

TITLE

Development and application of an instrument for analysis of iron in laterite ore with the characteristics needed for use in nickel production, (part of a coordinated programme on on-line X-ray and neutron techniques for industrial process control)

FINAL REPORT FOR THE PERIOD

1977-11-01 - 1980-06-30

AUTHOR(S)

Jorge Rivero Vizoso

INSTITUTE

Centro Nacional de Investigaciones
Cientificas
Habana
Cuba

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY

DATE June 1980

CERTIFIED BY: *J.M. Lutz*

Reporte final del Contrato RC 2070/RB- RC 2070/R1/RB.

- a). (i) Número del Contrato 2070/R1/RB.
- (ii) Título del proyecto. Desarrollo y aplicación de un instrumento para el análisis de hierro en el mineral laterítico con las características necesarias para ser utilizado en la producción de níquel.
- (iii) Instituto donde se lleva a cabo la investigación: Centro Nacional de Investigaciones Científicas (CENIC).
- (iv) Investigador principal: Ing. Jorge Rivero Vizoso
- (v) Período de trabajo que se informa:
1º de noviembre de 1977 al 31 de enero de 1980.

b). Descripción de la investigación realizada.-

El trabajo realizado durante la ejecución de este proyecto ha consistido en someter al analizador - radioisotópico de hierro a una serie de pruebas para conocer más profundamente sus características y limitaciones a la hora de cumplir el objetivo para el cual fue diseñado, o sea, realizar en el laboratorio o en la industria la medición del contenido de hierro en el mineral laterítico, todo esto en condiciones ambientales similares a las de su régimen de trabajo al mismo tiempo se han hecho los análisis estadísticos para chequear los resultados alcanzados en los 2 años de trabajo de este proyecto.

En las condiciones de operación se chequeó la exactitud y estabilidad del instrumento con diferentes muestras de contenido de hierro conocido.

El instrumento ha sido chequeado en nuestro laboratorio y en el laboratorio de la propia industria, verificándose la calibración y la operación correcta del mismo.

También se realizaron pruebas de operación en diferentes jornadas de trabajo y a diferentes temperaturas (20°C hasta 40°C aprox.) entre las que podemos señalar la de trabajo continuo de 72 horas a temperatura controlada.

El equipo cumple con los objetivos para los cuales fue concebido, o sea, mide el contenido de hierro en el mineral laterítico directamente en % con un error menor que el 1%. Este analizador de hierro sirve para trabajar en el laboratorio - de análisis o en la propia industria en puntos del proceso - donde las condiciones ambientales no sean críticas, por ejemplo; donde la temperatura no sea demasiado alta u otras. Además, el trabajo pudo comprobarse con detalles en toda su extensión al realizar los trabajos en la industria chequeando aspectos como las calibraciones, precisión, trabajo con diferentes tipos de muestras para ver la influencia de otros elementos en la determinación de Fe, aspectos ambientales, - etc.

c). Resultados obtenidos:

Se tomaron 12 muestras previamente analizadas por vía química con una precisión 0,4%, como patrones para la calibración del prototipo. Se realizaron 10 mediciones de cada una de las muestras y se obtuvo el conteo promedio para cada una de las mismas, así como la desviación típica (standard deviation) y el error relativo. Estos resultados son expresados en la -

(Tabla I. Ref. Prog. Resp. 2070/R1/RB). Posteriormente, se realizó una prueba semejante para dos muestras comprobándose su estabilidad en el régimen de conteos (ver Tabla VII). Se realizó el chequeo de la estabilidad de la calibración al cabo de 3 meses de trabajo con las mismas muestras. Se realizaron diez mediciones en cada caso (Tabla II) (Ref. Prog. 2070/R1/RB). De la misma se observa que no existe variación significativa en la desviación típica, lo que asegura que los resultados del prototipo, en conteos, después de tres meses de trabajo permanecen dentro de los límites fijados por la misma.

En la tabla III (Ref. PR. 2070/RB) se reflejan algunos de los resultados obtenidos en el chequeo de la exactitud para tres muestras de diferentes concentraciones de hierro. De ésta se observa que para los altos por cientos de hierro en las muestras minerales (fue necesario reajustar) la calibración efectuada. El análisis reflejó que era necesario realizar la calibración con un mayor número de muestras patrones.

Posteriormente, en la industria se volvió a calibrar el instrumento utilizando un mayor número de muestras analizadas en paralelo, por el instrumento y por vía química. En la Tabla IV (Ref. PR. 2070/R1/RB) se muestran los resultados del chequeo de la exactitud realizado en la industria.

Para el análisis de la estabilidad del prototipo en el tiempo se tomó una muestra cualquiera y se realizaron cincuenta mediciones con cada una cada día, para un total de 6 días en periodos de 4 horas de trabajo continuo, y los resultados se expresan en la Tabla V (Ref. PR. 2070/R1/RB) se observa de esta tabla que el valor de la precisión (S) permanece prácticamente invariable. En los trabajos realizados en periodos

de 8 horas de trabajo continuo la precisión llegó a ser hasta 0,6 por lo que se recomienda periodos de trabajo continuos no mayores de cuatro horas.

Se realizó una prueba de trabajo continuo durante setenta y dos horas con dos muestras de contenidos de hierro diferentes y algunos de los resultados obtenidos se dan en la Tabla VI (Ref. PR. 2070/R1/RB).

Con el objetivo de chequear la estabilidad de acuerdo a las condiciones ambientales se tomaron dos muestras, una de bajo contenido de hierro y otra de alto contenido y se analizaron con el instrumento.

La humedad relativa se mantuvo aproximadamente en un 85% y se utilizaron dos temperaturas 20°C y 30°C. Se realizaron 80 mediciones en cada caso durante dos días diferentes espaciados 2 meses. Los resultados son mostrados en la tabla - VII. De la tabla se observa que el error relativo Cv es en la generalidad de los casos inferior al 1% tal y como se esperaba.

Una prueba semejante a la anterior fue realizada con el instrumento expresando sus resultados en %. Durante todo el periodo de desarrollo del instrumento se realizaron pruebas semejantes y en las tablas VII y VIII se muestran algunos resultados.

Utilizando una muestra patrón única se repitió la prueba de estabilidad de la operación del instrumento, pero esta vez en un local con atmósfera controlada.

En la fig. 1 se observa la gráfica de temperatura y humedad (tomada con un higrotermógrafo) a la que fue sometido el instrumento. La temperatura siempre fue mantenida alrededor de 25°C con ciertas variaciones y podemos observar las variaciones bruscas de la humedad a que fue sometido, a pesar de eso, el error relativo se elevó como máximo sólo a un 1,25%, verificándose así el trabajo adecuado del instrumento. La prueba se realizó durante seis días consecutivos (sin apagar el instrumento) haciéndose un total de 50 mediciones en cada día espaciadas aleatoriamente. Los resultados observados en la tabla IX muestran el ajuste a una distribución de Gauss.

En la industria se realizaron gran cantidad de pruebas, - chequeos y calibraciones inclusive utilizando un buen número de muestras analizadas por vía química (aproximadamente 500). En dichas pruebas se comprobó que existían algunas muestras que se diferencian en su % medido con el instrumento al obtenido químicamente en un valor superior al de la desviación máxima permisible. Algunos de estos valores son mostrados en la tabla X.

Esta situación condujo a un estudio más profundo, lo que dió como resultado que:


a) Las pruebas se realizaron con diferentes portamuestras y se detectaron diferencias de aproximadamente un milímetro en algunos de estos portamuestras, en la distancia desde el fondo de la muestra hasta el detector. (Ver fig. 1 y 3 del Prog. Rep. 2070/RB).

b) Se estudiaron las muestras (de diferencias % Instr-
Anal. Quím. apreciables) más detalladamente y se com-
probaron diferencias en el contenido de Cr, por lo -
que se prepararon muestras artificiales con diferen-
tes contenidos de Cr y se analizaron con el equipo.
Dos ejemplos se expresan en la tabla XI. Del total de
muestras fue aproximadamente el 1% las que no coinci-
dían (dentro del error permisible).

Conclusiones.-

1. Se realizaron las pruebas finales del prototipo. El error absoluto en todo el rango de medición del instrumento es menor que el 1%.
2. Se determinó que el tiempo óptimo de trabajo del instrumento en condiciones ambientales normales es de 4 horas continuas seguido de periodos de reposo de 1 hora.
3. Las desviaciones de algunas muestras, aproximadamente el 1% del total analizado, en relación con la calibración del instrumento han sido atribuibles a la presencia excesiva del cromo.
4. Los resultados obtenidos en cuanto a la exactitud, precisión y repetibilidad son satisfactorios para su empleo en la industria, ajustándose los resultados a una distribución de Gauss en el análisis estadístico de los mismos.
5. Las unidades electrónicas que componen el instrumento no se han modificado en forma significativa y se han comportado tal y como estaba previsto en el diseño, sin presentar desajustes en su trabajo ante las variaciones de temperatura y humedad a que fue sometido el prototipo.
6. El instrumento puede ser utilizado satisfactoriamente para la determinación de hierro en muestras de mineral laterítico como sustitución del método químico, debido a su bajo costo, sencillez de operación, estabilidad (independientemente que cada cierto tiempo debe cheque-

arse la calibración, como forma de comprobación, utilizando las muestras patrones) precisión y exactitud de los resultados.


Ing. Jorge L. Rivero Vizoso
J'Lab. Electrónica Nuclear
D.T.N. GENIC
Investigador Principal

