-2	250	0,1054	50	596,780	132,120	25,560
AC01-3	350	0,1033	50	570,560	115,670	26,340
AC01-4	450	0,1150	50	610,500	119,840	30,710
AC01-5	550	0,0877	50	445,250	72,420	20,385
AC01-6	650	0,0604	50	280,000	25,000	10,060

### Balance metalúrgico:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Concentración de minerales en la muestra (%)		
		V	Ni	Fe
AC01-1	-	28,716	8,165	1,620
AC01-2	250	28,310	6,268	1,213
AC01-3	350	27,617	5,599	1,275
AC01-4	450	26,543	5,210	1,335
AC01-5	550	25,385	4,129	1,162
AC01-6	650	23,179	2,070	0,833

## Ficha técnica #12

Número de ensayos: AC02  
 Título de los ensayos: Calcinación de escoria de incombustos (pérdida de peso)  
 Tipo de ensayos: Calcinación de escoria de incombustos  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos (lote 2)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 05-06-2009

Objetivo: Observar el efecto de la temperatura de calcinación sobre la concentración de la escoria de incombustos.

### Condiciones de operación

Tipo de muestra		Escoria de incombustos (lote 2)
Tiempo de calcinación (h)		2
Temperatura de calcinación (°C)	-	AC02-1
	250	AC02-2
	350	AC02-3
	450	AC02-4
	500	AC02-5
	650	AC02-6

### Resultado de los ensayos:

Lote 2:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso de la muestra (g)	Volumen de solución (ml)	Concentración de minerales en solución (mg/l)		
				V	Ni	Fe
AC02-1	-	0,090	50	220,000	158,400	30,000
AC02-2	250	0,195	50	218,340	344,430	28,340
AC02-3	350	0,195	50	214,430	351,230	25,430
AC02-4	450	0,105	100	200,750	88,929	22,368
AC02-5	550	0,120	100	181,500	90,600	25,921
AC02-6	650	0,103	50	162,300	141,950	31,580

### Balance metalúrgico:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Concentración de minerales en la muestra (%)		
		V	Ni	Fe
AC02-1	-	12,182	8,771	1,661
AC02-2	250	12,090	8,854	1,569
AC02-3	350	11,873	8,987	1,408
AC02-4	450	11,116	8,473	1,239
AC02-5	550	10,050	7,575	1,435
AC02-6	650	8,987	6,877	1,749

### Ficha técnica #13

Número de ensayos: AC03  
 Título de los ensayos: Calcinación de escoria de incombustos  
 Tipo de ensayos: Calcinación de escoria de incombustos (lote 1)  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos (pérdida de peso)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 08-06-2009

Objetivo: Observar el efecto de la temperatura de calcinación sobre la pérdida de peso de la escoria de incombustos.

#### Condiciones de operación

Tipo de muestra		Cenizas volantes
Tiempo de calcinación (h)		2
Temperatura de calcinación (°C)	400	BC03-1
	450	BC03-2
	500	BC03-3
	550	BC03-4
	600	BC03-5
	650	BC03-6
	750	BC03-7
	850	BC03-8
	900	BC03-9
	950	BC03-10

#### Resultado de los ensayos:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso de la navecilla (g)	Peso inicial muestra (g)	Peso final muestra + crisol (g)
BC03-1	400	10,93	2,00	12,90
BC03-2	450	10,80	1,86	12,63
BC03-3	500	10,68	1,71	12,36
BC03-4	550	11,09	1,86	12,92
BC03-5	600	11,01	1,65	12,63
BC03-6	650	9,90	3,05	12,89
BC03-7	750	10,38	2,45	12,76
BC03-8	850	10,91	1,86	12,69
BC03-9	900	10,64	2,78	13,26
BC03-10	950	10,71	2,51	13,06

#### Balance metalúrgico:

Numero de ensayo	Temperatura de calcinación (°C)	Peso inicial muestra + crisol (g)	Peso final de la muestra	Pérdida de peso (g)	Porcentaje de pérdida de peso (%)	Peso luego de la calcinación (%)
BC03-1	400	12,93	1,98	0,03	1,28	98,72
BC03-2	450	12,66	1,83	0,02	1,29	98,71
BC03-3	500	12,38	1,69	0,02	1,29	98,71
BC03-4	550	12,95	1,83	0,03	1,45	98,55
BC03-5	600	12,66	1,63	0,03	1,64	98,36
BC03-6	650	12,96	2,99	0,06	2,10	97,90
BC03-7	750	12,83	2,38	0,07	2,79	97,21
BC03-8	850	12,76	1,78	0,08	4,12	95,88
BC03-9	900	13,41	2,62	0,15	5,51	94,49
BC03-10	950	13,22	2,34	0,16	6,55	93,45



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen agua solución (mL)	Volumen ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)		(mL)	Concentración (mg/L)		
					V	Ni		V	Ni	
B001-1	100,56	300	6	136	5510,00	2471,93	590	885,00	159,96	81,40
B001-2	100,95	300	12	150	8149,30	1713,00	580	1250,00	396,00	83,00
B001-3	100,00	300	6	150	3850,00	1355,80	590	580,00	181,88	85,00
B001-4	101,20	300	12	116	5940,00	1396,12	591	1050,00	338,00	77,20
B001-5	100,29	300	6	146	3660,00	1358,00	565	927,00	338,00	83,30
B001-6	100,53	300	12	152	4988,30	1150,00	556	1200,00	258,00	82,10

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original		Solución Fuerte				Solución Débil				Porcentaje recuperación total en solución		Torta					
	V	Ni	V		Ni		V		Ni		V	Ni	V			Ni		
	(g)	(g)	(g)	% Rec	(g)	% Rec	(g)	% Rec	(g)	% Rec	%	%	(g)	% en torta	% Rec	(g)	% en torta	% Rec
B001-1	5,34	1,62	0,75	14,03	0,34	20,76	0,52	9,78	0,09	5,83	23,8	26,6	4,07	5,00	76,19	1,19	1,46	73,41
B001-2	5,36	1,63	1,22	22,80	0,26	15,81	0,73	13,52	0,23	14,13	36,3	29,9	3,41	4,11	63,67	1,14	1,37	70,06
B001-3	5,31	1,61	0,58	10,88	0,20	12,63	0,34	6,44	0,11	6,67	17,3	19,3	4,39	5,17	82,68	1,30	1,53	80,70
B001-4	5,37	1,63	0,69	12,82	0,16	9,94	0,62	11,55	0,20	12,26	24,4	22,2	4,06	5,26	75,63	1,27	1,64	77,80
B001-5	5,33	1,61	0,53	10,03	0,20	12,28	0,52	9,84	0,19	11,83	19,9	24,1	4,27	5,12	80,13	1,23	1,47	75,89
B001-6	5,34	1,62	0,76	14,20	0,17	10,80	0,67	12,50	0,14	8,86	26,7	19,7	3,91	4,77	73,30	1,30	1,58	80,34

### Ficha técnica #15

Número de ensayos: B002  
 Título de los ensayos: Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes originales.  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes originales  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 11-05-2009

Objetivo: Evaluar el efecto lixivante del ácido sulfúrico en cenizas volantes originales.

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750	
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24	
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25	
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25	
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes originales	
<b>Concentración de ácido sulfúrico en la solución (g/L)</b>	60	B002-1
	80	B002-2
	100	B002-3
	120	B002-4
	200	B002-5

#### Concentración de los minerales en el material original

Análisis de cabeza	
<b>V</b>	5,31 %
<b>Ni</b>	1,61 %
<b>Fe</b>	5,42 %



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (L)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
B002-1	50,07	150	9	90	2540,97	990,37	3960,00	293	1165,00	335,00	302,87	39,30
B002-2	50,36	151	12	55	4662,67	1417,88	6802,80	276	1350,00	403,00	489,29	44,40
B002-3	50,03	150	15	73	6319,34	1381,74	5335,29	213	2410,00	436,00	980,65	44,05
B002-4	49,70	149	18	91	7976,00	1345,61	3867,78	150	3470,00	469,00	1472,00	43,70
B002-5	34,85	105	21	73	6938,00	1150,30	4868,89	111	3200,00	513,00	2176,00	28,85

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
B002-1	2,66	0,81	2,71	0,23	8,60	0,09	11,06	0,36	13,13	0,34	12,84	0,10	12,18	0,09	3,27	2,09	5,31	78,56	0,62	1,57	76,77	2,27	5,77	83,60
B002-2	2,67	0,81	2,73	0,26	9,59	0,08	9,62	0,37	13,71	0,37	13,93	0,11	13,72	0,14	4,95	2,05	4,61	76,48	0,62	1,40	76,66	2,22	5,00	81,34
B002-3	2,66	0,81	2,71	0,46	17,36	0,10	12,52	0,39	14,36	0,51	19,32	0,09	11,53	0,21	7,70	1,68	3,82	63,31	0,61	1,39	75,95	2,11	4,80	77,93
B002-4	2,64	0,80	2,69	0,73	27,50	0,12	15,30	0,35	13,07	0,52	19,72	0,07	8,79	0,22	8,20	1,39	3,19	52,77	0,61	1,39	75,91	2,12	4,85	78,74
B002-5	1,85	0,56	1,89	0,51	27,37	0,08	14,97	0,36	18,82	0,36	19,19	0,06	10,15	0,24	12,79	0,99	3,43	53,44	0,42	1,46	74,89	1,29	4,48	68,40

## Ficha técnica #16

Número de ensayos: B003  
 Título de los ensayos: Lixiviación con ácido sulfúrico de las cenizas volantes calcinadas.  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes calcinadas  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 15-06-2009

Objetivo: Evaluar el efecto lixivante del ácido sulfúrico en cenizas volantes calcinadas a diferentes temperaturas.

### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750						
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24						
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		25						
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>		25						
<b>Agente lixivante</b>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>						
<b>Tipo de muestra</b>		Cenizas volantes calcinadas						
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>		2						
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>		<b>250</b>	<b>350</b>	<b>450</b>	<b>550</b>	<b>650</b>	<b>750</b>	<b>850</b>
<b>Concentración de ácido sulfúrico en la solución (g/l)</b>	<b>60</b>	B003-1	B003-6	B003-11	B003-16	B003-21	B003-26	B003-31
	<b>80</b>	B003-2	B003-7	B003-12	B003-17	B003-22	B003-27	B003-32
	<b>100</b>	B003-3	B003-8	B003-13	B003-18	B003-23	B003-28	B003-33
	<b>120</b>	B003-4	B003-9	B003-14	B003-19	B003-24	B003-29	B003-34
	<b>200</b>	B003-5	B003-10	B003-15	B003-20	B003-25	B003-30	B003-35

### Concentración de los minerales en el material calcinado

<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
250	4,07	1,12	4,77
350	2,83	0,64	4,11
450	11,81	3,34	10,19
550	20,79	6,05	16,26
650	19,18	6,81	16,30
750	18,74	6,71	12,03
850	17,70	4,82	9,14

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
B003-1	51,30	154	9	32	8825,99	1637,96	3758,32	150	3580,00	443,00	1198,00	45,30
B003-2	50,50	152	12	35	11339,47	1344,60	3912,14	150	3208,00	548,25	1662,00	43,50
B003-3	51,30	154	15	46	8519,35	1603,80	4867,15	150	3610,00	415,00	1250,00	10,10
B003-4	50,00	150	18	52	7054,67	1523,45	3532,45	150	4002,30	408,00	1629,00	43,50
B003-5	51,40	154	31	53	13993,40	1534,45	8392,34	145	1802,49	593,00	1303,00	44,72
B003-6	50,00	150	9	30	8785,99	1665,96	4910,78	150	4130,00	660,00	2055,60	48,10
B003-7	50,10	150	12	52	9262,67	2152,65	7406,47	150	3330,00	414,00	1638,80	48,10
B003-8	51,40	154	15	52	9359,35	2205,36	8177,52	150	4020,00	610,00	2996,30	48,40
B003-9	20,00	60	7	31	7000,00	1410,00	7525,00	53	4460,00	832,00	3482,00	15,60
B003-10	20,00	60	12	32	7700,00	1415,00	7985,00	55	4840,00	863,00	3605,00	14,00
B003-11	49,62	149	9	26	25663,99	3675,91	-	142	2220,00	832,00	-	42,62
B003-12	49,68	149	12	37	11345,99	2027,96	-	144	4890,00	952,00	-	42,68
B003-13	50,59	152	15	40	12359,35	2067,97	-	144	6050,00	1080,08	-	43,59
B003-14	50,00	150	18	54	8885,39	3093,30	-	150	7034,00	545,00	-	39,50
B003-15	52,50	158	32	55	9834,21	4056,34	-	150	8095,00	691,00	-	41,48
B003-16	49,88	150	9	97	10025,99	1848,98	-	276	1360,00	297,50	-	43,00
B003-17	51,92	156	12	98	14922,67	2343,51	-	290	455,00	177,80	-	44,92
B003-18	50,00	150	15	53	34500,45	1940,23	-	150	483,00	989,00	-	39,00
B003-19	52,40	157	19	54	35002,32	3904,56	-	150	1455,00	456,00	-	42,97
B003-20	52,60	158	32	53	49453,43	3400,45	-	150	1502,00	654,00	-	46,81
B003-21	50,79	152	9	26	6265,99	2687,96	-	146	2240,00	1057,00	-	44,79
B003-22	50,04	150	12	37	15782,67	2027,88	-	185	528,00	705,00	-	45,54
B003-23	50,00	150	15	56	13453,55	1378,78	-	150	594,00	523,00	-	46,50
B003-24	51,20	154	18	54	15100,56	1267,86	-	150	945,00	667,00	-	47,62
B003-25	51,10	153	31	51	16983,34	1294,68	-	150	1934,00	898,00	-	46,50
B003-26	44,67	134	8	43	1414,00	3022,53	3445,50	271	410,00	381,00	367,65	37,17
B003-27	50,00	150	12	36	4529,07	2242,44	4844,14	150	728,00	1040,64	2766,00	43,00
B003-28	50,00	150	15	53	5700,23	2650,34	7678,89	150	1923,00	403,70	653,56	44,50
B003-29	52,40	157	19	53	8434,34	1856,98	7980,98	150	2344,00	846,00	887,89	46,64
B003-30	51,20	154	31	54	9878,45	1867,76	8109,89	150	1553,00	856,00	1387,98	45,57
B003-31	49,77	149	9	20	18401,39	5392,34	16943,34	283	1620,00	1709,50	1678,00	42,77
B003-32	44,09	132	11	29	10094,92	7839,98	22234,34	289	2217,40	1105,00	897,00	1631,15
B003-33	38,40	115	12	16	25275,00	13032,00	12845,00	100	5510,00	3025,00	8028,00	21,50
B003-34	29,70	89	11	34	15930,00	6015,00	12195,00	100	3184,00	2245,00	6076,00	31,40
B003-35	27,90	84	17	44	17394,00	9600,00	15319,84	100	4480,00	1467,00	5736,00	34,70

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec			
B003-1	2,09	0,58	2,45	0,28	13,53	0,05	9,10	0,12	4,92	0,54	25,72	0,07	11,54	0,18	7,35	1,27	2,80	60,75	0,46	1,01	79,36	2,15	4,74	87,73
B003-2	2,06	0,57	2,41	0,40	19,31	0,05	8,30	0,14	5,69	0,48	23,42	0,08	14,51	0,25	10,36	1,18	2,71	57,27	0,44	1,01	77,19	2,02	4,65	83,96
B003-3	2,09	0,58	2,45	0,39	18,77	0,07	12,81	0,22	9,15	0,54	25,94	0,06	10,81	0,19	7,67	1,15	11,43	55,29	0,44	4,36	76,38	2,03	20,14	83,18
B003-4	2,03	0,56	2,38	0,37	18,03	0,08	14,11	0,18	7,71	0,60	29,51	0,06	10,90	0,24	10,25	1,07	2,45	52,46	0,42	0,97	74,98	1,96	4,50	82,04
B003-5	2,09	0,58	2,45	0,74	35,46	0,08	14,09	0,44	18,15	0,26	12,50	0,09	14,90	0,19	7,71	1,09	2,43	52,05	0,41	0,92	71,00	1,82	4,06	74,14
B003-6	1,41	0,32	2,06	0,26	18,64	0,05	15,74	0,15	7,16	0,62	43,80	0,10	31,17	0,31	14,99	0,53	1,10	37,56	0,17	0,35	53,09	1,60	3,33	77,85
B003-7	1,42	0,32	2,06	0,48	33,99	0,11	35,18	0,39	18,68	0,50	35,25	0,06	19,52	0,25	11,92	0,44	0,91	30,77	0,14	0,30	45,31	1,43	2,97	69,39
B003-8	1,45	0,33	2,11	0,49	33,47	0,11	35,13	0,43	20,11	0,60	41,47	0,09	28,03	0,45	21,25	0,36	0,75	25,05	0,12	0,25	36,85	1,24	2,56	58,64
B003-9	0,57	0,13	0,82	0,22	38,36	0,04	34,41	0,23	28,35	0,24	41,78	0,04	34,71	0,18	22,43	0,11	0,72	19,86	0,04	0,25	30,88	0,41	2,60	49,23
B003-10	0,57	0,13	0,82	0,25	43,55	0,05	35,64	0,26	31,05	0,27	47,05	0,05	37,36	0,20	24,09	0,05	0,38	9,39	0,03	0,24	26,99	0,37	2,64	44,86
B003-11	5,86	1,66	5,05	0,67	11,39	0,10	5,76	0,00	0,00	0,32	5,38	0,12	7,12	0,00	0,00	4,88	11,45	83,24	1,44	3,39	87,11	5,05	11,86	100,00
B003-12	5,87	1,66	5,06	0,42	7,15	0,08	4,52	0,00	0,00	0,70	12,00	0,14	8,26	0,00	0,00	4,74	11,12	80,85	1,45	3,39	87,22	5,06	11,86	100,00
B003-13	5,98	1,69	5,15	0,49	8,27	0,08	4,89	0,00	0,00	0,87	14,58	0,16	9,20	0,00	0,00	4,61	10,58	77,15	1,45	3,33	85,91	5,15	11,82	100,00
B003-14	5,91	1,67	5,09	0,48	8,12	0,17	10,00	0,00	0,00	1,06	17,87	0,08	4,89	0,00	0,00	4,37	11,07	74,01	1,42	3,60	85,11	5,09	12,89	100,00
B003-15	6,20	1,75	5,35	0,54	8,72	0,22	12,71	0,00	0,00	1,21	19,58	0,10	5,91	0,00	0,00	4,45	10,72	71,70	1,43	3,44	81,38	5,35	12,89	100,00
B003-16	10,37	3,02	8,11	0,97	9,38	0,18	5,94	0,00	0,00	0,38	3,62	0,08	2,72	0,00	0,00	9,02	20,99	87,00	2,76	6,41	91,33	8,11	18,86	100,00
B003-17	10,80	3,14	8,44	1,46	13,55	0,23	7,31	0,00	0,00	0,13	1,22	0,05	1,64	0,00	0,00	9,20	20,48	85,23	2,86	6,37	91,05	8,44	18,79	100,00
B003-18	10,40	3,02	8,13	1,83	17,59	0,10	3,40	0,00	0,00	0,07	0,70	0,15	4,90	0,00	0,00	8,50	21,78	81,72	2,77	7,11	91,70	8,13	20,84	100,00
B003-19	10,90	3,17	8,52	1,89	17,35	0,21	6,65	0,00	0,00	0,22	2,00	0,07	2,16	0,00	0,00	8,79	22,53	80,65	2,89	7,41	91,19	8,52	21,84	100,00
B003-20	10,94	3,18	8,55	2,62	23,96	0,18	5,66	0,00	0,00	0,23	2,06	0,10	3,08	0,00	0,00	8,09	18,83	73,98	2,90	6,76	91,25	8,55	19,90	100,00
B003-21	9,74	3,46	8,28	0,16	1,67	0,07	2,02	0,00	0,00	0,33	3,36	0,15	4,46	0,00	0,00	9,25	21,02	94,97	3,23	7,35	93,52	8,28	18,81	100,00
B003-22	9,60	3,41	8,16	0,58	6,09	0,08	2,20	0,00	0,00	0,10	1,02	0,13	3,83	0,00	0,00	8,91	19,90	92,90	3,20	7,15	93,97	8,16	18,21	100,00
B003-23	9,59	3,40	8,15	0,75	7,86	0,08	2,27	0,00	0,00	0,09	0,93	0,08	2,30	0,00	0,00	8,75	19,20	91,21	3,25	7,13	95,43	8,15	17,90	100,00
B003-24	9,82	3,49	8,35	0,82	8,31	0,07	1,96	0,00	0,00	0,14	1,44	0,10	2,87	0,00	0,00	8,86	19,06	90,25	3,32	7,13	95,17	8,35	17,95	100,00
B003-25	9,80	3,48	8,33	0,87	8,84	0,07	1,90	0,00	0,00	0,29	2,96	0,13	3,87	0,00	0,00	8,64	18,15	88,20	3,28	6,88	94,23	8,33	17,49	100,00
B003-26	8,37	3,00	5,37	0,06	0,73	0,13	4,34	0,15	2,76	0,11	1,33	0,10	3,45	0,10	1,85	8,20	19,72	97,95	2,76	6,64	92,21	5,13	12,33	95,39
B003-27	9,37	3,35	6,02	0,16	1,74	0,08	2,41	0,17	2,90	0,11	1,17	0,16	4,66	0,41	6,90	9,10	24,47	97,09	3,12	8,38	92,94	5,43	14,60	90,20
B003-28	9,37	3,35	6,02	0,30	3,22	0,14	4,19	0,41	6,77	0,29	3,08	0,06	1,81	0,10	1,63	8,78	20,41	93,70	3,15	7,33	94,00	5,51	12,82	91,61
B003-29	9,82	3,51	6,30	0,45	4,55	0,10	2,80	0,42	6,71	0,35	3,58	0,13	3,61	0,13	2,11	9,02	20,27	91,87	3,29	7,39	93,59	5,75	12,92	91,18
B003-30	9,59	3,43	6,16	0,53	5,56	0,10	2,94	0,44	7,11	0,23	2,43	0,13	3,74	0,21	3,38	8,83	18,93	92,01	3,20	6,87	93,32	5,51	11,82	89,51
B003-31	8,81	2,40	4,55	0,37	4,18	0,11	4,50	0,34	7,45	0,46	5,20	0,48	20,17	0,47	10,43	7,98	19,01	90,62	1,81	4,30	75,33	3,74	8,90	82,12
B003-32	7,80	2,12	4,03	0,29	3,75	0,23	10,70	0,64	15,99	0,64	8,21	0,32	15,03	0,26	6,43	6,87	16,06	88,04	1,58	3,69	74,26	3,13	7,31	77,58
B003-33	6,80	1,85	3,51	0,40	5,95	0,21	11,27	0,21	5,85	0,55	8,11	0,30	16,35	0,80	22,86	5,84	0,36	85,94	1,34	0,08	72,38	2,50	0,15	71,29
B003-34	5,26	1,43	2,72	0,54	10,30	0,20	14,29	0,41	15,27	0,32	6,06	0,22	15,69	0,61	22,37	4,40	20,45	83,64	1,00	4,66	70,02	1,69	7,88	62,36
B003-35	4,94	1,34	2,55	0,77	15,50	0,42	31,42	0,67	26,42	0,45	9,07	0,15	10,91	0,57	22,48	3,72	11,86	75,43	0,78	2,47	57,66	1,30	4,15	51,10

**ANEXO VII**

**FICHAS TECNICAS DEL ANÁLISIS DE LAS CONDICIONES DE LIXIVIACIÓN REALIZADOS A LAS CENIZAS VOLANTES**

**Ficha técnica #17**

Número de ensayos: BR01  
 Título de los ensayos: Optimización del porcentaje de sólidos  
 Tipo de ensayos: Optimización de condiciones.  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 15-06-2009

Objetivo: Analizar la disolución de los metales de interés en la lixiviación ácida.

**Condiciones de operación**

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750		
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24		
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25		
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		
<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes calcinadas		
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	350		
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>	2		
<b>Concentración de la solución de ácido sulfúrico (g/L)</b>	120	200	
<b>Relación sólido/líquido</b>	1:3	BR01-1	BR01-7
	1:4	BR01-2	BR01-8
	1:5	BR01-3	BR01-9
	1:6	BR01-4	BR01-10
	1:7	BR01-5	BR01-11
	1:8	BR01-6	BR01-12

**Concentración de los minerales en el material**

<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
350	2,83	0,64	4,11

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de solución (mL)	Porcentaje de sólidos en solución (%)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
BR01-1	20,00	60,0	25,00	31	7000,00	1410,00	7525,00	53	4460,00	832,00	3482,00	15,60
BR01-2	20,00	80,0	20,00	40	3125,95	864,74	5614,51	100	1754,05	215,85	521,36	14,30
BR01-3	20,00	100,0	16,67	70	2550,33	498,79	2179,82	70	1101,68	261,68	895,75	14,30
BR01-4	20,00	120,0	14,29	80	1891,56	537,51	2027,91	60	1514,21	164,05	716,87	14,30
BR01-5	18,10	127,4	12,50	90	2310,48	413,11	1811,28	53	351,77	188,62	871,48	12,94
BR01-6	18,20	145,6	11,11	108	1678,90	352,01	1716,89	52	914,60	158,34	889,91	13,01
BR01-7	20,00	60,0	25,00	32	7700,00	1415,00	7985,00	55	4840,00	863,00	3605,00	14,00
BR01-8	13,10	52,0	20,00	50	3411,76	576,60	4389,61	80	1850,78	233,25	635,52	9,17
BR01-9	20,00	100,0	16,67	60	4389,12	773,09	3719,19	69	2011,48	262,34	1373,06	14,00
BR01-10	20,00	120,0	14,29	74	3645,61	597,08	2865,23	92	1411,87	207,88	1150,59	14,00
BR01-11	20,00	140,0	12,50	95	2899,62	470,54	2482,41	90	1458,79	196,39	1049,57	14,00
BR01-12	20,00	160,0	11,11	110	3091,48	456,31	2536,34	92	644,77	128,23	644,95	14,00

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
				V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	V	Ni	Fe	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
BR01-1	0,57	0,13	0,82	0,22	38,34	0,04	34,15	0,23	28,38	0,24	41,76	0,04	34,45	0,18	22,45	0,11	0,72	19,90	0,04	31,40	31,40	0,40	2,59	49,17
BR01-2	0,57	0,13	0,82	0,13	22,09	0,03	27,02	0,22	27,32	0,18	30,99	0,02	16,86	0,05	6,34	0,27	1,86	46,92	0,07	56,11	56,11	0,55	3,81	66,34
BR01-3	0,57	0,13	0,82	0,18	31,54	0,03	27,28	0,15	18,56	0,08	13,62	0,02	14,31	0,06	7,63	0,31	2,17	54,83	0,07	58,41	58,41	0,61	4,24	73,81
BR01-4	0,57	0,13	0,82	0,15	26,74	0,04	33,59	0,16	19,74	0,09	16,05	0,01	7,69	0,04	5,23	0,32	2,26	57,21	0,08	58,72	58,72	0,62	4,31	75,03
BR01-5	0,51	0,12	0,74	0,21	40,60	0,04	32,10	0,16	21,91	0,02	3,64	0,01	8,63	0,05	6,21	0,29	2,21	55,76	0,07	59,27	59,27	0,53	4,13	71,88
BR01-6	0,52	0,12	0,75	0,18	35,20	0,04	32,64	0,19	24,79	0,05	9,23	0,01	7,07	0,05	6,19	0,29	2,20	55,56	0,07	60,29	60,29	0,52	3,97	69,02
BR01-7	0,57	0,13	0,82	0,25	43,53	0,05	35,38	0,26	31,09	0,27	47,03	0,05	37,08	0,20	24,12	0,05	0,38	9,43	0,04	27,54	27,54	0,37	2,63	44,79
BR01-8	0,37	0,08	0,54	0,17	46,01	0,03	34,39	0,22	40,76	0,15	39,94	0,02	22,26	0,05	9,44	0,05	0,57	14,05	0,04	43,36	43,36	0,27	2,92	49,79
BR01-9	0,57	0,13	0,82	0,26	46,53	0,05	36,24	0,22	27,15	0,14	24,52	0,02	14,14	0,09	11,53	0,16	1,17	28,95	0,06	49,62	49,62	0,50	3,60	61,33
BR01-10	0,57	0,13	0,82	0,27	47,66	0,04	34,52	0,21	25,79	0,13	22,95	0,02	14,94	0,11	12,88	0,17	1,19	29,39	0,06	50,54	50,54	0,50	3,60	61,33
BR01-11	0,57	0,13	0,82	0,28	48,67	0,04	34,92	0,24	28,69	0,13	23,20	0,02	13,81	0,09	11,49	0,16	1,14	28,14	0,07	51,27	51,27	0,49	3,51	59,82
BR01-12	0,57	0,13	0,82	0,34	60,08	0,05	39,21	0,28	33,94	0,06	10,48	0,01	9,22	0,06	7,22	0,17	1,19	29,44	0,07	51,57	51,57	0,48	3,45	58,84

### Ficha técnica #18

Número de ensayos: BTC1  
 Titulo de los ensayos: Optimización del tiempo de calcinación  
 Tipo de ensayos: Optimización de condiciones.  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 17-06-2009

Objetivo: Determinar el tiempo idóneo para recuperar los metales de interés.

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750		
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25		
<b>Agente lixivante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol		
<b>Tipo de muestra</b>	Cenizas volantes calcinadas		
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24		
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	350		
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>	25		
<b>Concentración de ácido sulfúrico en solución (g/L)</b>	120	200	
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>	0,5	BTC1-1	BTC1-7
	1,0	BTC1-2	BTC1-8
	1,5	BTC1-3	BTC1-9
	2,0	BTC1-4	BTC1-10
	2,5	BTC1-5	BTC1-11
	3,0	BTC1-6	BTC1-12

#### Concentración de los minerales en el material

<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
350	2,83	0,64	4,11

### Resultado de los ensayos:

Ensayo	Concentración solución ácida (g/l)	Tiempo de calcinación (horas)	Peso muestra antes de la calcinación (g)	Peso muestra calcinada (g)	Peso muestra para calcinación (g)	Volumen de solución (ml)	Volumen de ácido añadido (ml)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
								(ml)	Concentración (mg/l)			(ml)	Concentración (mg/l)			
									V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
BTC1-1	120	0,5	18,40	10,60	14,80	44	5	41	7400,00	1175,00	4830,00	50	3500,00	640,00	2787,00	11,54
BTC1-2		1,0	18,30	11,05	13,60	41	5	29	12050,00	2752,50	8237,50	50	4390,00	924,00	2926,50	10,61
BTC1-3		1,5	18,20	11,50	12,40	37	4	16	16700,00	4330,00	11645,00	50	5280,00	1208,00	3066,00	9,67
BTC1-4		2,0	18,20	11,60	11,70	35	4	11	18000,00	4425,00	8595,00	50	6070,00	1615,00	4785,00	9,13
BTC1-5		2,5	54,00	31,20	15,00	45	5	16	18650,00	3020,00	9850,00	50	6940,00	2400,00	5335,00	11,70
BTC1-6		3,0	29,30	18,83	18,00	54	6	36	11200,00	2800,00	9500,00	50	7654,00	2040,00	3233,00	14,04
BTC1-7	200	0,5	18,20	12,74	10,74	32	6	30	10107,25	2434,93	5007,68	50	3408,39	888,68	2787,87	8,38
BTC1-8		1,0	18,10	12,67	10,67	32	6	30	10650,42	2565,78	5276,80	50	3591,56	936,44	2937,69	8,32
BTC1-9		1,5	18,00	12,60	10,60	32	6	30	10890,00	2623,50	5395,50	50	3672,35	957,50	3003,78	8,27
BTC1-10		2,0	18,00	12,60	10,60	32	6	30	11000,00	2650,00	5450,00	50	3709,44	967,18	3034,12	8,27
BTC1-11		2,5	53,41	37,38	35,38	106	21	104	14080,00	3392,00	8175,00	50	4748,09	1237,98	3883,67	27,60
BTC1-12		3,0	28,98	20,28	18,28	55	11	53	13500,00	3300,00	7600,00	50	3412,69	889,80	2791,39	14,26

### Balance metalúrgico:

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec			
BTC1-1	0,79	0,24	0,80	0,30	38,61	0,05	20,22	0,20	24,69	0,18	22,27	0,03	13,43	0,14	17,37	0,31	2,66	39,13	0,16	1,37	66,35	0,46	4,03	57,94
BTC1-2	0,72	0,22	0,74	0,29	39,51	0,06	26,82	0,19	26,07	0,22	30,39	0,05	21,10	0,15	19,85	0,22	2,05	30,10	0,11	1,07	52,08	0,40	3,76	54,08
BTC1-3	0,66	0,20	0,67	0,27	40,58	0,07	34,70	0,19	27,72	0,26	40,09	0,06	30,25	0,15	22,81	0,13	1,32	19,32	0,07	0,72	35,04	0,33	3,44	49,47
BTC1-4	0,62	0,19	0,63	0,20	31,87	0,05	25,84	0,09	14,91	0,30	48,85	0,08	42,87	0,24	37,73	0,12	1,31	19,28	0,06	0,65	31,29	0,30	3,29	47,36
BTC1-5	0,80	0,24	0,81	0,30	37,46	0,05	20,01	0,16	19,38	0,35	43,57	0,12	49,69	0,27	32,81	0,15	1,29	18,97	0,07	0,63	30,30	0,39	3,32	47,80
BTC1-6	0,96	0,29	0,98	0,40	42,18	0,10	34,78	0,34	35,06	0,38	40,04	0,10	35,20	0,16	16,57	0,17	1,21	17,78	0,09	0,62	30,02	0,47	3,36	48,38
BTC1-7	0,57	0,17	0,58	0,30	53,20	0,07	42,27	0,15	25,82	0,17	29,89	0,04	25,70	0,14	23,95	0,10	1,15	16,91	0,06	0,66	32,03	0,29	3,49	50,22
BTC1-8	0,57	0,17	0,58	0,31	55,42	0,08	44,03	0,16	26,90	0,18	31,25	0,05	26,87	0,14	25,04	0,08	0,91	13,34	0,05	0,60	29,10	0,28	3,34	48,06
BTC1-9	0,56	0,17	0,57	0,32	57,66	0,08	45,81	0,16	27,99	0,18	32,62	0,05	28,05	0,15	26,14	0,05	0,66	9,72	0,04	0,54	26,14	0,26	3,19	45,87
BTC1-10	0,56	0,17	0,57	0,33	57,85	0,08	45,96	0,16	28,08	0,19	32,95	0,05	28,34	0,15	26,41	0,05	0,63	9,20	0,04	0,53	25,70	0,26	3,16	45,51
BTC1-11	1,88	0,57	1,92	1,47	77,97	0,35	61,95	0,85	44,35	0,24	12,64	0,06	10,87	0,19	10,13	0,18	0,64	9,39	0,15	0,56	27,18	0,87	3,16	45,52
BTC1-12	0,97	0,29	0,99	0,71	73,21	0,17	59,02	0,40	40,38	0,17	17,57	0,04	15,11	0,14	14,08	0,09	0,63	9,21	0,08	0,53	25,86	0,45	3,16	45,54



### Ficha técnica #19

Número de ensayos: BT01  
 Título de los ensayos: Optimización del tiempo de lixiviación.  
 Tipo de ensayos: Optimización de condiciones.  
 Tipo de muestras: Cenizas volantes  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 18-06-2009

Objetivo: Observar la disolución de los metales de interés en la solución.

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		25
<b>Agente lixivante</b>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol
<b>Concentración de la solución de ácido sulfúrico (g/L)</b>		200
<b>Tipo de muestra</b>		Cenizas volantes calcinadas
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>		1,5
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>		350
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>		25
<b>Tiempo de lixiviación (horas)</b>	<b>0,5</b>	BT01-1
	<b>4</b>	BT01-2
	<b>8</b>	BT01-3
	<b>10</b>	BT01-4
	<b>24</b>	BT01-5

#### Concentración de los minerales en el material

<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
350	2,83	0,64	4,11

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(L)	Concentración (g/L)			(L)	Concentración (g/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
BT01-1	20,00	60	12	0,05	6,45	0,76	5,11	0,05	2,09	1,11	5,50	15,80
BT01-2	20,00	60	12	0,05	7,45	0,91	7,23	0,05	2,39	1,17	4,53	16,20
BT01-3	20,00	60	12	0,05	8,23	1,13	7,45	0,05	2,32	1,04	4,72	15,60
BT01-4	20,00	60	12	0,04	9,78	1,31	9,23	0,05	2,48	1,12	4,72	15,52
BT01-5	20,00	60	12	0,04	9,76	1,28	9,49	0,05	2,75	1,19	4,85	16,64

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec			
BT01-1	0,57	0,13	0,82	0,29	51,30	0,03	26,77	0,23	27,95	0,10	18,47	0,06	43,69	0,28	33,44	0,17	1,08	30,22	0,04	0,24	29,54	0,32	2,01	38,62
BT01-2	0,57	0,13	0,82	0,35	61,89	0,04	33,85	0,34	41,32	0,12	21,12	0,06	46,05	0,23	27,52	0,10	0,59	16,98	0,03	0,16	20,10	0,26	1,58	31,16
BT01-3	0,57	0,13	0,82	0,39	68,37	0,05	41,72	0,35	42,53	0,12	20,50	0,05	40,93	0,24	28,68	0,06	0,40	11,12	0,02	0,14	17,34	0,24	1,52	28,79
BT01-4	0,57	0,13	0,82	0,38	67,42	0,05	40,15	0,36	43,75	0,12	21,92	0,06	44,08	0,24	28,68	0,06	0,39	10,66	0,02	0,13	15,77	0,23	1,46	27,58
BT01-5	0,57	0,13	0,82	0,38	67,28	0,05	39,36	0,37	44,96	0,14	24,30	0,06	46,84	0,24	29,47	0,05	0,29	8,41	0,02	0,11	13,80	0,21	1,26	25,57

**ANEXO VIII**  
**FICHAS TECNICAS DE LOS ENSAYOS DE LIXIVIACIÓN REALIZADOS A LA ESCORIA DE**  
**INCOMBUSTOS**

**Ficha técnica #20**

Número de ensayos: A001  
 Título de los ensayos: Pruebas ácidas preliminares  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 22-06-2009

Objetivo: Comparación del efecto lixivante de diferentes agentes en solución.

**Condiciones de operación**

<b>Tipo de muestra</b>		Escoria de incombustos originales			
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750			
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24			
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		25			
<b>Porcentaje de sólidos</b>		25			
<b>Agente lixivante</b>		<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	<b>HCl</b>	<b>HNO<sub>3</sub></b>	<b>Agua Regia</b>
<b>Concentración de las soluciones ácidas (g/L)</b>	<b>20</b>	A001-1	A001-3	A001-5	A001-7
	<b>40</b>	A001-2	A001-4	A001-6	A001-8

**Concentración de los minerales en el material original**

<b>Análisis de cabeza</b>	
<b>V</b>	28,72 %
<b>Ni</b>	8,16 %

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen agua solución (mL)	Volumen ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)		(mL)	Concentración (mg/L)		
					V	Ni		V	Ni	
A001-1	100,40	300	6	250	6120,00	575,75	585	218,00	20,16	94,60
A001-2	100,64	300	12	255	11789,30	1463,00	586	485,00	95,00	84,00
A001-3	101,20	300	6	250	2520,00	522,80	594	70,20	11,95	94,50
A001-4	102,01	300	12	252	4500,00	586,12	579	283,00	40,30	94,40
A001-5	100,36	300	6	262	4100,00	462,80	582	211,00	30,22	86,70
A001-6	99,95	300	12	284	6408,30	580,00	571	327,00	35,00	83,04
A001-7	50,00	150	3	150	4506,00	432,00	60	1102,00	145,00	45,01
A001-8	50,00	150	6	150	8502,00	643,00	60	1029,00	203,00	44,07

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en la muestra original		Solución Fuerte				Solución Débil				Torta					
	V	Ni	V		Ni		V		Ni		V			Ni		
	(g)	(g)	(g)	% Rec	(g)	% Rec	(g)	% Rec	(g)	% Rec	(g)	% en torta	% Rec	(g)	% en torta	% Rec
A001-1	28,83	8,19	1,53	5,31	0,14	1,76	0,13	0,44	0,01	0,14	27,18	28,73	94,25	8,04	8,50	83,04
A001-2	28,90	8,21	3,01	10,40	0,37	4,54	0,28	0,98	0,06	0,68	25,61	30,49	88,62	7,78	9,27	86,70
A001-3	29,06	8,26	0,63	2,17	0,13	1,58	0,04	0,14	0,01	0,09	28,39	30,05	97,69	8,12	8,59	84,00
A001-4	29,30	8,32	1,13	3,87	0,15	1,77	0,16	0,56	0,02	0,28	28,00	29,66	95,57	8,15	8,64	94,60
A001-5	28,82	8,19	1,07	3,73	0,12	1,48	0,12	0,43	0,02	0,21	27,63	31,86	95,85	8,05	9,29	98,30
A001-6	28,71	8,16	1,82	6,34	0,16	2,02	0,19	0,65	0,02	0,25	26,70	32,15	93,01	7,97	9,60	94,50
A001-7	14,36	4,08	0,68	4,71	0,06	1,59	0,07	0,46	0,01	0,21	13,62	30,26	94,83	4,01	8,90	98,20
A001-8	14,36	4,08	1,28	8,88	0,10	2,36	0,06	0,43	0,01	0,30	13,02	29,60	90,69	3,97	9,03	97,34

## Ficha técnica #21

Número de ensayos: A002  
 Título de los ensayos: Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos original.  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 29-06-2009

Objetivo: Evaluar el efecto lixiviante del ácido sulfúrico en la escoria de incombustos original.

### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación</b>	750	
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>	24	
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	25	
<b>Porcentaje de sólidos</b>	25	
<b>Agente lixiviante</b>	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
<b>Tipo de muestra</b>	Escoria de incombustos original (lote 1)	
<b>Concentración de la solución de ácido sulfúrico (g/l)</b>	40	A002-1
	60	A002-2
	80	A002-3
	100	A002-4
	120	A002-5
	150	A002-6
	200	A002-7

### Concentración de los minerales en la escoria de incombustos original

Análisis de cabeza	
<b>V</b>	28,72 %
<b>Ni</b>	8,16 %
<b>Fe</b>	1,62 %

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
A002-1	100,64	302	12	255	8420,93	1463,00	945,90	586	485,00	95,00	129,00	84,00
A002-2	50,28	151	9	130	8153,99	877,96	1043,34	296	2004,00	79,00	150,00	42,60
A002-3	50,03	150	12	137	12393,07	847,88	1190,00	204	750,00	108,00	108,00	44,60
A002-4	50,60	152	15	113	16179,35	2152,80	1207,96	150	1930,00	258,00	245,00	41,00
A002-5	49,80	149	18	134	14076,00	1747,61	1017,78	150	1980,00	342,00	210,00	40,60
A002-6	50,30	151	23	150	14845,26	1827,60	1017,51	150	1400,00	275,00	175,00	40,20
A002-7	50,05	150	30	150	22904,09	1901,32	1103,45	150	1650,00	301,21	201,32	39,43

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A002-1	28,90	8,21	1,63	2,15	7,43	0,37	4,54	0,24	14,79	0,28	0,98	0,06	0,68	0,08	4,64	86,70	26,47	30,53	91,59	7,78	8,98	94,78	1,31	1,52
A002-2	14,44	4,10	0,81	1,06	7,34	0,11	2,78	0,14	16,65	0,59	4,11	0,02	0,57	0,04	5,45	84,00	12,79	15,22	88,55	3,97	4,72	96,65	0,63	0,76
A002-3	14,37	4,08	0,81	1,70	11,82	0,12	2,85	0,16	20,12	0,15	1,06	0,02	0,54	0,02	2,72	94,60	12,52	13,23	87,12	3,94	4,17	96,61	0,63	0,66
A002-4	14,53	4,13	0,82	1,83	12,58	0,24	5,89	0,14	16,65	0,29	1,99	0,04	0,94	0,04	4,48	94,60	12,41	13,12	85,43	3,85	4,07	93,17	0,65	0,68
A002-5	14,30	4,06	0,81	1,89	13,19	0,23	5,76	0,14	16,90	0,30	2,08	0,05	1,26	0,03	3,90	94,60	12,12	12,81	84,74	3,78	3,99	92,97	0,64	0,68
A002-6	14,45	4,10	0,81	2,23	15,41	0,27	6,68	0,15	18,73	0,21	1,45	0,04	1,00	0,03	3,22	94,60	12,01	12,69	83,13	3,79	4,01	92,32	0,64	0,67
A002-7	14,37	4,08	0,81	2,15	7,43	0,37	4,54	0,24	14,79	0,25	1,72	0,05	1,11	0,03	3,72	10,76	11,37	74,86	3,76	3,97	92,05	0,62	0,65	76,27

## Ficha técnica #22

Número de ensayos: A003  
 Título de los ensayos: Lixiviación con ácido sulfúrico de la escoria de incombustos calcinada.  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos calcinadas (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 06-07-2009  
 Objetivo: Evaluar el efecto lixivante del ácido sulfúrico en la escoria de incombustos calcinadas a diferentes temperaturas.

### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750		
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24		
<b>Temperatura de lixiviación (h)</b>		20		
<b>Porcentaje de sólidos</b>		25		
<b>Agente lixivante</b>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		
<b>Tipo de muestra</b>		Escoria de incombustos calcinada (lote 1)		
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>		2		
<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>		<b>450</b>	<b>550</b>	<b>650</b>
<b>Concentración de ácido sulfúrico en la solución (g/L)</b>	<b>40</b>	A003-1	A003-6	A003-11
	<b>60</b>	A003-2	A003-7	A003-12
	<b>80</b>	A003-3	A003-8	A003-13
	<b>100</b>	A003-4	A003-9	A003-14
	<b>120</b>	A003-5	A003-10	A003-15

### Concentración de los minerales en el material calcinado

<b>Temperatura de calcinación (°C)</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
450	26,54	5,21	1,34
550	25,38	4,13	1,16
650	23,18	2,07	0,83

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
A003-1	50,56	152	6	123	9342,34	845,34	764,45	6	1768,79	160,67	121,23	38,43
A003-2	50,52	152	9	136	10225,99	955,96	679,89	9	2095,00	170,00	169,89	44,80
A003-3	50,90	153	12	126	13541,24	1327,88	778,14	12	2457,00	279,00	184,00	43,20
A003-4	50,04	150	15	136	14452,69	1499,94	710,55	15	3180,00	230,50	199,87	44,00
A003-5	49,32	148	6	122	5069,30	468,00	823,23	6	485,00	36,00	122,00	44,00
A003-6	50,03	150	9	128	6516,79	687,96	934,23	9	564,00	72,00	132,00	43,60
A003-7	50,09	150	12	130	7582,67	892,88	1102,34	12	405,00	48,50	134,43	43,50
A003-8	50,87	153	15	123	8975,78	1199,78	1223,34	15	503,43	57,67	98,93	39,68
A003-9	50,78	152	6	125	13834,34	123,45	543,34	6	574,23	8,45	29,45	39,61
A003-10	50,94	153	9	134	13600,19	242,96	623,32	9	571,00	11,62	35,00	43,80
A003-11	50,87	153	12	130	15892,34	367,87	765,45	12	654,23	25,46	45,67	41,20
A003-12	50,45	151	15	128	18343,34	456,76	878,67	15	550,56	35,67	67,12	40,86
A003-13	50,56	152	6	123	9342,34	845,34	764,45	6	1768,79	160,67	121,23	38,43
A003-14	50,52	152	9	136	10225,99	955,96	679,89	9	2095,00	170,00	169,89	44,80
A003-15	50,90	153	12	126	13541,24	1327,88	778,14	12	2457,00	279,00	184,00	43,20

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
				V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	V	Ni	Fe	g	%	g	%	g	%	g	%	g	%	g	%	g	% en torta	%	g	% en torta	%	g	% en torta	%
	g	g	g	g	Rec	g	Rec	g	Rec	g	Rec	g	Rec	g	Rec	g			g			g		
A003-1	13,42	2,63	0,68	1,15	8,56	0,10	3,95	0,09	13,93	0,18	1,32	0,02	0,61	0,01	1,80	12,09	12,78	90,12	2,51	2,66	95,44	0,57	0,60	84,28
A003-2	13,41	2,63	0,67	1,39	10,37	0,13	4,94	0,09	13,71	0,31	2,34	0,03	0,97	0,03	3,78	11,70	12,37	87,29	2,48	2,62	94,09	0,56	0,59	82,51
A003-3	13,51	2,65	0,68	1,71	12,63	0,17	6,31	0,10	14,43	0,37	2,73	0,04	1,58	0,03	4,06	11,44	12,09	84,64	2,44	2,58	92,11	0,55	0,59	81,51
A003-4	13,28	2,61	0,67	1,97	14,80	0,20	7,82	0,10	14,46	0,48	3,59	0,03	1,33	0,03	4,49	10,84	11,46	81,61	2,37	2,50	90,85	0,54	0,57	81,05
A003-5	12,52	2,04	0,57	0,62	4,94	0,06	2,80	0,10	17,52	0,14	1,15	0,01	0,53	0,04	6,34	11,76	12,43	93,91	1,97	2,08	96,67	0,44	0,46	76,14
A003-6	12,70	2,07	0,58	0,83	6,57	0,09	4,26	0,12	20,57	0,13	1,06	0,02	0,83	0,03	5,43	11,73	12,40	92,37	1,96	2,07	94,90	0,43	0,45	74,01
A003-7	12,72	2,07	0,58	0,99	7,75	0,12	5,61	0,14	24,62	0,12	0,96	0,01	0,70	0,04	6,93	11,61	12,27	91,29	1,94	2,05	93,68	0,40	0,42	68,46
A003-8	12,91	2,10	0,59	1,10	8,55	0,15	7,03	0,15	25,45	0,23	1,78	0,03	1,25	0,05	7,64	11,58	12,24	89,67	1,93	2,04	91,72	0,40	0,42	66,91
A003-9	11,77	1,05	0,42	1,73	14,69	0,02	1,47	0,07	16,06	0,06	0,50	0,00	0,08	0,00	0,71	9,98	10,55	84,81	1,03	1,09	98,45	0,35	0,37	83,23
A003-10	11,81	1,05	0,42	1,82	15,43	0,03	3,09	0,08	19,69	0,09	0,73	0,00	0,17	0,01	1,24	9,90	10,46	83,84	1,02	1,08	96,75	0,34	0,35	79,07
A003-11	11,79	1,05	0,42	2,07	17,52	0,05	4,54	0,10	23,49	0,11	0,89	0,00	0,39	0,01	1,73	9,62	10,17	81,59	1,00	1,06	95,07	0,32	0,33	74,78
A003-12	11,69	1,04	0,42	2,35	20,08	0,06	5,60	0,11	26,77	0,10	0,89	0,01	0,65	0,01	3,03	9,24	9,77	79,03	0,98	1,03	93,75	0,29	0,31	70,20
A003-13	13,42	2,63	0,68	1,15	8,56	0,10	3,95	0,09	13,93	0,18	1,32	0,02	0,61	0,01	1,80	12,09	12,78	90,12	2,51	2,66	95,44	0,57	0,60	84,28
A003-14	13,41	2,63	0,67	1,39	10,37	0,13	4,94	0,09	13,71	0,31	2,34	0,03	0,97	0,03	3,78	11,70	12,37	87,29	2,48	2,62	94,09	0,56	0,59	82,51
A003-15	13,51	2,65	0,68	1,71	12,63	0,17	6,31	0,10	14,43	0,37	2,73	0,04	1,58	0,03	4,06	11,44	12,09	84,64	2,44	2,58	92,11	0,55	0,59	81,51



### Ficha técnica #23

Número de ensayos: A004  
 Título de los ensayos: Lixiviación a diferente temperatura con soluciones de ácido sulfúrico y escoria de incombustos original.  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos originales (lote 1 y lote 2)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 13-07-2009

Objetivo: Evaluar el efecto lixivante de la concentración y temperatura de las soluciones de ácido sulfúrico sobre la escoria de incombustos original.

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750		
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24		
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>		25		
<b>Agente lixivante</b>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>		
<b>Tipo de muestra</b>		Escoria de incombustos original (lote 1 y lote 2)		
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		<b>60</b>	<b>70</b>	<b>80</b>
<b>Concentración de la solución de ácido sulfúrico (g/L)</b>	<b>40</b>	A004-1	A004-8	A004-15
	<b>60</b>	A004-2	A004-9	A004-16
	<b>80</b>	A004-3	A004-10	A004-17
	<b>100</b>	A004-4	A004-11	A004-18
	<b>120</b>	A004-5	A004-12	A004-19
	<b>150</b>	A004-6	A004-13	A004-20
	<b>200</b>	A004-7	A004-14	A004-21

#### Concentración de los minerales en el material original

Numero de lote	Vanadio (%)	Níquel (%)	Hierro (%)
Lote 1	28,72	8,16	1,62
Lote 2	12,18	8,77	1,66

El lote 2 se especifica en cada ensayo por un subíndice (2) ubicado en el valor correspondiente al peso de la muestra.

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución(mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A004-1	25,00	75	3	72	8,96	2,28	1,51	50	1,21	0,45	0,19	19,00
A004-2	25,00	75	5	79	9,45	2,64	1,42	75	1,31	0,56	0,27	18,00
A004-3	25,00	75	6	71	12,35	3,48	1,73	61	3,14	0,82	0,39	18,00
A004-4	25,00	75	8	73	13,38	3,62	1,96	60	3,15	0,81	0,37	19,00
A004-5	25,00	75	9	82	14,40	3,76	1,83	60	3,16	0,80	0,35	18,00
A004-6	25,00	75	11	80	16,50	4,37	1,88	75	2,22	0,76	0,30	18,00
A004-7	20,00 <sub>2</sub>	60	12	77	8,95	4,48	1,68	47	1,82	1,11	0,38	13,00
A004-8	25,00	75	3	72	16,59	2,06	1,33	50	2,57	0,39	0,19	18,00
A004-9	25,00	75	5	72	17,68	2,42	1,47	72	2,89	0,48	0,17	18,00
A004-10	25,00	75	6	92	13,91	2,35	1,27	68	3,89	0,45	0,22	18,00
A004-11	25,00	75	8	73	21,65	3,39	1,66	50	3,01	0,61	0,24	18,00
A004-12	25,00	75	9	42	34,20	6,35	2,65	75	5,16	0,77	0,26	18,00
A004-13	25,00	75	11	54	29,70	3,61	2,00	72	4,07	2,65	0,29	18,00
A004-14	20,00 <sub>2</sub>	60	12	82	8,45	3,80	1,26	102	1,39	0,56	0,08	14,50
A004-15	25,00 <sub>2</sub>	75	3	74	8,07	1,37	0,35	50	0,91	0,94	0,08	18,00
A004-16	50,00 <sub>2</sub>	150	9	116	10,77	2,39	0,42	83	2,41	1,12	0,09	43,00
A004-17	20,00 <sub>2</sub>	60	5	78	7,05	1,85	0,34	70	1,50	0,47	0,07	13,00
A004-18	20,00 <sub>2</sub>	60	6	73	7,75	2,33	0,43	73	1,62	0,55	0,09	13,00
A004-19	20,00 <sub>2</sub>	60	7	82	7,95	2,59	0,41	66	1,37	0,39	0,06	13,00
A004-20	20,00 <sub>2</sub>	60	9	76	8,45	3,32	0,52	76	1,74	0,62	0,10	13,00
A004-21	20,00 <sub>2</sub>	60	12	57	18,40	3,68	0,93	60	3,09	2,48	0,15	14,90

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A004-1	7,18	2,04	0,41	0,65	8,99	0,16	8,04	0,11	26,88	0,06	0,84	0,02	1,11	0,01	2,39	6,47	5,81	90,17	1,85	1,66	90,85	0,29	0,26	70,73
A004-2	7,18	2,04	0,41	0,75	10,40	0,21	10,22	0,11	27,70	0,10	1,37	0,04	2,06	0,02	5,07	6,34	5,63	88,23	1,79	1,59	87,72	0,27	0,24	67,23
A004-3	7,18	2,04	0,41	0,88	12,21	0,25	12,11	0,12	30,32	0,19	2,67	0,05	2,46	0,02	5,81	6,11	5,38	85,12	1,74	1,54	85,43	0,26	0,23	63,88
A004-4	7,18	2,04	0,41	0,98	13,60	0,26	12,94	0,14	35,30	0,19	2,63	0,05	2,39	0,02	5,48	6,01	5,25	83,77	1,73	1,51	84,67	0,24	0,21	59,22
A004-5	7,18	2,04	0,41	1,18	16,45	0,31	15,09	0,15	37,08	0,19	2,64	0,05	2,35	0,02	5,24	5,81	5,03	80,91	1,68	1,46	82,55	0,23	0,20	57,67
A004-6	7,18	2,04	0,41	1,32	18,38	0,35	17,14	0,15	37,04	0,17	2,32	0,06	2,81	0,02	5,54	5,69	4,89	79,30	1,63	1,40	80,05	0,23	0,20	57,43
A004-7	2,44	1,65	0,33	0,69	28,29	0,34	20,90	0,13	38,94	0,09	3,51	0,05	3,16	0,02	5,35	1,66	1,41	68,20	1,25	1,07	75,95	0,19	0,16	55,72
A004-8	7,18	2,04	0,41	1,19	16,64	0,15	7,26	0,10	23,72	0,13	1,79	0,02	0,96	0,01	2,35	5,86	4,94	81,57	1,87	1,58	91,78	0,30	0,25	73,93
A004-9	7,18	2,04	0,41	1,27	17,73	0,17	8,54	0,11	26,21	0,21	2,90	0,03	1,69	0,01	2,97	5,70	4,77	79,38	1,83	1,53	89,76	0,29	0,24	70,82
A004-10	7,18	2,04	0,41	1,28	17,82	0,22	10,62	0,12	28,74	0,26	3,68	0,03	1,49	0,02	3,76	5,64	4,68	78,49	1,79	1,49	87,89	0,27	0,23	67,50
A004-11	7,18	2,04	0,41	1,58	22,01	0,25	12,14	0,12	29,99	0,15	2,09	0,03	1,49	0,01	2,96	5,45	4,45	75,90	1,76	1,44	86,37	0,27	0,22	67,04
A004-12	7,18	2,04	0,41	1,44	20,01	0,27	13,07	0,11	27,49	0,39	5,39	0,06	2,82	0,02	4,74	5,36	4,34	74,60	1,72	1,39	84,11	0,27	0,22	67,77
A004-13	7,18	2,04	0,41	1,60	22,34	0,20	9,57	0,11	26,63	0,29	4,08	0,19	9,34	0,02	5,20	5,28	4,24	73,58	1,65	1,33	81,10	0,28	0,22	68,17
A004-14	2,44	1,65	0,33	0,69	28,44	0,31	18,90	0,10	31,10	0,14	5,82	0,06	3,45	0,01	2,43	1,60	1,28	65,74	1,28	1,02	77,65	0,22	0,18	66,48
A004-15	7,18	2,04	0,41	0,60	8,32	0,10	4,96	0,03	6,31	0,05	0,63	0,05	2,31	0,00	0,99	6,54	5,17	91,05	1,89	1,50	92,73	0,38	0,30	92,70
A004-16	14,36	4,08	0,81	1,25	8,70	0,28	6,79	0,05	5,94	0,20	1,39	0,09	2,27	0,01	0,96	12,91	10,13	89,91	3,71	2,91	90,94	0,75	0,59	93,10
A004-17	5,74	1,63	0,32	0,55	9,57	0,14	8,85	0,03	8,06	0,11	1,83	0,03	2,03	0,00	1,47	5,09	3,96	88,60	1,45	1,13	89,11	0,29	0,23	90,47
A004-18	5,74	1,63	0,32	0,57	9,85	0,17	10,40	0,03	9,63	0,12	2,06	0,04	2,44	0,01	1,92	5,06	3,91	88,09	1,42	1,10	87,16	0,29	0,22	88,45
A004-19	5,74	1,63	0,32	0,65	11,35	0,21	13,01	0,03	10,38	0,09	1,57	0,03	1,57	0,00	1,18	5,00	3,83	87,08	1,39	1,07	85,41	0,29	0,22	88,44
A004-20	5,74	1,63	0,32	0,64	11,18	0,25	15,44	0,04	12,20	0,13	2,30	0,05	2,87	0,01	2,39	4,97	3,78	86,52	1,33	1,01	81,69	0,28	0,21	85,41
A004-21	5,74	1,63	0,32	1,05	18,26	0,21	12,85	0,05	16,36	0,19	3,23	0,15	9,12	0,01	2,83	4,51	3,40	78,51	1,27	0,96	78,03	0,26	0,20	80,81

## Ficha técnica #24

Número de ensayos: A005  
 Título de los ensayos: Lixiviación con soluciones ácido sulfúrico y agua oxigenada  
 Tipo de ensayos: Lixiviación ácida  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos originales (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha: 20-07-2009

Objetivo: Evaluar el efecto lixiviante de la concentración de las soluciones de ácido sulfúrico y cantidades determinadas de agua oxigenada sobre la escoria de incombustos.

### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750													
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24													
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>		25													
<b>Agente lixiviante</b>		H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> – H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>													
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		20													
<b>Tipo de muestra</b>		<b>Escoria de incombustos original</b>					<b>Escoria de incombustos calcinada</b>								
<b>Tiempo de calcinación (h)</b>		Sin calcinar					2								
<b>Temperatura de calcinación (%)</b>							450				550				
<b>Concentración de la solución de ácido sulfúrico (g/L)</b>		0	20	40	60	80	20	40	60	80	20	40	60	80	
<b>Concentración de peróxido de hidrógeno en la solución lixiviante (%)</b>	<b>0,70</b>	-	A005-2	A005-3	A005-4	A005-5	-	-	-	-	-	-	-	-	
	<b>1,40</b>	-	A005-6	A005-7	A005-8	A005-9	A005-18	A005-19	A005-20	A005-21	A005-22	A005-23	A005-24	A005-25	
	<b>2,70</b>	-	A005-10	A005-11	A005-12	A005-13	-	-	-	-	-	-	-	-	
	<b>6,70</b>	-	A005-14	A005-15	A005-16	A005-17	-	-	-	-	-	-	-	-	
	<b>20,00</b>	A005-1													

### Concentración de los minerales en el material original

Numero de lote	Vanadio (%)	Níquel (%)	Hierro (%)
Lote 1	28,72	8,16	1,62

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Volumen H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> añadido (mL)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
					(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
						V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A005-1	60,04	180	0	30	150	8,30	0,35	0,00	150	0,64	0,01	0,00	54,60
A005-2	50,00	150	3	1	124	7,87	0,52	0,52	150	1,03	0,07	0,06	44,60
A005-3	50,08	150	6	1	138	11,76	0,70	0,66	150	1,25	0,08	0,08	44,60
A005-4	50,37	151	9	1	138	12,69	0,71	0,69	150	1,39	0,10	0,11	44,60
A005-5	50,52	152	12	1	122	13,66	0,72	0,70	150	2,07	0,15	0,15	44,60
A005-6	50,10	150	3	2	150	8,65	0,50	0,42	150	1,38	0,07	0,06	44,60
A005-7	50,00	150	6	2	149	9,16	0,45	0,34	150	1,43	0,08	0,06	44,60
A005-8	50,00	150	9	2	150	11,03	0,49	0,44	150	1,54	0,08	0,06	44,60
A005-9	50,00	150	12	2	130	12,00	0,47	0,58	150	1,64	0,10	0,06	44,60
A005-10	50,19	151	3	4	142	7,35	0,49	0,44	150	1,09	0,07	0,09	44,60
A005-11	50,00	150	6	4	144	8,73	0,50	0,44	150	1,13	0,08	0,09	44,60
A005-12	50,00	150	9	4	148	10,54	0,55	0,49	150	1,23	0,09	0,09	44,60
A005-13	50,00	150	12	4	130	11,23	0,55	0,59	150	1,40	0,10	0,10	44,60
A005-14	50,00	150	3	10	147	8,95	0,45	0,37	150	1,68	0,06	0,05	44,60
A005-15	50,00	150	6	10	148	9,84	0,42	0,32	150	1,75	0,06	0,06	44,60
A005-16	50,00	150	9	10	145	11,83	0,46	0,38	150	1,83	0,07	0,07	44,60
A005-17	50,00	150	12	10	130	13,46	0,49	0,49	150	2,23	0,08	0,07	44,60
A005-18	50,24	151	3	2	130	10,61	0,58	0,59	150	1,41	0,05	0,04	44,60
A005-19	50,01	150	6	2	130	12,09	0,63	0,58	150	1,57	0,06	0,06	44,60
A005-20	50,62	152	9	2	130	12,92	0,57	0,50	150	2,91	0,17	0,17	44,60
A005-21	50,61	152	12	2	136	15,58	0,66	0,69	150	2,75	0,16	0,13	4,60
A005-22	45,54	137	3	2	130	10,01	0,69	0,52	150	1,27	0,08	0,07	34,60
A005-23	45,30	136	5	2	130	11,89	0,81	0,67	149	1,24	0,06	0,08	34,60
A005-24	45,59	137	8	2	148	13,73	0,86	0,82	150	1,41	0,06	0,08	34,60
A005-25	46,40	139	11	2	150	14,21	0,80	0,76	150	1,42	0,07	0,09	34,60

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A005-1	17,24	4,90	0,97	1,25	7,22	0,05	1,06	0,00	0,08	0,10	0,56	0,00	0,04	0,00	0,01	94,60	15,90	16,81	92,22	4,85	5,12	98,90	0,97	1,03
A005-2	14,36	4,08	0,81	1,18	8,22	0,08	1,92	0,08	9,69	0,16	1,08	0,01	0,26	0,01	1,02	94,60	13,03	13,77	90,70	3,99	4,22	97,82	0,72	0,76
A005-3	14,38	4,09	0,81	1,46	10,14	0,09	2,12	0,08	10,06	0,19	1,30	0,01	0,29	0,01	1,44	94,60	12,74	13,46	88,56	3,99	4,22	97,59	0,72	0,76
A005-4	14,47	4,11	0,82	1,75	12,11	0,10	2,38	0,10	11,73	0,21	1,44	0,01	0,35	0,02	1,97	94,60	12,51	13,22	86,45	4,00	4,23	97,27	0,70	0,74
A005-5	14,51	4,12	0,82	1,88	12,99	0,10	2,42	0,10	11,86	0,31	2,14	0,02	0,53	0,02	2,80	94,60	12,31	13,02	84,87	4,00	4,23	97,05	0,70	0,74
A005-6	14,39	4,09	0,81	1,06	7,33	0,06	1,51	0,05	6,39	0,21	1,44	0,01	0,24	0,01	1,03	94,60	13,13	13,88	91,23	4,02	4,25	98,25	0,75	0,79
A005-7	14,36	4,08	0,81	1,37	9,56	0,07	1,67	0,05	6,36	0,21	1,50	0,01	0,28	0,01	1,13	94,60	12,77	13,50	88,94	4,00	4,23	98,05	0,75	0,79
A005-8	14,36	4,08	0,81	1,64	11,45	0,07	1,78	0,07	8,15	0,23	1,61	0,01	0,31	0,01	1,17	94,60	12,48	13,20	86,94	3,99	4,22	97,91	0,73	0,78
A005-9	14,36	4,08	0,81	1,80	12,54	0,07	1,71	0,09	10,71	0,25	1,72	0,02	0,37	0,01	1,17	94,60	12,31	13,02	85,74	3,99	4,22	97,92	0,71	0,75
A005-10	14,41	4,10	0,81	0,96	6,63	0,06	1,55	0,06	6,96	0,16	1,13	0,01	0,26	0,01	1,57	94,60	13,30	14,05	92,24	4,02	4,25	98,19	0,74	0,79
A005-11	14,36	4,08	0,81	1,24	8,64	0,07	1,75	0,06	7,77	0,17	1,18	0,01	0,30	0,01	1,71	94,60	12,95	13,69	90,18	4,00	4,22	97,95	0,73	0,78
A005-12	14,36	4,08	0,81	1,52	10,56	0,08	1,96	0,07	8,73	0,18	1,29	0,01	0,33	0,01	1,75	94,60	12,66	13,38	88,15	3,99	4,21	97,71	0,73	0,77
A005-13	14,36	4,08	0,81	1,66	11,58	0,08	2,01	0,09	10,84	0,21	1,46	0,02	0,38	0,02	1,87	94,60	12,49	13,20	86,96	3,98	4,21	97,61	0,71	0,75
A005-14	14,36	4,08	0,81	1,16	8,11	0,06	1,45	0,05	6,02	0,25	1,75	0,01	0,21	0,01	0,93	94,60	12,94	13,68	90,14	4,01	4,24	98,35	0,75	0,80
A005-15	14,36	4,08	0,81	1,45	10,08	0,06	1,52	0,05	5,83	0,26	1,82	0,01	0,23	0,01	1,12	94,60	12,65	13,37	88,10	4,01	4,24	98,25	0,75	0,80
A005-16	14,36	4,08	0,81	1,75	12,20	0,07	1,68	0,06	6,98	0,28	1,92	0,01	0,26	0,01	1,34	94,60	12,33	13,04	85,89	4,00	4,23	98,06	0,74	0,79
A005-17	14,36	4,08	0,81	1,95	13,59	0,07	1,73	0,07	8,81	0,34	2,33	0,01	0,30	0,01	1,36	94,60	12,07	12,76	84,08	4,00	4,23	97,97	0,73	0,77
A005-18	14,43	4,10	0,81	1,38	9,56	0,08	1,83	0,08	9,39	0,21	1,47	0,01	0,20	0,01	0,81	94,60	12,84	13,57	88,97	4,02	4,25	97,97	0,73	0,77
A005-19	14,36	4,08	0,81	1,57	10,94	0,08	2,00	0,08	9,28	0,24	1,64	0,01	0,23	0,01	1,17	94,60	12,56	13,27	87,42	3,99	4,22	97,77	0,73	0,77
A005-20	14,54	4,13	0,82	1,68	11,55	0,07	1,80	0,06	7,90	0,44	3,00	0,03	0,61	0,03	3,16	94,60	12,42	13,13	85,45	4,03	4,26	97,59	0,73	0,77
A005-21	14,54	4,13	0,82	2,03	13,94	0,09	2,08	0,09	10,95	0,41	2,84	0,02	0,56	0,02	2,33	94,60	12,10	12,79	83,23	4,02	4,25	97,36	0,71	0,75
A005-22	13,08	3,72	0,74	1,36	10,41	0,09	2,53	0,07	9,67	0,19	1,46	0,01	0,32	0,01	1,40	94,60	11,53	12,18	88,13	3,61	3,82	97,14	0,66	0,69
A005-23	13,01	3,70	0,73	1,55	11,88	0,11	2,84	0,09	11,81	0,19	1,43	0,01	0,26	0,01	1,66	94,60	11,28	11,92	86,69	3,58	3,79	96,90	0,63	0,67
A005-24	13,09	3,72	0,74	1,78	13,63	0,11	3,00	0,11	14,43	0,21	1,60	0,01	0,24	0,01	1,55	94,60	11,10	11,73	84,77	3,60	3,80	96,76	0,62	0,66
A005-25	13,33	3,79	0,75	2,10	15,78	0,12	3,15	0,11	14,97	0,21	1,59	0,01	0,28	0,01	1,80	94,60	11,01	11,64	82,62	3,66	3,87	96,58	0,63	0,66



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Volumen Bromo añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
					(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
						V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
A006-1	7	0	21	0	57	4650	222	155	26	1720	11340	43	5,00
A006-2	10	0	30	6	50	9200	8750	290	20	1900	1000	58	7,00
A006-3	10	0	30	12	50	9500	11890	350	20	1920	1180	60	7,00
A006-4	7	0	21	28	60	5450	325	190	37	1760	12310	70	4,50
A006-5	10	30	6	0	20	19900	8800	1900	30	1900	1542	130	7,00
A006-6	10	25	5	6	135	5400	5145	340	0	0	0	0	7,00
A006-7	10	25	5	12	80	10505	9800	790	0	0	0	0	7,00
A006-8	10	25	5	40	50	22000	16600	1570	0	0	0	0	7,00

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A006-1	0,85	0,61	0,12	0,27	31,04	0,01	2,06	0,01	7,59	0,04	5,24	0,29	47,95	0,00	0,96	0,54	10,88	63,72	0,31	6,15	49,99	0,11	2,13	91,45
A006-2	1,22	0,88	0,17	0,46	37,76	0,44	49,88	0,01	8,73	0,04	3,12	0,02	2,28	0,00	0,70	0,72	10,29	59,12	0,42	5,99	47,84	0,15	2,15	90,57
A006-3	1,22	0,88	0,17	0,48	38,99	0,59	67,78	0,02	10,54	0,04	3,15	0,02	2,69	0,00	0,72	0,70	10,07	57,85	0,26	3,70	29,53	0,15	2,11	88,74
A006-4	0,85	0,61	0,12	0,33	38,29	0,02	3,17	0,01	9,79	0,07	7,63	0,46	74,08	0,00	2,22	0,46	10,26	54,08	0,14	3,11	22,75	0,10	2,28	87,99
A006-5	1,22	0,88	0,17	0,40	32,67	0,18	20,07	0,04	22,88	0,06	4,68	0,05	5,27	0,00	2,35	0,76	10,90	62,65	0,65	9,35	74,66	0,12	1,77	74,78
A006-6	1,22	0,88	0,17	0,73	59,84	0,69	79,19	0,05	27,63	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,49	6,99	40,16	0,18	2,61	20,81	0,12	1,72	72,37
A006-7	1,22	0,88	0,17	0,84	68,99	0,78	89,39	0,06	38,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,38	5,40	31,01	0,09	1,33	10,61	0,10	1,47	61,95
A006-8	1,22	0,88	0,17	1,10	90,30	0,83	94,63	0,08	47,26	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,12	1,69	9,70	0,05	0,67	5,37	0,09	1,25	52,74





**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra calcinada (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de agua regia (mL)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A007-1	50,70	152	9,13	128	9425,00	730,00	385,00	60	1920,00	226,00	111,00	45,00
A007-2	50,10	150	12,02	133	9020,00	710,00	445,00	60	2310,00	244,00	135,00	44,10
A007-3	50,00	150	18,00	144	9550,00	810,00	695,00	70	2760,00	273,00	204,00	42,00
A007-4	50,45	151	22,70	145	15432,13	803,12	656,00	65	1986,45	367,56	194,55	39,86
A007-5	30,00	90	18,00	91	8150,00	755,00	500,00	40	2110,00	801,00	112,00	23,40
A007-6	30,00	90	27,00	100	9100,00	1100,00	355,00	40	2390,00	1242,00	174,00	23,40
A007-7	25,30	76	4,55	70	9405,00	4395,00	525,00	62	1210,00	590,00	81,00	24,40
A007-8	25,00	75	6,00	75	9050,00	4920,00	785,00	50	1310,00	456,56	111,00	24,00
A007-9	25,00	75	9,00	62	13454,00	7925,00	1142,50	50	2210,00	2355,00	355,00	27,20
A007-10	25,50	77	11,48	60	23345,45	7956,45	1234,34	50	915,34	3700,45	461,09	20,15
A007-11	25,60	77	15,36	55	32543,56	9145,56	1345,45	50	1321,44	4567,56	560,23	20,22
A007-12	25,00	75	22,50	61	33345,65	9434,55	1434,45	45	832,67	4612,35	668,45	19,75
A007-13	25,00	75	4,50	72	10350,00	3230,00	1145,00	50	2330,00	708,00	233,00	21,00
A007-14	25,00	75	6,00	70	11500,00	4220,00	1615,00	64	1340,00	699,00	187,00	21,40
A007-15	25,00	75	9,00	70	19160,00	6170,00	1898,21	64	770,00	1220,00	347,14	25,80
A007-16	25,50	77	11,48	65	24123,45	6145,67	1612,23	65	867,56	2567,12	856,50	21,17
A007-17	25,10	75	15,06	72	27564,54	6432,47	1897,56	65	965,34	3411,34	398,43	20,83
A007-18	25,40	76	22,86	71	30543,45	6438,67	1790,34	65	1154,65	4265,45	578,67	21,08
A007-19	50,00	150	9,00	170	3900,00	1225,00	120,00	178	960,00	305,00	28,00	45,00
A007-20	50,00	150	12,00	110	7125,00	3035,00	390,00	90	1770,00	565,00	80,00	43,00
A007-21	50,00	150	18,00	128	10350,00	4455,00	580,00	80	2370,00	998,00	136,00	44,00
A007-22	52,00	156	23,40	123	12567,56	6743,78	654,32	70	3456,00	1193,30	167,00	41,08
A007-23	55,00	165	33,00	120	14456,34	8787,45	765,34	75	4567,44	2100,45	201,34	43,45
A007-24	50,00	150	45,00	124	11567,56	8545,56	823,34	76	6543,45	2238,23	231,45	39,50

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A007-1	14,56	4,14	0,82	1,21	8,29	0,09	2,26	0,05	6,00	0,12	0,79	0,01	0,33	0,01	0,81	13,24	15,94	90,92	4,03	4,85	97,41	0,77	0,92	93,19
A007-2	14,39	4,09	0,81	1,20	8,34	0,09	2,31	0,06	7,29	0,14	0,96	0,01	0,36	0,01	1,00	13,05	15,72	90,70	3,98	4,79	97,33	0,74	0,90	91,71
A007-3	14,36	4,08	0,81	1,38	9,58	0,12	2,86	0,10	12,36	0,19	1,35	0,02	0,47	0,01	1,76	12,79	15,40	89,08	3,94	4,75	96,67	0,70	0,84	85,88
A007-4	14,49	4,12	0,82	2,24	15,44	0,12	2,83	0,10	11,64	0,13	0,89	0,02	0,58	0,01	1,55	12,12	14,60	83,67	3,98	4,79	96,59	0,71	0,85	86,81
A007-5	3,65	2,63	0,50	0,74	20,29	0,07	2,61	0,05	9,13	0,08	2,31	0,03	1,22	0,00	0,90	2,83	3,41	77,40	2,53	3,05	96,17	0,45	0,54	89,97
A007-6	3,65	2,63	0,50	0,91	24,90	0,11	4,18	0,04	7,12	0,10	2,62	0,05	1,89	0,01	1,40	2,65	3,19	72,48	2,47	2,98	93,93	0,46	0,55	91,48
A007-7	7,27	2,06	0,41	0,66	9,06	0,31	14,90	0,04	8,97	0,08	1,03	0,04	1,77	0,01	1,23	6,53	7,87	89,91	1,72	2,07	83,33	0,37	0,44	89,81
A007-8	7,18	2,04	0,41	0,68	9,45	0,37	18,09	0,06	14,54	0,07	0,91	0,02	1,12	0,01	1,37	6,44	7,75	89,63	1,65	1,98	80,79	0,34	0,41	84,09
A007-9	7,18	2,04	0,41	0,83	11,62	0,49	24,09	0,07	17,49	0,11	1,54	0,12	5,77	0,02	4,38	6,24	7,51	86,84	1,43	1,72	70,14	0,32	0,38	78,13
A007-10	7,32	2,08	0,41	1,40	19,13	0,48	22,94	0,07	17,93	0,05	0,62	0,19	8,89	0,02	5,58	5,88	7,08	80,25	1,42	1,71	68,17	0,32	0,38	76,49
A007-11	7,35	2,09	0,41	1,79	24,34	0,50	24,08	0,07	17,84	0,07	0,90	0,23	10,93	0,03	6,75	5,50	6,62	74,76	1,36	1,63	64,99	0,31	0,38	75,40
A007-12	7,18	2,04	0,41	2,03	28,33	0,58	28,21	0,09	21,61	0,04	0,52	0,21	10,17	0,03	7,43	5,11	6,15	71,15	1,26	1,51	61,61	0,29	0,35	70,97
A007-13	7,18	2,04	0,41	0,75	10,38	0,23	11,40	0,08	20,36	0,12	1,62	0,04	1,74	0,01	2,88	6,32	7,61	88,00	1,77	2,13	86,86	0,31	0,37	76,77
A007-14	7,18	2,04	0,41	0,81	11,21	0,30	14,48	0,11	27,91	0,09	1,19	0,04	2,19	0,01	2,96	6,29	7,57	87,59	1,70	2,05	83,33	0,28	0,34	69,13
A007-15	7,18	2,04	0,41	1,34	18,68	0,43	21,17	0,13	32,81	0,05	0,69	0,08	3,83	0,02	5,49	5,79	6,97	80,63	1,53	1,84	75,00	0,25	0,30	61,71
A007-16	7,32	2,08	0,41	1,57	21,41	0,40	19,20	0,10	25,37	0,06	0,77	0,17	8,02	0,06	13,48	5,70	6,86	77,82	1,51	1,82	72,78	0,25	0,30	61,16
A007-17	7,21	2,05	0,41	1,98	27,53	0,46	22,61	0,14	33,60	0,06	0,87	0,22	10,83	0,03	6,37	5,16	6,22	71,60	1,36	1,64	66,56	0,24	0,29	60,03
A007-18	7,29	2,07	0,41	2,17	29,73	0,46	22,06	0,13	30,89	0,08	1,03	0,28	13,38	0,04	9,14	5,05	6,08	69,24	1,34	1,61	64,57	0,25	0,30	59,97
A007-19	6,09	4,39	0,83	0,66	10,89	0,21	4,75	0,02	2,46	0,17	2,81	0,05	1,24	0,00	0,60	5,26	6,33	86,31	4,12	4,96	94,01	0,81	0,97	96,94
A007-20	6,09	4,39	0,83	0,78	12,87	0,33	7,61	0,04	5,17	0,16	2,62	0,05	1,16	0,01	0,87	5,15	6,20	84,52	4,00	4,82	91,23	0,78	0,94	93,97
A007-21	6,09	4,39	0,83	1,32	21,75	0,57	13,00	0,07	8,94	0,19	3,11	0,08	1,82	0,01	1,31	4,58	5,51	75,14	3,73	4,50	85,17	0,75	0,90	89,75
A007-22	6,33	4,56	0,86	1,55	24,40	0,83	18,19	0,08	9,32	0,24	3,82	0,08	1,83	0,01	1,35	4,55	5,48	71,78	3,65	4,39	79,98	0,77	0,93	89,33
A007-23	6,70	4,82	0,91	1,73	25,89	1,05	21,86	0,09	10,05	0,34	5,11	0,16	3,27	0,02	1,65	4,62	5,57	68,99	3,61	4,35	74,87	0,81	0,97	88,29
A007-24	6,09	4,39	0,83	1,43	23,55	1,06	24,17	0,10	12,29	0,50	8,16	0,17	3,88	0,02	2,12	4,16	5,01	68,29	3,16	3,80	71,96	0,71	0,86	85,59



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Cantidad de hidróxido de sodio (g)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
A008-1	33,30	100	5,03	90	11434,80	0,48	0,76	100	2580,00	0,15	0,37	28,50
A008-2	33,60	101	9,97	90	5960,00	0,47	0,41	100	6020,00	0,28	0,60	31,40
A008-3	31,20	94	15,00	72	2980,00	0,39	0,26	112	7300,00	0,35	0,37	29,40
A008-4	30,00	90	19,92	70	2020,00	0,56	0,78	113	6640,00	0,37	0,44	28,50

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A008-1	9,56	2,72	0,54	1,03	10,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,26	2,7	0,0	0,0	0,0	0,0	8,28	29,04	86,54	2,72	9,53	100,00	0,54	1,89	99,98
A008-2	9,65	2,74	0,54	0,54	5,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,60	6,2	0,0	0,0	0,0	0,0	8,51	27,11	88,20	2,74	8,73	100,00	0,54	1,73	99,98
A008-3	8,96	2,55	0,51	0,21	2,4	0,0	0,0	0,0	0,0	0,82	9,1	0,0	0,0	0,0	0,0	7,93	26,97	88,48	2,55	8,66	100,00	0,51	1,72	99,99
A008-4	8,62	2,45	0,49	0,14	1,6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,75	8,7	0,0	0,0	0,0	0,0	7,72	27,10	89,65	2,45	8,59	100,00	0,49	1,70	99,98



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Cantidad de amoniaco (g)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A009-1	50,00	150	7,50	135	4650	19,8	0,04	85	1450	0,12	0,02	35,20
A009-2	50,10	150	15,67	140	4650	19,8	0,04	90	1450	0,12	0,02	35,27
A009-3	50,10	150	23,51	134	4750	7,48	0,03	60	1700	0,24	0,01	35,27
A009-4	30,50	92	23,51	96	4650	1,25	0,03	64	960	0,16	0,01	20,89

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A009-1	6,09	4,12	0,83	0,63	10,3	0,00	0,10	0,00	0,00	0,12	2,0	0,00	0,00	0,00	0,00	5,34	15,17	87,67	4,12	11,70	99,93	0,83	2,36	100,00
A009-2	6,10	4,13	0,83	0,65	10,7	0,00	0,10	0,00	0,00	0,13	2,1	0,00	0,00	0,00	0,00	5,32	15,09	87,19	4,13	11,70	99,93	0,83	2,36	100,00
A009-3	6,10	4,13	0,83	0,64	10,4	0,00	0,00	0,00	0,00	0,10	1,7	0,00	0,00	0,00	0,00	5,36	15,21	87,90	4,13	11,71	99,98	0,83	2,36	100,00
A009-4	3,72	2,51	0,51	0,45	12,0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,06	1,7	0,00	0,00	0,00	0,00	3,21	15,36	86,33	2,51	12,04	99,99	0,51	2,43	100,00

## Ficha técnica #29

Número de ensayos: A010  
 Título de los ensayos: Tostación y lixiviación en agua  
 Tipo de ensayos: Tostación y lixiviación en agua  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos originales (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha:

Objetivo: Evaluar la lixiviación de la escoria de incombustos tostada con NaCl y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

### Condiciones de operación

<b>Tipo de muestra</b>		Escoria de incombustos previamente tostadas					
<b>Tiempo de tostación (h)</b>		2					
<b>Agentes presentes en la tostación</b>		NaCl, Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>					
<b>Temperatura de la tostación (°C)</b>		<b>200</b>	<b>300</b>	<b>400</b>	<b>500</b>	<b>600</b>	<b>900</b>
<b>Cantidad de NaCl en la muestra total</b>	18%	A010-1	A010-2	A010-3	A010-4	A010-5	A010-6
<b>Cantidad de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en la muestra total</b>	18%	A010-7	A010-8	A010-9	A010-10	A010-11	A010-12
<b>Cantidad de NaCl y Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en la muestra total</b>	22% Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 22% NaCl	A010-13	A010-14	A010-15	A010-16	A010-17	A010-18
<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>		750					
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		24					
<b>Porcentaje de sólidos (%)</b>		25					
<b>Agente lixivante</b>		H <sub>2</sub> O					
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		25					

### Concentración de los minerales en el material original

Numero de lote	Vanadio (%)	Níquel (%)	Hierro (%)
Lote 1	28,72	8,16	1,62



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de solución (mL)	Cantidad de agente (g)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A010-1	31,20	90	5,20	75	3088,00	59,00	7,25	100	752,00	14,00	0,94	31,13
A010-2	30,50	100	5,00	80	839,56	218,40	6,14	100	338,24	35,70	1,93	30,26
A010-3	30,90	100	5,00	83	1000,00	270,00	7,09	100	875,00	22,00	0,55	29,81
A010-4	30,30	104	5,20	87	1800,00	167,40	1,77	100	106,80	27,60	0,09	29,82
A010-5	30,60	30	5,40	20	1280,00	460,00	0,44	15	610,00	217,20	0,20	9,00
A010-6	30,50	13	5,30	13	1770,00	425,00	0,59	20	640,00	90,40	0,26	10,00
A010-7	30,80	90	5,10	75	3500	27,9	4,869	100	1140	5,7	1,01	29,86
A010-8	30,10	100	5,70	80	4440	22,5	4,08	100	1925	5,7	1,15	28,55
A010-9	30,20	100	5,00	10	18780	21,6	10,1	92	7440	9,6	0,36	26,77
A010-10	30,60	100	5,00	90	8283	33	0,35	73	2105	22,9	0,19	24,69
A010-11	30,00	15	5,50	10	28520	213	0,76	10	5560	59	0,35	25,00
A010-12	30,50	28	5,30	28	3560	17	0,63	20	720	4,13	0,23	21,50
A010-13	29,60	90	5,40-5,00	77	800,00	214,20	4,92	100	230,00	5,02	1,22	29,13
A010-14	30,30	100	5,70-5,20	80	9170,00	88,80	5,60	100	2015,00	16,00	0,86	28,89
A010-15	30,70	100	5,00-5,00	82	11070,00	74,00	3,90	100	1612,50	16,00	0,32	27,27
A010-16	30,40	120	5,10-6,40	105	5640,00	52,00	0,49	100	4800,00	64,00	0,22	28,91
A010-17	30,30	15	5,10-5,00	8	37778,00	1001,60	1,08	17	6890,00	86,40	0,33	24,00
A010-18	30,60	15	6,80-6,80	15	14620,00	284,00	1,26	20	3160,00	62,00	0,50	24,10

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A010-1	8,96	2,55	0,51	0,23	2,58	0,00	0,17	0,00	0,11	0,08	0,84	0,00	0,05	0,00	0,02	8,65	27,80	96,58	2,54	8,16	97,45	0,50	1,62	99,87
A010-2	8,76	2,49	0,49	0,07	0,77	0,02	0,70	0,00	0,10	0,03	0,39	0,00	0,14	0,00	0,04	8,66	28,62	98,85	2,47	8,16	97,51	0,49	1,63	99,86
A010-3	8,87	2,52	0,50	0,08	0,94	0,02	0,89	0,00	0,12	0,09	0,99	0,00	0,09	0,00	0,01	8,70	29,20	98,08	2,50	8,38	97,48	0,50	1,68	99,87
A010-4	8,70	2,47	0,49	0,16	1,80	0,01	0,59	0,00	0,03	0,01	0,12	0,00	0,11	0,00	0,00	8,53	28,62	98,08	2,46	8,23	97,53	0,49	1,65	99,97
A010-5	8,79	2,50	0,50	0,03	0,29	0,01	0,37	0,00	0,00	0,06	0,69	0,00	0,13	0,00	0,00	8,70	96,69	99,01	2,48	27,61	97,50	0,50	5,51	100,00
A010-6	8,76	2,49	0,49	0,02	0,26	0,01	0,22	0,00	0,00	0,06	0,73	0,00	0,07	0,00	0,00	8,67	86,73	99,01	2,48	24,81	97,51	0,49	4,94	100,00
A010-7	8,85	2,51	0,50	0,26	2,97	0,00	0,08	0,00	0,07	0,11	1,29	0,00	0,02	0,00	0,02	8,47	28,36	95,74	2,51	8,41	97,49	0,50	1,67	99,91
A010-8	8,64	2,46	0,49	0,36	4,11	0,00	0,07	0,00	0,07	0,19	2,23	0,00	0,02	0,00	0,02	8,10	28,36	93,66	2,45	8,59	97,54	0,49	1,71	99,91
A010-9	8,67	2,46	0,49	0,19	2,19	0,00	0,01	0,00	0,02	0,74	8,58	0,00	0,04	0,00	0,01	7,74	28,91	89,24	2,46	9,20	97,54	0,49	1,83	99,97
A010-10	8,79	2,50	0,50	0,75	8,48	0,00	0,12	0,00	0,01	0,21	2,40	0,00	0,07	0,00	0,00	7,83	31,72	89,12	2,49	10,09	97,50	0,50	2,01	99,99
A010-11	8,62	2,45	0,49	0,29	3,31	0,00	0,09	0,00	0,00	0,56	6,45	0,00	0,02	0,00	0,00	7,77	155,50	90,24	2,45	48,91	97,55	0,49	9,72	100,00
A010-12	8,76	2,49	0,49	0,27	3,05	0,00	0,02	0,00	0,00	0,07	0,82	0,00	0,00	0,00	0,00	8,42	561,37	96,13	2,49	165,88	97,51	0,49	32,94	100,00
A010-13	8,50	2,42	0,48	0,06	0,72	0,02	0,68	0,00	0,08	0,02	0,27	0,00	0,02	0,00	0,03	8,42	28,89	99,00	2,40	8,23	97,58	0,48	1,64	99,90
A010-14	8,70	2,47	0,49	0,73	8,43	0,01	0,29	0,00	0,09	0,20	2,32	0,00	0,06	0,00	0,02	7,77	26,89	89,25	2,46	8,53	97,53	0,49	1,70	99,89
A010-15	8,82	2,51	0,50	0,91	10,30	0,01	0,24	0,00	0,06	0,16	1,83	0,00	0,06	0,00	0,01	7,75	28,41	87,88	2,50	9,16	97,49	0,50	1,82	99,93
A010-16	8,73	2,48	0,49	0,59	6,78	0,01	0,22	0,00	0,01	0,48	5,50	0,01	0,26	0,00	0,00	7,66	26,49	87,72	2,47	8,54	97,52	0,49	1,70	99,99
A010-17	8,70	2,47	0,49	0,30	3,47	0,01	0,32	0,00	0,00	0,69	7,92	0,00	0,06	0,00	0,00	7,71	192,77	88,61	2,46	61,57	97,53	0,49	12,27	100,00
A010-18	8,79	2,50	0,50	0,22	2,50	0,00	0,17	0,00	0,00							8,25	201,29	93,91	2,49	60,77	97,50	0,50	12,09	99,99

### Ficha técnica #30

Número de ensayos: A011  
 Título de los ensayos: Lixiviación salina  
 Tipo de ensayos: Lixiviación salina  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos originales (lote 1)  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha:

Objetivo: Evaluar el efecto lixivante de las soluciones de cloruro de amonio, carbonato de sodio, cloruro de sodio

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación</b>		750	
<b>Tiempo de lixiviación (h)</b>		8	
<b>Porcentaje de sólidos</b>		25	
<b>Tipo de muestra</b>		Escoria de incombustos originales	
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>		<b>50</b>	<b>75</b>
Soluciones de cloruro de amonio (M)	0,5	A011-1	A011-7
	1,0	A011-2	A011-8
	1,5	A011-3	A011-9
	2,0	A011-4	A011-10
	3,0	A011-5	A011-11
	5,0	A011-6	A011-12
Soluciones de carbonato de sodio (M)	0,5	A011-13	A011-19
	1,0	A011-14	A011-20
	1,5	A011-15	A011-21
	2,0	A011-16	A011-22
	3,0	A011-17	A011-23
Soluciones de cloruro de sodio (M)	0,5	A011-25	A011-31
	1,0	A011-26	A011-32
	1,5	A011-27	A011-33
	2,0	A011-28	A011-34
	3,0	A011-29	A011-35
	5,0	A011-30	A011-36

#### Concentración de los minerales en el material original

Numero de lote	Vanadio (%)	Níquel (%)	Hierro (%)
Lote 1	28,72	8,16	1,62

**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de solución (mL)	Cantidad de agente (g)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (mg/L)			(mL)	Concentración (mg/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
A011-1	30,00	90	2,40	40	57,89	234,23	16,45	50	9,45	7,43	25,34	24,9
A011-2	30,00	90	4,80	43	67,89	342,23	20,34	50	1,02	9,34	32,23	23,7
A011-3	30,00	90	7,20	41	89,89	523,34	35,34	49	1,23	10,23	45,34	21,51
A011-4	30,00	90	9,60	44	30,00	505,00	39,08	52	0,60	9,48	69,50	23,7
A011-5	30,00	90	18,00	44	31,50	100,30	110,00	44	7,20	15,40	25,31	25,5
A011-6	30,00	90	27,00	52	29,00	63,80	19,61	50	1,40	12,30	3,42	26,4
A011-7	30,00	90	1,94	30	98,67	456,46	23,54	45	10,56	16,34	11,23	24,15
A011-8	30,00	90	4,28	35	102,54	667,56	67,45	45	10,23	15,34	35,34	22,99
A011-9	30,00	90	6,16	40	102,45	789,88	56,45	44	4,32	35,56	78,45	20,86
A011-10	30,00	90	8,64	39	76,76	578,56	48,56	57	5,64	15,75	70,56	22,99
A011-11	30,00	90	19,80	38	60,56	245,65	178,78	40	25,34	18,56	56,34	24,74
A011-12	30,00	90	29,70	46	60,67	89,35	20,65	45	20,32	20,54	5,98	25,61
A011-13	33,46	100	5,30	80	15480,00	0,51	2,38	100	6850,00	0,11	0,18	28,78
A011-14	33,35	100	10,66	80	17700,00	0,53	10,10	100	3390,00	0,14	0,78	28,31
A011-15	33,52	101	15,90	80	23660,00	0,74	25,58	100	4080,00	0,18	13,12	27,25
A011-16	33,95	102	21,52	80	24300,00	1,37	58,83	100	10640,00	0,30	25,79	27,10
A011-17	33,30	100	31,70	96	29889,00	1,94	135,50	100	2590,00	0,87	5,08	32,00
A011-18	33,95	102	21,52	80	30861,00	1,47	19,37	100	11916,80	0,39	7,01	27,10
A011-19	33,29	100	5,37	80	45088,00	0,74	0,28	100	7408,00	0,12	0,16	26,84
A011-20	33,62	101	10,64	80	48026,00	0,99	51,65	100	7040,00	0,20	12,89	24,78
A011-21	33,40	100	15,94	90	43662,00	1,16	201,42	100	8854,00	0,26	70,37	23,94
A011-22	33,43	100	26,85	90	57052,00	2,24	330,80	100	4900,00	0,67	23,28	22,29
A011-23	34,30	103	31,70	100	47304,00	2,13	194,36	100	6480,00	0,17	61,59	33,60
A011-24	30,20	91	53,20	90	31790,00	1,68	165,60	100	8228,00	0,12	28,05	21,50
A011-25	33,93	102	5,40	70	3100,00	3,29	0,15	-	-	-	-	34,05
A011-26	33,73	101	10,62	70	3860,00	40,00	0,50	-	-	-	-	33,89
A011-27	33,89	102	15,60	70	4200,00	50,00	1,00	-	-	-	-	35,66
A011-28	32,96	99	21,41	70	5760,00	70,00	2,08	-	-	-	-	36,48
A011-29	30,50	92	31,85	70	6336,00	77,00	3,11	-	-	-	-	23,18
A011-30	30,00	90	46,71	70	6624,00	86,10	4,58	-	-	-	-	22,80
A011-31	33,90	102	5,32	72	23,40	416,00	6,09	100	2,30	9,00	0,45	31,77
A011-32	33,30	100	10,69	75	20,40	401,00	9,46	100	3,60	11,00	1,34	32,73
A011-33	33,90	102	16,04	72	23,40	416,00	12,97	100	2,30	9,00	0,45	31,77
A011-34	33,00	99	21,38	72	25,80	456,00	9,87	100	2,45	9,80	1,98	31,77
A011-35	33,78	101	32,07	72	25,90	478,98	9,01	100	3,67	10,13	1,56	31,77
A011-36	33,80	101	53,45	72	26,64	501,23	10,12	100	5,02	15,23	1,59	31,77

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra original			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V			Ni			Fe		
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
A011-1	3,65	2,47	0,50	0,00	0,06	0,01	0,38	0,00	0,13	0,00	0,01	0,00	0,02	0,00	0,25	3,65	14,67	99,92	2,46	9,89	99,61	0,50	1,99	99,61
A011-2	3,65	2,47	0,50	0,00	0,08	0,01	0,59	0,00	0,18	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,32	3,65	15,41	99,92	2,46	10,37	99,39	0,50	2,09	99,50
A011-3	3,65	2,47	0,50	0,00	0,10	0,02	0,87	0,00	0,29	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,45	3,65	16,97	99,90	2,45	11,40	99,11	0,49	2,30	99,26
A011-4	3,65	2,47	0,50	0,00	0,04	0,02	0,90	0,00	0,35	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,73	3,65	15,41	99,96	2,45	10,34	99,08	0,49	2,08	98,93
A011-5	3,65	2,47	0,50	0,00	0,04	0,00	0,18	0,00	0,97	0,00	0,01	0,00	0,03	0,00	0,22	3,65	14,32	99,95	2,47	9,68	99,79	0,49	1,93	98,81
A011-6	3,65	2,47	0,50	0,00	0,04	0,00	0,13	0,00	0,20	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,03	3,65	13,84	99,96	2,47	9,35	99,84	0,50	1,88	99,76
A011-7	3,65	2,47	0,50	0,00	0,08	0,01	0,55	0,00	0,14	0,00	0,01	0,00	0,03	0,00	0,10	3,65	15,12	99,91	2,46	10,18	99,42	0,50	2,06	99,76
A011-8	3,65	2,47	0,50	0,00	0,10	0,02	0,94	0,00	0,47	0,00	0,01	0,00	0,03	0,00	0,32	3,65	15,88	99,89	2,45	10,65	99,03	0,49	2,15	99,21
A011-9	3,65	2,47	0,50	0,00	0,11	0,03	1,28	0,00	0,45	0,00	0,01	0,00	0,06	0,00	0,69	3,65	17,49	99,88	2,44	11,70	98,66	0,49	2,36	98,85
A011-10	3,65	2,47	0,50	0,00	0,08	0,02	0,91	0,00	0,38	0,00	0,01	0,00	0,04	0,00	0,81	3,65	15,88	99,91	2,45	10,66	99,05	0,49	2,14	98,81
A011-11	3,65	2,47	0,50	0,00	0,06	0,01	0,38	0,01	1,36	0,00	0,03	0,00	0,03	0,00	0,45	3,65	14,76	99,91	2,46	9,96	99,59	0,49	1,98	98,18
A011-12	3,65	2,47	0,50	0,00	0,08	0,00	0,17	0,00	0,19	0,00	0,03	0,00	0,04	0,00	0,05	3,65	14,26	99,90	2,47	9,64	99,80	0,50	1,94	99,76
A011-13	9,61	2,73	0,54	1,24	12,89	0,00	0,00	0,00	0,04	0,69	7,13	0,00	0,00	0,00	0,00	7,69	26,71	79,99	2,73	9,49	100,00	0,54	1,88	99,96
A011-14	9,58	2,72	0,54	1,42	14,78	0,00	0,00	0,00	0,15	0,34	3,54	0,00	0,00	0,00	0,01	7,82	27,64	81,68	2,72	9,61	100,00	0,54	1,91	99,84
A011-15	9,63	2,74	0,54	1,89	19,66	0,00	0,00	0,00	0,38	0,41	4,24	0,00	0,00	0,00	0,24	7,33	26,88	76,10	2,73	10,04	100,00	0,54	1,98	99,38
A011-16	9,75	2,77	0,55	1,94	19,94	0,00	0,00	0,00	0,86	1,06	10,91	0,00	0,00	0,00	0,47	6,74	24,88	69,15	2,77	10,22	99,99	0,54	2,00	98,68
A011-17	9,56	2,72	0,54	2,87	30,00	0,00	0,01	0,01	2,41	0,26	2,71	0,00	0,00	0,00	0,09	6,44	20,11	67,29	2,72	8,49	99,99	0,53	1,64	97,49
A011-18	9,75	2,77	0,55	2,47	25,32	0,00	0,00	0,00	0,28	1,19	12,22	0,00	0,00	0,00	0,13	6,09	22,47	62,46	2,77	10,22	99,99	0,55	2,02	99,59
A011-19	9,56	2,72	0,54	3,61	37,73	0,00	0,00	0,00	0,00	0,74	7,75	0,00	0,00	0,00	0,00	5,21	19,42	54,52	2,72	10,12	100,00	0,54	2,01	99,99
A011-20	9,66	2,74	0,54	3,84	39,79	0,00	0,00	0,00	0,76	0,70	7,29	0,00	0,00	0,00	0,24	5,11	20,62	52,92	2,74	11,07	100,00	0,54	2,18	99,00
A011-21	9,59	2,73	0,54	3,93	40,97	0,00	0,00	0,02	3,35	0,89	9,23	0,00	0,00	0,01	1,30	4,78	19,96	49,80	2,73	11,38	100,00	0,52	2,16	95,35
A011-22	9,60	2,73	0,54	5,13	53,48	0,00	0,01	0,03	5,50	0,49	5,10	0,00	0,00	0,00	0,43	3,98	17,84	41,41	2,73	12,24	99,99	0,51	2,29	94,07
A011-23	9,85	2,80	0,56	4,73	48,02	0,00	0,01	0,02	3,50	0,65	6,58	0,00	0,00	0,01	1,11	4,47	13,31	45,40	2,80	8,33	99,99	0,53	1,58	95,39
A011-24	8,67	2,46	0,49	2,86	32,99	0,00	0,01	0,01	3,05	0,82	9,49	0,00	0,00	0,00	0,57	4,99	23,21	57,53	2,46	11,46	99,99	0,47	2,19	96,38
A011-25	9,74	2,77	0,55	0,22	2,23	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9,53	27,99	97,77	2,77	8,13	99,99	0,55	1,61	100,00
A011-26	9,69	2,75	0,55	0,27	2,79	0,00	0,10	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9,42	27,78	97,21	2,75	8,11	99,90	0,55	1,61	99,99
A011-27	9,73	2,77	0,55	0,29	3,02	0,00	0,13	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9,44	26,47	96,98	2,76	7,75	99,87	0,55	1,54	99,99
A011-28	9,47	2,69	0,53	0,40	4,26	0,00	0,18	0,00	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	9,06	24,84	95,74	2,68	7,36	99,82	0,53	1,46	99,97
A011-29	8,76	2,49	0,49	0,44	5,06	0,01	0,22	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	8,32	35,88	94,94	2,48	10,71	99,78	0,49	2,13	99,96
A011-30	8,62	2,45	0,49	0,46	5,38	0,01	0,25	0,00	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	8,15	35,76	94,62	2,44	10,71	99,75	0,49	2,13	99,93
A011-31	9,74	2,77	0,55	0,00	0,02	0,03	1,08	0,00	0,08	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	9,73	30,64	99,98	2,74	8,61	98,88	0,55	1,73	99,91
A011-32	9,56	2,72	0,54	0,00	0,02	0,03	1,11	0,00	0,13	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,02	9,56	29,22	99,98	2,69	8,21	98,85	0,54	1,65	99,84
A011-33	9,74	2,77	0,55	0,00	0,02	0,03	1,08	0,00	0,17	0,00	0,00	0,00	0,03	0,00	0,01	9,73	30,64	99,98	2,74	8,61	98,88	0,55	1,73	99,82
A011-34	9,48	2,69	0,53	0,00	0,02	0,03	1,22	0,00	0,13	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,04	9,48	29,83	99,98	2,66	8,37	98,74	0,53	1,68	99,83
A011-35	9,70	2,76	0,55	0,00	0,02	0,03	1,25	0,00	0,12	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,03	9,70	30,53	99,98	2,72	8,57	98,71	0,55	1,72	99,85
A011-36	9,71	2,76	0,55	0,00	0,02	0,04	1,31	0,00	0,13	0,00	0,01	0,00	0,06	0,00	0,03	9,70	30,55	99,98	2,72	8,56	98,64	0,55	1,72	99,84



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte			Solución débil			Peso torta (g)		
				(mL)	Concentración (g/L)			(mL)	Concentración (g/L)			
					V	Ni	Fe		V		Ni	Fe
AAT1-1	20,00	60	12	45	26,45	6,22	1,23	50	12,09	1,12	0,02	15,80
AAT1-2	20,00	60	12	47	27,45	6,06	2,02	50	12,39	1,17	0,03	16,20
AAT1-3	20,00	60	12	47	29,23	6,17	2,05	50	12,32	1,04	0,03	15,60
AAT1-4	20,00	60	12	39	32,78	7,56	2,51	50	14,48	1,12	0,03	15,52
AAT1-5	20,00	60	12	39	32,76	7,95	2,72	50	14,75	1,19	0,03	16,64

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec
	AAT1-1	5,74	1,63	0,32	1,19	20,72	0,28	17,16	0,06	17,13	0,60	10,52	0,06	3,43	0,00	0,31	3,95	25,00	68,75	1,30	8,20	79,41	0,27	1,69
AAT1-2	5,74	1,63	0,32	1,29	22,46	0,29	17,46	0,09	29,30	0,62	10,79	0,06	3,58	0,00	0,39	3,83	23,67	66,75	1,29	7,95	78,95	0,23	1,41	70,31
AAT1-3	5,74	1,63	0,32	1,37	23,92	0,29	17,77	0,10	29,74	0,62	10,72	0,05	3,19	0,00	0,45	3,75	24,07	65,36	1,29	8,27	79,04	0,23	1,45	69,81
AAT1-4	5,74	1,63	0,32	1,28	22,26	0,30	18,08	0,10	30,21	0,72	12,60	0,06	3,43	0,00	0,46	3,74	24,11	65,14	1,28	8,25	78,49	0,22	1,45	69,32
AAT1-5	5,74	1,63	0,32	1,28	22,24	0,31	19,00	0,11	32,74	0,74	12,84	0,06	3,65	0,00	0,52	3,73	22,41	64,92	1,26	7,59	77,36	0,22	1,30	66,73

### Ficha técnica #32

Número de ensayos: ABT1  
 Título de los ensayos: Optimización del tiempo de lixiviación.  
 Tipo de ensayos: Optimización de condiciones.  
 Tipo de muestras: Escoria de incombustos  
 Número de muestra: RM-5575 Fecha:

Objetivo: Observar la disolución de los metales de interés en la solución.

#### Condiciones de operación

<b>Velocidad de agitación (rpm)</b>	750	
<b>Temperatura de lixiviación (°C)</b>	75	
<b>Agente lixivante</b>	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> sol	
<b>Concentración de la solución (M)</b>	2	
<b>Tipo de muestra</b>	Torta de escoria de incombustos original proveniente de la lixiviación con 200 g/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol a 75°C	
<b>Porcentaje de sólidos</b>	25	
<b>Tiempo de lixiviación (horas)</b>	<b>0,5</b>	ABT1-1
	<b>4</b>	ABT1-2
	<b>8</b>	ABT1-3
	<b>10</b>	ABT1-4
	<b>24</b>	ABT1-5

#### Concentración de los minerales en el material

<b>Tipo de muestra</b>	<b>Vanadio (%)</b>	<b>Níquel (%)</b>	<b>Hierro (%)</b>
Torta de escoria de incombustos original proveniente de la lixiviación con 200 g/l H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> sol a 75°C	22,41	7,59	1,30



**Resultado de los ensayos:**

Ensayo	Peso muestra (g)	Volumen de agua en solución (mL)	Volumen de ácido añadido (mL)	Solución fuerte				Solución débil				Peso torta (g)
				(mL)	Concentración (g/L)			(mL)	Concentración (g/L)			
					V	Ni	Fe		V	Ni	Fe	
ABT1-1	20,00	60	12	45	26,45	0,00	0,13	50	12,09	0,00	0,02	15,80
ABT1-2	20,00	60	12	47	37,45	0,00	0,22	50	14,39	0,00	0,03	16,20
ABT1-3	20,00	60	12	47	39,23	0,00	0,31	50	17,32	0,00	0,03	15,60
ABT1-4	20,00	60	12	39	44,78	0,00	0,36	50	19,48	0,00	0,03	15,52
ABT1-5	20,00	60	12	39	45,78	0,00	0,36	50	18,75	0,00	0,03	16,64

**Balance metalúrgico:**

Ensayo	Contenido en muestra calcinada			Solución Fuerte						Solución Débil						Torta								
	V	Ni	Fe	V		Ni		Fe		V		Ni		Fe		V		Ni		Fe				
	g	g	g	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% Rec	g	% en torta	% Rec	g	% en torta	% Rec			
ABT1-1	4,48	1,52	0,26	1,19	26,56	0,00	0,00	0,01	2,30	0,60	13,49	0,00	0,00	0,00	0,38	2,69	17,01	59,95	1,52	9,60	100,00	0,25	1,60	97,31
ABT1-2	4,48	1,52	0,26	1,76	39,27	0,00	0,00	0,01	3,98	0,72	16,05	0,00	0,00	0,00	0,48	2,00	12,36	44,67	1,52	9,37	100,00	0,25	1,53	95,54
ABT1-3	4,48	1,52	0,26	1,84	41,14	0,00	0,00	0,01	5,61	0,87	19,32	0,00	0,00	0,00	0,56	1,77	11,36	39,54	1,52	9,73	100,00	0,24	1,56	93,84
ABT1-4	4,48	1,52	0,26	1,75	38,97	0,00	0,00	0,01	5,40	0,97	21,73	0,00	0,00	0,00	0,58	1,76	11,35	39,30	1,52	9,78	100,00	0,24	1,57	94,02
ABT1-5	4,48	1,52	0,26	1,79	39,84	0,00	0,00	0,01	5,40	0,94	20,92	0,00	0,00	0,00	0,65	1,76	10,57	39,24	1,52	9,12	100,00	0,24	1,47	93,94