

UNIVERSIDAD DE CONCEPCION

Facultad de Ingeniería
Departamento de Ingeniería Metalúrgica

Profesores Patrocinantes

Dr. Igor Wilkomirsky
Prof. Fernando Parada

**Desarrollo del proceso para tratamiento de borras en residuos del
tratamiento de polvos de fundición**

PABLO ELIAS BAHAMONDES BAHAMONDES

Informe de Memoria de Título

Para optar al Título de

Ingeniero Civil Metalúrgico

Noviembre, 2017

AGRADECIMIENTOS

Sin lugar a dudas este logro se lo agradezco a Dios primeramente y a mi hermosa familia que cada día, semana a semana y mes a mes me fueron apoyando con amor y cariño.

Mis agradecimientos a la Casa de Estudios Universidad de Concepción, que me formó como profesional, a los Docentes, personal del Departamento de Ingeniería Metalúrgica y en especial a quienes fueron mis profesores patrocinantes el Sr: Fernando Parada y el Sr: Igor Wilkomirsky por su confianza y dirección en el proceso.

Agradecer a todas las personas que estuvieron en el desarrollo de todos estos años en la universidad, a mis amigos quienes compartí un millón de veces en el deporte y más, y a todos quienes me hicieron crecer como persona y ser humano.



RESUMEN

El presente estudio se enmarca dentro de un proyecto para desarrollar, a escala laboratorio, un proceso para el tratamiento de polvos de fundición de cobre y residuos de lixiviación ("burras") de la planta Ecometales de Codelco. Esta investigación corresponde a uno de los proyectos semilla del centro de excelencia internacional SM-ICE Chile que es financiado por Corfo.

El objetivo de esta memoria fue evaluar experimentalmente el proceso propuesto para el tratamiento de las burras. El proceso considera una primera etapa de eliminación de impurezas volátiles como arsénico y antimonio mediante el proceso de sulfidización- volatilización y posteriormente una etapa de tostación sulfatante u oxisulfatante para la recuperación del cobre mediante lixiviación, dejando el plomo en el residuo como sulfato insoluble.

En este trabajo se evaluó la temperatura y tipo de agente sulfidizante, manteniendo fija la razón azufre/burras con un 200% de exceso de azufre sobre el estequiométrico y una atmósfera neutra (N₂).[1]

Los resultados de mezcla de burras con azufre elemental como agente sulfidizante, muestran que la temperatura de volatilización más eficiente se encuentra a 800°C, obteniendo remociones de 93,55% para arsénico, 52,11% para antimonio y 48,96% para bismuto.

Temperaturas	% Volatilización		
	As	Sb	Bi
700	84,45	49,39	46,13
750	84,66	46,67	44,74
800	93,55	52,11	48,96

Para las pruebas de tostación la mejor extracción de cobre se logra a 680°C con un tiempo de 6 horas, un flujo de aire de 0.5 L/min, con una composición del gas de 10% de O₂, 10% de SO₂ y 80% de N₂.

Al emplear las mismas condiciones de tostación para la muestra de borra sin volatilizar, se obtiene el mismo nivel de extracción de cobre, sin embargo la volatilización no es eficiente, de manera que no se recomienda utilizar ese método de forma directa para las borras.

Para las pruebas de lixiviación de las borras sultatadas se empleó un test estándar con una concentración de ácido sulfúrico de 25g/L, temperatura de 25°C a 300 rpm. La variación de temperatura de lixiviación de 25°C a 90°C no representa una gran variación en la extracción de cobre.

El empleo de concentrado de cobre como agente sulfidizante resultó ser el más eficiente con respecto a la recuperación global de cobre con un 97,42% y una volatilización de arsénico de 72,02%, 45,93% para el bismuto y 89,69% para el antimonio.



ABSTRACT

The present study is part of a project to develop, on a laboratory scale, a process for the treatment of smelter dusts and leach residues ("lees") from Codelco's Ecometales plant. This research corresponds to one of the Seeds Projects of the Center international excellence SM-ICE Chile financed by Corfo.

The objective of this research was to evaluate experimentally the process proposed for the treatment of "lees". The proposed process considers a first stage of elimination of volatile impurities such as arsenic and antimony by sulfidization-volatilization followed by a sulfation or oxisulphatant roasting stage for the recovery of copper by further leaching, leaving the lead in the residue as insoluble sulfate.

In the first stage, the experimental conditions are based on previous studies applied to smelter dust. The temperature and the sulfidizing agent were evaluated, maintaining the sulfur / lees weight ratio with a 200% excess of sulfur over the stoichiometric and a neutral atmosphere (nitrogen).[1]

Results shows that the most efficient volatilization temperature is 800°C, with removals of 93.55% As, 52.11% Sb and 48.96% Bi.

Temperatures	% Volatilization		
	As	Sb	Bi
700	84,45	49,39	46,13
750	84,66	46,67	44,74
800	93,55	52,11	48,96

For roasting tests the best copper extraction is achieved at 680 °C with for 6 hours, an air flow of 0.5 l / min, with a gas composition of 10% O₂, 10% SO₂ and 80% of N₂.

When using the same roasting conditions for the sample of volatile without volatilizing, the same level of copper extraction is obtained, however the volatilization is not efficient, so it is not recommended to use this method directly for the waste.

A standard test with a sulfuric acid concentration of 25 g /l, temperature 25 °C to 300 rpm was used for the leaching tests of the leach residues. The leaching temperature variation from 25°C to 90°C does not produce a significant variation in copper recovery from the sulphated calcines.

The use of copper concentrate as sulfidizing agent it was the most efficient with respect to copper recovery with 97.42% extraction and a volatilization of 72,02% for arsenic, 45,93% for bismuth and 89,69% for antimony.



NOMENCLATURA

%	: Porcentaje en tanto por ciento
T° C	: Temperatura Celsius
kg	: Kilogramo
mg	: miligramo
(s), (l), (g)	: Estados de la materia sólido, líquido y gaseoso, respectivamente
s	: Segundo
%p/p	: porcentaje en peso
%v/v	: porcentaje en volumen
As	: Arsénico
Cu	: Cobre
Fe	: Hierro
Sb	: Antimonio
Bi	: Bismuto
Pb	: Plomo
h	: Hora
min	: Minuto
l	: Litro



ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN.....	11
1.1 Justificación	11
1.2 Objetivos	13
1.2.1 Objetivo general.....	13
1.2.2 Objetivos específicos.....	13
2. ANTECEDENTES TEÓRICOS	14
2.1 Tratamiento de concentrados de cobre	14
2.2 Descripción de los procesos de tratamiento de polvos metalúrgicos de la división Chuquicamata.....	16
2.3 Tratamiento de polvos metalúrgicos mediante el proceso sulfatación-Volatilización.....	18
2.3.1 Sulfidización	18
2.3.2 Volatilización.....	19
2.4 Proceso de tostación de sulfuros	20
2.4.1 Tipos de tostación	21
2.4.2 Diagramas ternarios de estabilidad de fases del sistema Cu-S-O.....	23
2.5 Lixiviación de calcinas de tostación.....	28
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL	30
3.1 Descripción pruebas experimentales.....	30
3.2 Descripción equipos.....	31
3.2.1 Sulfatación-Volatilización.....	31
3.2.2 Tostación.....	33
3.2.3 Equipos y materiales de Lixiviación	36
3.3 Procedimiento experimental	37
3.3.1 Sulfidización-Volatilización	37
3.3.2 Tostación.....	38
3.3.3 Lixiviación	39
3.4 Condiciones experimentales	40
3.4.1 Pruebas de sulfidización	40
3.4.2 Pruebas de volatilización	40
3.4.3 Pruebas de tostación.....	41
3.4.4 Pruebas de lixiviación.....	42

4. RESULTADOS Y DISCUSION.....	43
4.1 Caracterización química de las borras	43
4.2 Pruebas sulfidización y volatilización.....	44
4.3 Pruebas de tostación- Lixiviación.....	45
4.2.1 Cinética de tostación a 680°C	46
4.2.2 Efecto de la temperatura de tostación	48
4.2.3 Efecto del %SO ₂ en tostación	50
4.2.4 Efecto del agente sulfidizante en el proceso global sulfidización – volatilización - tostación - lixiviación	51
4.2.5 Efecto de la temperatura de lixiviación	54
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	56
5.1 Conclusiones	56
5.2 Recomendaciones	57
6. BIBLIOGRAFIA	58
7. ANEXOS.....	60
7.1 Preparación de muestras pruebas de sulfidización/ volatilización	60
7.2 Preparación del montaje	60
7.3 Ejecución de pruebas.....	60
7.4 Ejemplo de cálculos.....	61
7.5 Excel cálculo 200% exceso estequiométrico de borras.	62
7.6 Tablas resultados	63

Índice de figuras

Figura 1. Esquema del procesamiento de minerales sulfurados de cobre	14
Figura 2: Proceso de lixiviación de polvos de fundición y recuperación de cobre, Ecometales. (Fuente: http://www.ecometales.cl/operaciones-y-proyectos/lixiviacion-de-polvos-de-fundicion-ntp/)	17
Figura 3 Presiones de vapor para diferentes óxidos y sulfuros del grupo Va ^[12]	20
Figura 4 : Diagrama de estabilidad de fases de los sistemas Cu-S-O, Fe-S-O, Zn-S-O y Pb-S-O a 680°C. ^[16]	26
Figura 5: Diagrama cuaternario Cu-Fe-S-O a 800°C ^[17]	27
Figura 6: Diagrama E-pH para el sistema Cu-S-H ₂ O a 25 °C. ^[21]	29
Figura 7: Prensa de compresión.	31
Figura 8: Reactor tubular horizontal.....	32
Figura 9: Horno desoxidante.....	32
Figura 10: Esquema de sistema de estudio sulfidización-volatilización.....	33
Figura 11: Perfil de temperatura de horno de reacción.	34
Figura 12: Esquema de sistema de tostación.	35
Figura 13: Crisol luego del proceso de tostación.	35
Figura 14: Montaje de lixiviación.	36
Figura 15: Pellet formado con mezcla de borra y azufre, diámetro 2,3 cm y 2,7 cm de alto.	37
Figura 16: Porcentaje de extracción de Cu mediante lixiviación a 25° C, 25g/l H ₂ SO ₄ , Razón S/L= 10g/150ml.....	47

Índice de tablas

Tabla 1: Condiciones experimentales de la etapa de tostación.....	41
Tabla 2: Condiciones de lixiviación.	42
Tabla 3: Análisis químico borras de polvos de fundición (FRX).....	43
Tabla 4: Composición de la calcinas resultante de las pruebas de sulfidización- volatilización.....	44
Tabla 5: Resultados de prueba volatilización a temperatura de 700°C, 750°C y 800°C	45
Tabla 6: Análisis químico de las calcinas obtenidas en las etapas de sulfidización- volatilización a 800 °C (laboratorio Dimet).	46
Tabla 7: Resultados extracción de Cu a 680°C y posterior lixiviación a 25°C.	46
Tabla 8: Disolución de otros elementos en la etapa de lixiviación en función del tiempo de tostación.....	47
Tabla 9: Caracterización del residuo final de lixiviación.	48
Tabla 10: Extracción de cobre para efecto en la temperatura de tostación.	48
Tabla 11: Extracción de otros elementos en función de la temperatura de tostación.	49
Tabla 12: Caracterización del residuo final.....	49
Tabla 13: Efecto de la presión parcial de SO ₂ en la extracción de cobre.	50
Tabla 14: Composición química del concentrado de cobre empleado.	51
Tabla 15: Extracción de cobre por lixiviación de las calcinas, tostación de borras y mezcla de borras con concentrado, a 680°C.	52
Tabla 16: Composición inicial y final de calcinas de tostación.	52
Tabla 17: Resultados de volatilización en tostación sulfatante.	52
Tabla 18: Resultados de extracción de otros elementos analizados en lixivitaciones sin previa Sulfidización- Volatilización. Análisis PIS.	53
Tabla 19: Composición del residuo final de lixiviación.	53
Tabla 20: Efecto de la temperatura y tiempo de lixiviación.	54
Tabla 21: Composición del residuo final de lixiviación para las pruebas 7 ^a , 7 ^b , 8 ^a , 8 ^b	55
Tabla 22: Resultados de masa de calcinas de lixiviación.	63
Tabla 23: Resultados de pruebas de lixiviación estándar	64
Tabla 24: Composición Residuos lixiviación pruebas 1-6.....	65
Tabla 25: Composición Residuos lixiviación pruebas 7-9.....	65
Tabla 26: Composición química concentrado experimento 9.....	65

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Justificación

Durante el procesamiento de los concentrados sulfurados de cobre para la obtención de cátodos de cobre se generan diferentes productos secundarios tales como gases de fundición con altas concentraciones de dióxido de azufre, polvos de fundición y escorias. Con respecto a los polvos, además de ser partículas muy finas y que como consecuencia provocan problemas serios para su manejo, son químicamente muy complejos pues contienen una gran variedad de elementos químicos, algunos de valor económico como el zinc, cobre y bismuto, y otros como el arsénico, plomo y cadmio que lo hacen tóxico y difícil de disponer al medio ambiente debido a la legislación ambiental actual.

Los polvos de fundición de cobre representan a todos los materiales particulados de tamaño fino que ha sido arrastrado por los diferentes flujos gaseosos de los procesos pirometalúrgicos de concentrados de cobre.

La remoción de impurezas en el proceso de fusión de cobre se produce mediante oxidación seguido por escorificación o volatilización durante las etapas de fusión, conversión y refinado [2-3]. Los polvos generados durante el proceso de fundición de concentrados de cobre contienen altas concentraciones de SO_4^- y metales pesados que representan un problema serio en la metalurgia mundial, especialmente en Chile, donde algunos concentrados de cobre contienen metales peligrosos para el organismo humano, como el arsénico. Aun cuando las emisiones desde las fundiciones de cobre se han reducido en los años recientes, los problemas ambientales de contaminación de suelos aún son de importancia. Además, las normas ambientales se han vuelto más estrictas, lo cual hace necesario revisar nuevas alternativas de recuperación de metales y tratamiento de polvos metalúrgicos.

El polvo generado durante el proceso de fusión es dependiente del tipo de reactor. El convertidor Teniente genera alrededor del 1 % de su carga como polvo y el proceso

Flash alrededor de 4-10 % [4]. Las grandes cantidades de polvos generados requieren ser tratadas para recuperar los elementos de interés económico contenidos, particularmente el cobre.

Usualmente, las mayores impurezas en los polvos son arsénico (As), plomo (Pb), zinc (Zn), bismuto (Bi) y antimonio (Sb), además con un contenido importante de cobre. El As, Pb y Bi son metales peligrosos con un riesgo potencial de movilización y transferencia hacia otros componentes del ambiente, tales como plantas y aguas subterráneas. Adicionalmente, las impurezas presentes en el proceso, tales como As y Sb, requieren un control especial en la refinera electrolítica para mantener los estándares de calidad de los cátodos [5-6].

La empresa chilena Ecometales Limited (ECL), primera planta industrial en el mundo que estabiliza de manera segura el arsénico y otras impurezas como el antimonio asociadas a la producción de cobre, han hecho una contribución significativa a la minería sustentable en pro del medio ambiente y para la salud de los trabajadores. Para tratar dichos materias ECL cuenta con una planta que se divide en dos áreas productivas: Lixiviación de polvos de fundición para la recuperación de cobre y disolución de arsénico (PTP) y Planta Abatimiento de arsénico y antimonio (P-AAA), la cual estabiliza estas impurezas a la forma de Escorodita amorfa (Patente N° 50423/2014/Chile) [7].

La lixiviación de los polvos de fundición, si bien remueve entre el 50 al 70% del arsénico y extrae hasta el 80% del cobre, generan un residuo (borras) que aún contiene cobre y arsénico, entre otros elementos, y que deben ser recuperados y/o fijados.

La importancia de la recuperación del cobre de estos residuos secundarios radica también, en la disminución del impacto medio ambiental y en el hecho de que el cobre así producido no es distinto del cobre obtenido en el tratamiento de sus materias primas [8].

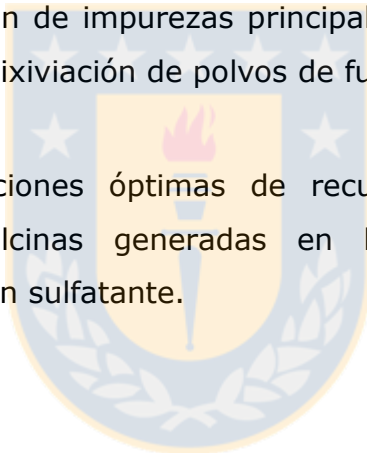
1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Determinar la factibilidad técnica a escala laboratorio para tratar residuos de polvos de fundición (borras), generados en Ecometales mediante los procesos de sulfidización - volatilización y posteriormente de tostación-lixiviación.

1.2.2 Objetivos específicos

- Recopilar información bibliográfica sobre tratamiento de polvos de fundición y sus respectivos residuos.
- Estudiar la volatilización de impurezas principalmente de arsénico, antimonio y bismuto en borras de lixiviación de polvos de fundición de cobre.
- Determinar las condiciones óptimas de recuperación de cobre mediante lixiviación de las calcinas generadas en los procesos de sulfidización-volatilización y tostación sulfatante.



2. ANTECEDENTES TEÓRICOS

2.1 Tratamiento de concentrados de cobre

La vía Pirometalúrgica tradicional para extraer y refinar cobre de sus sulfuros se basa en la transformación química de los concentrados en dos etapas fundamentales: Fusión y Conversión. En la etapa de Fusión se transforman a un eje o mata de cobre y en la etapa de Conversión el eje a metal blanco de cobre y posteriormente a cobre blíster [9].

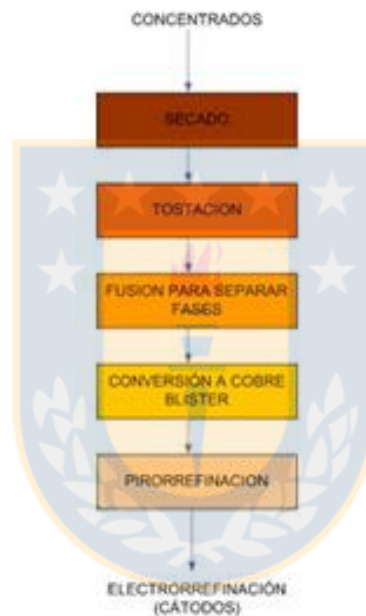


Figura 1. Esquema del procesamiento de minerales sulfurados de cobre

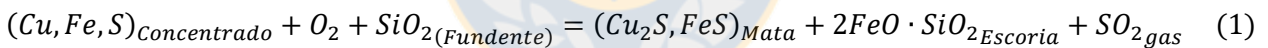
(Fuente: https://www.codelcoeduca.cl/procesos_productivos/tecnicos_fundicion.asp)

El mineral sulfurado con un bajo contenido de cobre debe ser concentrado mediante flotación para su utilización en la fundición, obteniéndose un concentrado de cobre con una ley media de 30% de cobre, el resto de los componentes son azufre y hierro, además de otros elementos presentes como impurezas como lo son el plomo, arsénico y mercurio, entre otros.

El concentrado de cobre es tratado posteriormente mediante fundición, el que corresponde a una etapa de concentración y separación a alta temperatura (1200

°C), donde se transforma la especie mineralógica para liberar la especie metálica de interés junto con la eliminación del hierro y azufre, generando una fase donde se concentra el cobre.

El proceso se inicia con el secado y fusión de los concentrados de cobre. La fusión genera dos fases fundidas con características muy distintas. La mata(o eje) que corresponde a la fase metálica donde se concentra el cobre asociado principalmente a azufre y hierro, junto con metales preciosos (oro, plata y otros sulfuros metálicos como cobalto y níquel), metales del grupo del platino e impurezas como arsénico, antimonio, bismuto y selenio. La segunda es la fase de la escoria que está constituida principalmente por óxidos de hierro y sílice. La formación de estas fases se logra mediante la adición de fundentes y/o escorificantes. El más importante es la sílice, ya que, favorece la formación de una fase oxidada mediante la interacción con los óxidos (principalmente de hierro) generando silicatos poliméricos, los que son la base de la fase escoria. Dado que la sílice es insoluble en la fase sulfuros y las densidades de ambas fases son diferentes, es posible efectuar la separación de estas. La reacción global de fusión puede expresarse en la siguiente forma [10]:



La mata obtenida de la fusión se procesa en convertidores, donde se elimina el hierro y el azufre mediante la oxidación con oxígeno, produciéndose el cobre blíster. La reacción global del proceso se describe de la siguiente manera:



En la conversión se distinguen dos etapas consecutivas de operación, el "soplado a escoria" y el "soplado a cobre".

- Soplado a escoria: Corresponde a la etapa de eliminación del hierro presente en la mata mediante la oxidación de sulfuro de hierro, el que posteriormente es retirado mediante la adición de sílice. En esta etapa se obtiene la denominada escoria fundida fayalítica ($2\text{FeO}\cdot\text{SiO}_2$) y el metal blanco (Cu_2S).
- Soplado a cobre: Corresponde a la etapa final donde se elimina el azufre del metal blanco, obteniéndose finalmente el cobre blíster.

El cobre blíster es luego refinado donde incrementa su contenido de cobre (99,6% Cu), luego es refinado electrolíticamente a cátodos con 99,98% Cu

Los gases de dióxido de azufre (SO_2) generados en la etapa de Fusión y Conversión son captados, separados de los polvos arrastrados y limpiados para utilizarlos en la producción de ácido sulfúrico (H_2SO_4). Mientras las escorias, previo a un tratamiento de recuperación de cobre, se enfrían y se granulan para utilizarlas como material estéril o recuperar parte del cobre.

2.2 Descripción de los procesos de tratamiento de polvos metalúrgicos de la división Chuquicamata

Una alternativa específica usada en la actualidad para recuperar cobre y precipitar el arsénico desde los polvos de fundición es la lixiviación ácida. Este proceso es descrito a continuación.

Los gases provenientes de los procesos de fusión y conversión son captados y enfriados, al mismo tiempo que se separan los polvos en suspensión que son arrastrados. La mayor parte del arsénico se obtiene por enfriamiento del gas. El As_2O_3 contenido en el producto es generalmente entre 10 y 50% [11]. Sin embargo, contenidos mucho más altos pueden ser obtenidos usando precipitadores electrostáticos para remover el polvo. Dicho polvo, luego de la limpieza, es retornado al proceso. El gas limpio que contiene SO_2 todavía contiene trazas de arsénico y otras impurezas que deben ser removidas por lavado con agua o un líquido circulante de

lavado que contiene ácido sulfúrico y por una limpieza final en un precipitador electrostático húmedo. El azufre es usado para producir ácido sulfúrico. Los lodos que contienen arsénico, que se acumulan durante la limpieza húmeda y el tratamiento de efluentes, son recolectados y neutralizados para recuperar materiales valiosos.

En la actualidad, los polvos metalúrgicos son producidos durante el enfriamiento y limpieza de los gases que se generan en el proceso de fundición del concentrado de cobre. Los polvos gruesos, generados en las primeras fases del circuito de enfriamiento, una vez retirados del sistema a través de rastras y elevadores de cachos, son depositados en contenedores, los que posteriormente, con apoyo de grúa horquilla y camiones, son retirados del sector y trasladados hasta la empresa Ecometales para su procesamiento, autorizado mediante Resoluciones de Calificación Ambiental. Por otra parte, los polvos finos del sistema de enfriamiento y limpieza de gases son conducidos por medio de rastras hasta los sistemas de transporte neumático, desde donde son enviados hacia la actual tolva de almacenamiento de polvos, denominada Tolva Tripartita, luego son transportados hasta las instalaciones de Ecometales para su procesamiento.[7]

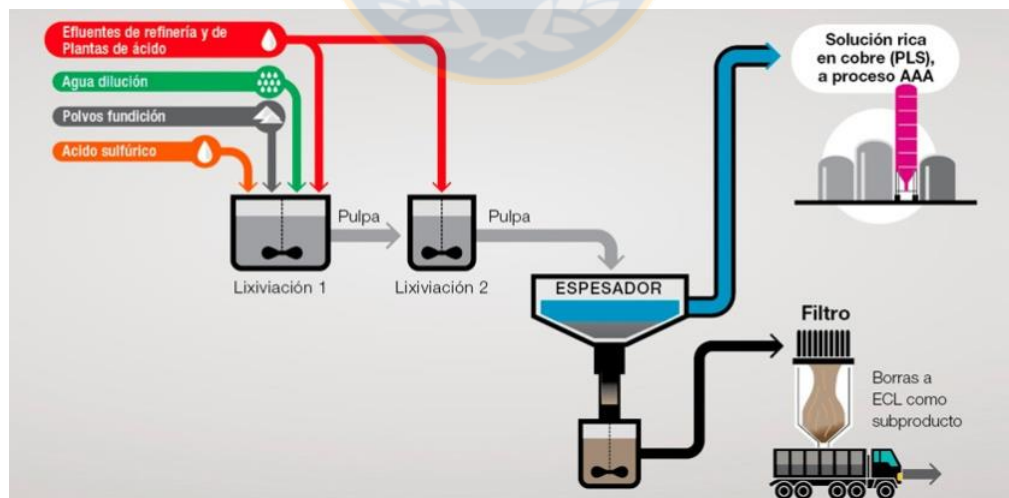


Figura 2: Proceso de lixiviación de polvos de fundición y recuperación de cobre, Ecometales. (Fuente: <http://www.ecometales.cl/operaciones-y-proyectos/lixivacion-de-polvos-de-fundicion-ntp/>)

2.3 Tratamiento de polvos metalúrgicos mediante el proceso sulfatación-Volatilización

Este proceso fue desarrollado en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción el año 2009 con apoyo de estudios previos realizados en la Universidad de McGill, donde se estudió la tostación al vacío de polvos y concentrados de cobre. Mediante este proceso se puede separar selectivamente los elementos menores contaminantes, especialmente As, Sb, Pb y Bi desde el concentrado de cobre. Este proceso consta de dos etapas:

2.3.1 Sulfidización

En la etapa de sulfidización se busca formar compuestos sulfurados de las especies a eliminar ya que estos tienen mayor presión de vapor, lo que permite una volatilización completa controlando la presión y temperatura del reactor. La sulfidización se efectúa con un agente sulfidizante que puede ser azufre elemental. De esta manera, puede tomar como especies base para la reacción con el agente sulfidizante los compuestos: As_2O_5 , Sb_2O_5 , $\text{Sb}_2(\text{SO}_4)_3$, Bi_2O_3 y $\text{Bi}_2(\text{SO}_4)_3$.

Los cálculos de equilibrio en un sistema con un contenido de azufre en exceso sobre cada uno de estos compuestos se presentan en **Anexo A** las cuales muestran en función de la temperatura la evolución de las especies. Este tipo de diagrama es más representativo que el análisis independiente de diferentes reacciones pues considera la proporción de las especies presentes.

Reacción con arsénico



Reacción con bismuto



Reacción con antimonio



2.3.2 Volatilización

En esta etapa se volatilizan los sulfuros de arsénico (As_2S_3), antimonio (Sb_2S_3) y bismuto (Bi_2S_3) a altas temperaturas. Para el antimonio y bismuto la eficiencia de volatilización no supera el 50-55% a menos que se reduzca la presión total del sistema.

El proyecto propone el desarrollo de un proceso que considera el tratamiento de los polvos metalúrgicos mediante un primera etapa de sulfidización para formar compuestos sulfurados de las especies a eliminar ya que estos tienen una mayor presión de vapor, lo que permite una volatilización controlando la presión total y temperatura del reactor.

La primera condición a evaluar para la volatilización de compuestos del grupo Va debe considerar la fuerza impulsora del proceso desde la perspectiva termodinámica considerando como primera aproximación los compuestos puros. Bajo esta simplificación se puede comparar la presión de vapor de óxidos, sulfuros y especies metálicas, concluyéndose que potencialmente son los sulfuros los compuestos más indicados para una recuperación por volatilización (Figura 3), en especial para el arsénico. La exactitud de los datos termodinámicos disponibles en la literatura y en bases de datos actualizadas al año 2007 no permite tener una completa exactitud en los valores. Sin embargo, esta condición termodinámica propuesta por algunos autores ha sido confirmada en estudios experimentales realizados en el Mining, Metals and Materials Department de la Universidad de McGill, Canada [11]. Esta información se ha validado a partir de los cálculos de equilibrio que muestran la evolución de los sulfuros del grupo Va en función de la temperatura a partir de un kg de As_2S_3 , Sb_2S_3 y Bi_2S_3 . Estos cálculos indican que la volatilización de As se inicia a temperaturas en torno de 500 °C mientras que para el caso del Sb y Bi se requiere temperaturas sobre 800 °C.

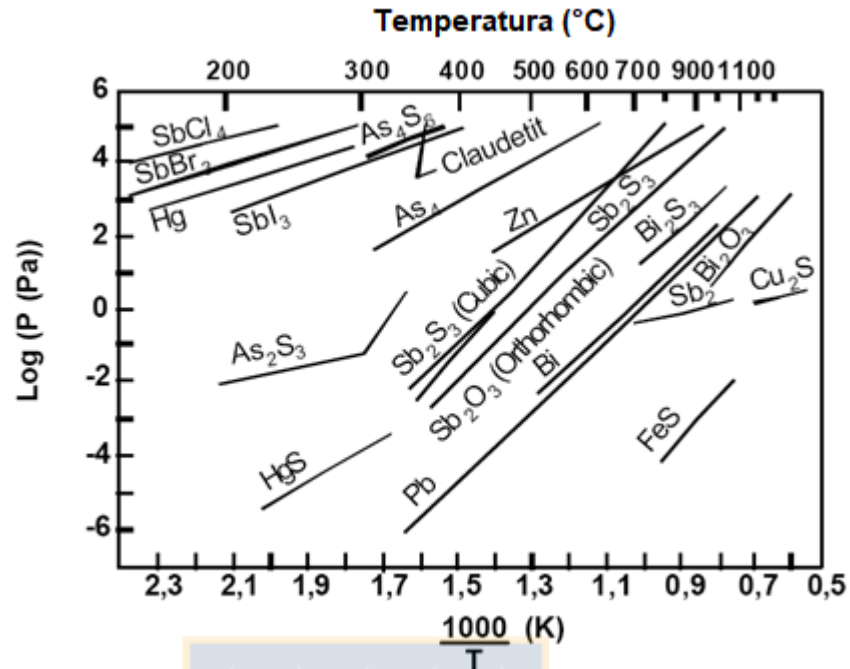


Figura 3 Presiones de vapor para diferentes óxidos y sulfuros del grupo Va^[12]

Las condiciones óptimas obtenidas en los estudios anteriores fueron:

- Exceso de azufre de 200% sobre el estequiométrico.
- Temperatura de sulfidización de 75 °C.
- Tiempo de sulfidización de 30 minutos.
- Temperatura de volatilización de 800 °C. (As, Sb y Bi)
- Tiempo de volatilización de 60 minutos.

2.4 Proceso de tostación de sulfuros

La tostación puede ser definida como la operación metalúrgica en la cual un mineral, concentrado u otra materia prima sólida (eje, etc.), es calentado bajo una atmósfera gaseosa hasta una cierta temperatura, sin producir la fusión de los constituyentes, y en la cual ocurre una transformación química de los constituyentes respecto a su estado inicial en formas que los hacen más susceptibles a tratamientos posteriores de extracción [13].

La tostación se caracteriza por ser un *sistema sólido-gaseoso*, a diferencia de operaciones tales como la fusión y conversión en las que interviene la fase fundida

(líquida y/o pastosa). En este sentido la tostación solo es un proceso químico sin cambio de fase ya que sólo busca un cambio químico de los reactivos iniciales a diferencia de la conversión y fusión que son procesos físico-químicos ya que en ellos intervienen cambios físicos de los reactivos iniciales. Sin embargo, durante la tostación pueden producirse ciertos inconvenientes tales como fenómenos de sinterización, precipitación de fases por equilibrios locales o meta-estables, etc. debido a condiciones operacionales no óptimas. En este último caso es posible observar cambios físicos como los producidos por sinterización en la cual varias partículas quedan íntimamente ligadas por fenómenos superficiales generándose mediante éste mecanismo una nueva partícula de mayor tamaño y de diferente geometría a la inicial.[14]

2.4.1 Tipos de tostación

Dependiendo del objetivo final de la tostación a realizar, se pueden presentar los siguientes tipos de tostación:

Tostación oxidante

El objetivo es el intercambio por completo de aniones entre la fase gaseosa y la fase sólida a oxidar. Se puede aplicar tanto a concentrados de cobre sulfurados como a ejes, lo que representa un elevado contenido de azufre (>26%peso) a ser eliminado mediante tostación por sobre los 780°C por oxidación de calcina en fase gaseosa con alto potencial de oxígeno. Así, el oxígeno presente en la fase gaseosa se combina con el azufre contenido en el sólido para remover el azufre a la forma de dióxido de azufre. Este gas es luego recuperado para tratamientos posteriores que en general es la obtención de ácido sulfúrico.

Finalmente, lo que se obtiene es una calcina oxidada que por lo general se compone de tenorita y hematita debido a las condiciones altamente oxidantes (por el alto potencial de oxígeno de la fase gaseosa) como de la temperatura de trabajo ($T > 780^{\circ}\text{C}$). Sin embargo, por sobre los 750°C es posible que ocurra la reacción de

difusión al estado sólido entre las nuevas partículas de tenorita y hematita generando una espinela o ferrita cúprica altamente insoluble y estable termodinámicamente. En general, el proceso puede describirse con las siguientes reacciones:



Tostación sulfatante

En tostación sulfatante lo que se quiere es transformar el concentrado, eje o metal blanco en otro material de cobre para generar una calcina lixiviable. Esto se logra tostando el material sulfurado entre 550°C – 680°C para potenciales de oxígeno y dióxido de azufre entre 1-15% volumen. Bajo aproximadamente 620 °C se genera una calcina compuesta de calcocianita (CuSO_4) y sulfato férrico ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$) mediante las siguientes reacciones:



Esto se hace para aprovechar la alta solubilidad del sulfato de cobre en una etapa de lixiviación a pH ácido. Se puede observar que la tostación sulfatante implica la remoción incompleta del azufre de la carga inicial con un aumento apreciable en peso (más del 100% de la carga).

Si la tostación se realiza por sobre los 647°C, es posible obtener calcinas de sulfato de cobre y hematita (sulfatación parcial), que se puede efectuar entre 647 °C y 680 °C, antes de alcanzar el rango oxi-sulfatante de 680-720°C.

Tostación oxi-sulfatante

En forma similar a la tostación sulfatante, en este rango se obtiene oxi-sulfato de cobre (sulfato básico) para su subsecuente lixiviación. El rango térmico operacional es entre 680°C y 720°C, lo que genera una calcina compuesta de dolerofanita ($\text{CuO} \cdot \text{CuSO}_4$) y hematita (Fe_2O_3). Las reacciones son:



Aunque tanto el sulfato como el oxi-sulfato de cobre son solubles en agua, hay una diferencia, ya que el sulfato se puede disolver completamente en agua a temperatura ambiental en tanto que el oxi-sulfato sólo disuelve un 25% en peso en las mismas condiciones.

2.4.2 Diagramas ternarios de estabilidad de fases del sistema Cu-S-O

Es de particular interés para esta memoria el sistema Cu-Fe-S-O para identificar las condiciones de tostación sulfatante u oxi-sulfatante.

Estos diagramas también son conocidos como diagramas de predominancia de áreas, diagramas de Kellogg o diagramas de equilibrio sólido-gas. Los primeros en darlos a conocer y estudiarlos fueron H.H. Kellogg y S.K. Basú [15], y son una forma muy útil de presentar gráficamente la información termodinámica disponible de los compuestos en juego en un sistema considerado. En general, existen varias versiones de estos diagramas de acuerdo al uso que de ellos se requiera y dependiendo del sistema y potenciales considerados.

Un diagrama de estabilidad consiste en una representación coordinada bidimensional, donde los logaritmos de los potenciales de la fase gaseosa son graficados. El diagrama puede ser isotérmico (temperatura constante) y sus áreas indican las

fases predominantes entre los rangos delimitados de presiones de la fase gaseosa a la temperatura en estudio.

La tostación lixivante transforma los sulfuros de cobre en sulfato y/o oxisulfato soluble y fija el hierro como hematita, e idealmente removiendo el arsénico en fase gas a la forma de arsenolita (As_2O_3) gaseosa.

Las reacciones principales que ocurren son:

a) Descomposición térmica de especies desde polvos

Enargita	$2\text{Cu}_3\text{AsS}_4(\text{s}) \rightarrow 3\text{Cu}_2\text{S}(\text{s}) + \text{As}_2\text{S}_3(\text{g}) + \text{S}_2(\text{g})$
Covelita	$2\text{CuS}(\text{s}) \rightarrow \text{Cu}_2\text{S}(\text{s}) + 0.5\text{S}_2(\text{g})$
Pirita	$\text{FeS}_2(\text{s}) \rightarrow \text{FeS}(\text{s}) + 0.5\text{S}_2(\text{g})$

b) Oxidación de especies gaseosas (oxígeno del aire)

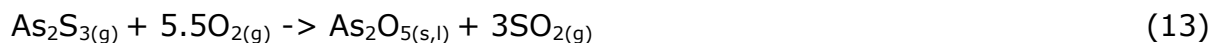
Con la presencia de oxígeno, este reacciona con el azufre generando SO_2 para mantener las presiones óptimas de operación.



Luego de la sulfidización, el arsénico como gas en presencia de oxígeno a una presión menor a 10^{-3} atm forma el óxido de arsénico (III) según:



Si aumenta la presión de oxígeno a 0,01 atm, el sulfuro de arsénico (III) reacciona con el oxígeno generando el óxido de arsénico (V), como se muestra en la reacción (13).



C) Reacciones sólidos – gas y sólido – sólido

A una temperatura menor a 700, se tiene las siguientes reacciones:

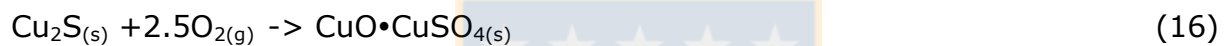
La reacción de la calcosina con oxígeno se genera el sulfato de cobre y tenorita, como se muestra en la ecuación 14



La tenorita al estar en atmósfera oxidante y en contacto al dióxido de azufre, de igual manera se genera el sulfato de Cobre.



La calcosina a una temperatura mayor de 720°C se forma un oxisulfato de cobre



Para la tenorita al estar en presencia del óxido de arsénico se forma arsenato cúprico



Para el óxido de hierro presente al reaccionar con el óxido de arsénico se genera el arsenato férrico, como lo representa la ecuación 18.



Para temperaturas sobre los 720°C, se tiene la reacción



De esta forma, la composición de la calcina generada puede tener los siguientes compuestos:

Sulfato de cobre. (Soluble en ácido diluido)



Oxisulfato de Cobre. (Soluble en ácido diluido)



Oxido de hierro. (Insoluble)



Arsenato de Hierro. (Soluble en ácido concentrado)



Arsenato cúprico. (Soluble en ácido diluido)



Oxido de Arsenico. (Soluble en ácido diluido)



Oxido Ferrico-Cuprico. (Soluble en ácido concentrado)



En la figura 4, se puede observar el diagrama de estabilidad de fases de los sistemas ternarios Cu-S-O, Fe-S-O, Zn-S-O y Pb-S-O a 680 °C. [16]

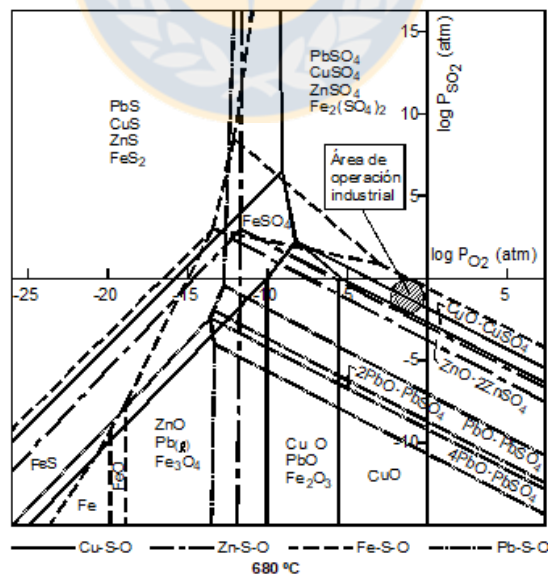


Figura 4 : Diagrama de estabilidad de fases de los sistemas Cu-S-O, Fe-S-O, Zn-S-O y Pb-S-O a 680°C. [16]

Cuando existen más de dos componentes metálicos como por ejemplo cobre y hierro y la temperatura de reacción está por sobre aproximadamente 750°C, ocurren reacciones de estado sólido para formar otros compuestos dobles como ferritas de cobre $\text{Cu}_2\text{O} \times \text{Fe}_2\text{O}_3$ y $\text{CuO} \times \text{Fe}_2\text{O}_3$. En este caso, el sistema cuaternario Cu-Fe-S-O representa mejor las condiciones que la simple sobreposición de los diagramas ternarios Cu-S-O, Fe-S-O, Zn-S-O y Pb-S-O, como se observa en la Figura 5, donde se han incluido reacciones entre CuO y Fe_2O_3 y Cu_2O y Fe_2O_3 para formar las ferritas cúpricas y cuprosas $\text{CuO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ y $\text{Cu}_2 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ a 800 °C. (Ver Figura 5).

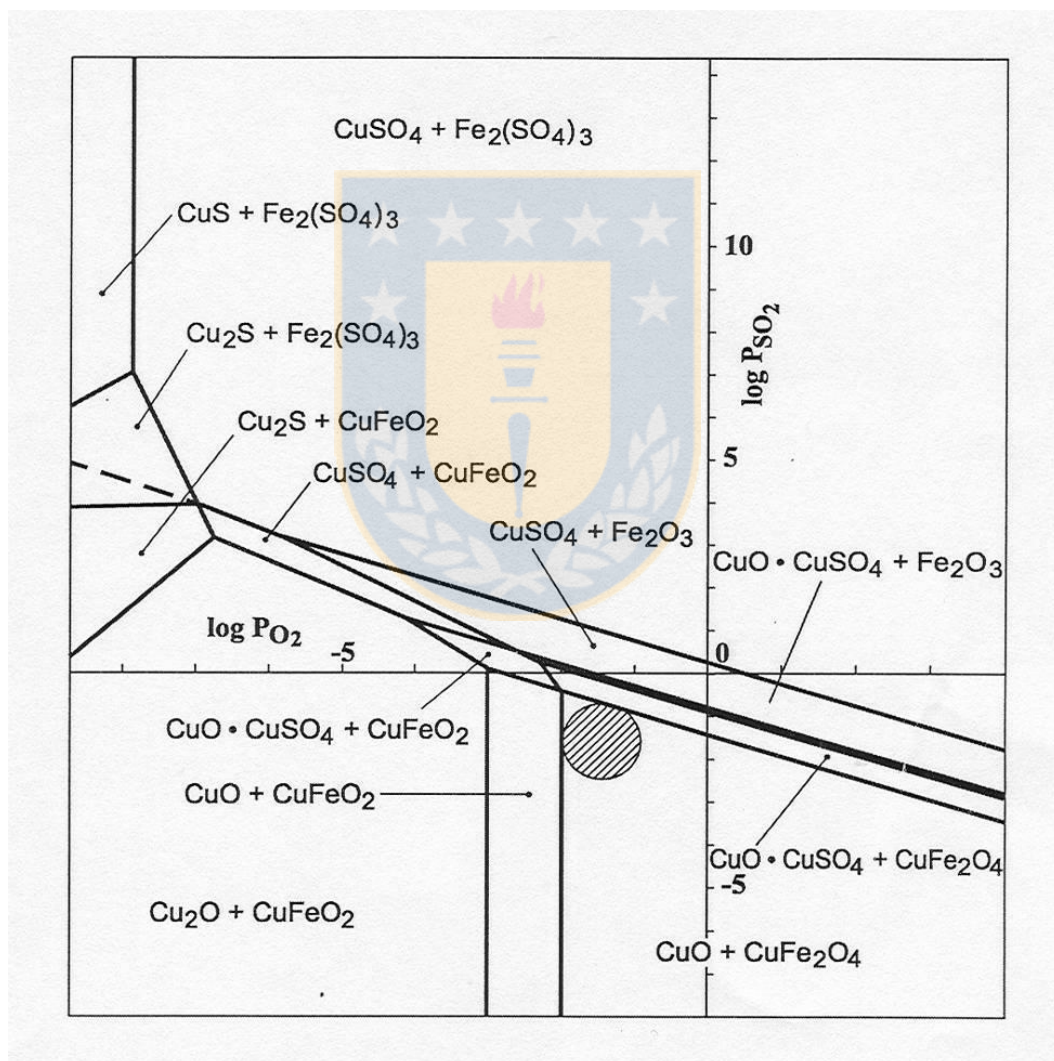
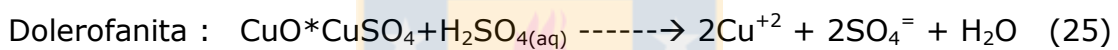


Figura 5: Diagrama cuaternario Cu-Fe-S-O a 800°C [17]

2.5 Lixiviación de calcinas de tostación

La lixiviación de las calcinas de tostación es practicada con frecuencia y tiene como ventaja que estas calcinas de tostación son fácilmente lixiviables y estas pueden ser insertadas en un circuito de lixiviación de cualquier parte. [18]

El cobre se encuentra como sulfato cúprico, calcocianita o dolerofanita, los cuales son solubles en agua y en soluciones diluidas de H_2SO_4 a temperatura ambiente. Además, el hierro se encuentra en la forma de óxido férrico (hematita), el cual es insoluble en agua y en soluciones aciduladas. A continuación se muestran las reacciones de lixiviación correspondiente a los minerales de cobre:



La estabilidad del cobre en medio acuoso se puede conocer a partir de los diagramas de M. Pourbaix [19-20], para la estabilidad de soluciones. En estos diagramas se consideran dos variables principales, el pH y el potencial de los sistemas, gracias a ello permiten visualizar las zonas de predominancia de todas las especies sólidas y acuosas presentes para las concentraciones (molaridad o molalidad) consideradas en la solución.

En la siguiente figura se puede observar el diagrama tensión-pH para el sistema $\text{H}_2\text{O-Cu-S}$ a 25°C para la composición de calcinas llevadas a lixiviación en el laboratorio.

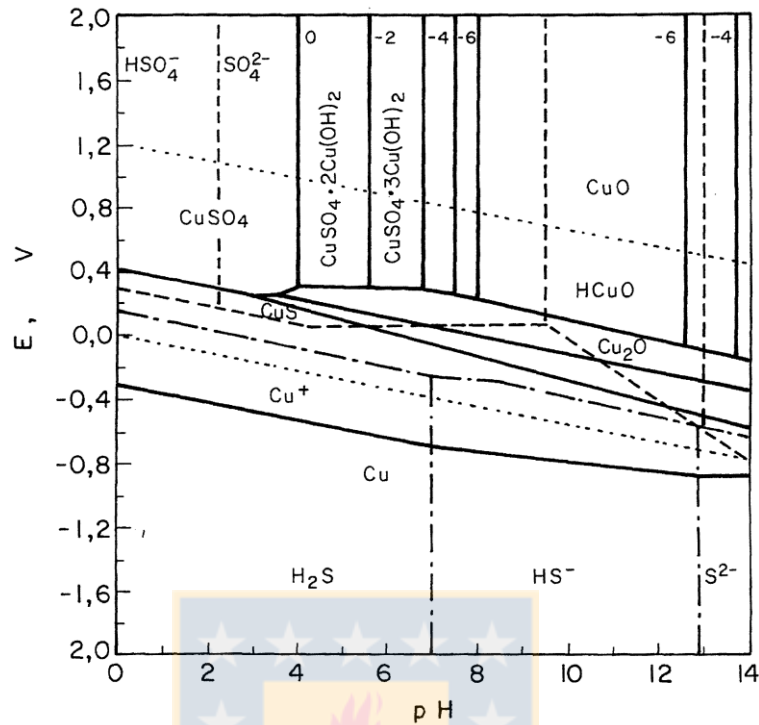


Figura 6: Diagrama E-pH para el sistema Cu-S-H₂O a 25 °C. [21]

La zona de disolución del Cu(II) quedaría definida en un margen de valores de pH comprendidos entre 0-6, mientras que el arsénico en ese mismo margen de pH estaría presente como H₃AsO₄ ó H₂AsO₄.

La recuperación de cobre de estas disoluciones de lixiviación se podría abordar de diversas formas, pero el empleo de la cementación o la extracción con solventes son las más eficaces para la recuperación de este metal.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se define las variables y parámetros utilizados en las pruebas experimentales y se explica los procedimientos y metodologías empleadas para las mediciones de estas, de modo de obtener toda la información necesaria para un correcto análisis comparativo de ellas.

El proceso en estudio considera una primera etapa de eliminación de arsénico por sulfidización – volatilización, bajo condiciones determinadas en estudio anterior [22] y una segunda etapa, que es el principal objetivo de este estudio, correspondiente a una tostación – lixiviación del material desarsenificado para recuperar el cobre.

El estudio experimental se realizó en los laboratorios del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción.

3.1 Descripción pruebas experimentales

Las borras (residuos de lixiviación de polvos de fundición) utilizadas como material de alimentación se sometieron a las siguientes pruebas experimentales:

- **Pruebas de sulfidización - volatilización:** en estas pruebas las borras se mezclan con azufre elemental con 200% de exceso de azufre con respecto al estequiométrico, de acuerdo a las reacciones descritas en el Anexo A. En las pruebas se utilizaron 100 g de borras y 81.44 g de azufre. La mezcla se somete a una temperatura baja, menor a los 100°C (75°C) luego a una temperatura entre 700 °C y 800 °C por 60 minutos. Estas condiciones se obtuvieron de estudios anteriores aplicados a polvos de fundición y el objetivo es transformar las especies de As en sulfuros para volatilizarlo como trisulfuro de arsénico (As_2S_3).
- **Pruebas de tostación – lixiviación:** el producto sólido obtenido en las pruebas sulfidización-volatilización se utilizó como alimentación en estas

pruebas y el objetivo es transformar las especies de Cu en compuestos lixiviables para su posterior recuperación vía SX-EW.

3.2 Descripción equipos

Los equipos necesarios para la realización de las pruebas de laboratorio, son los que se muestran a continuación.

3.2.1 Sulfatación-Volatilización

Se presentan los equipos para la etapa de sulfatación – volatilización.

- **Prensa de compresión**, se utilizó para formación de pellets.



Figura 7: Prensa de compresión.

- **Reactor tubular horizontal** (Figura 8) equipado con un tubo de trabajo de alúmina y un controlador de temperatura Eurotherm. Alcanza temperatura máxima de 1300° C.



Figura 8: Reactor tubular horizontal

- **Horno desoxidante** se utilizó para eliminar el oxígeno en el Nitrógeno, mediante empleo de virutas de cobre a temperatura de 650-680°C.

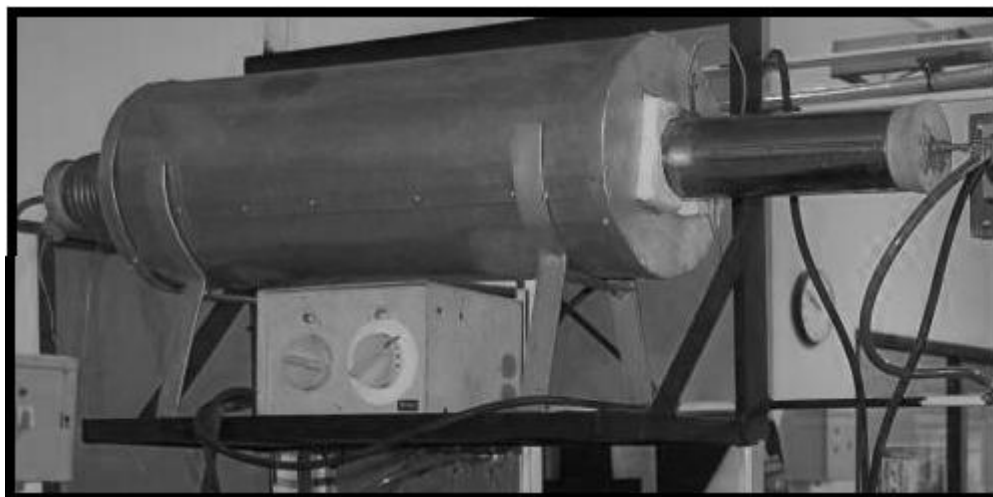


Figura 9: Horno desoxidante

Además, se emplearon los siguientes materiales e instrumentos: crisol para horno, porta crisol de metal, mortero, brocha, espátula, linterna, guantes para alta temperatura, mascarilla, guantes quirúrgicos, pinzas y flujómetros.

En la Figura 10 se observa el esquema para la etapa de sulfidización-Volatilización, la cual solo consta de una bombona de N_2 conectada a el horno desoxidante para luego ingresar al horno de sulfidización.

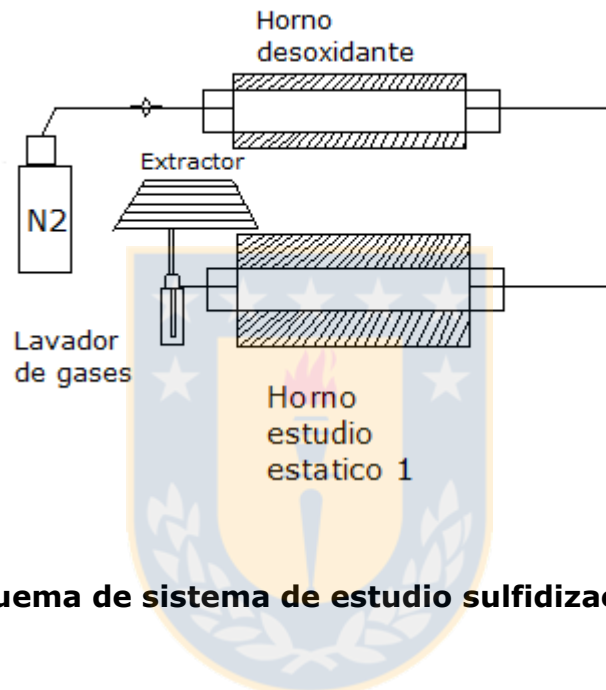


Figura 10: Esquema de sistema de estudio sulfidización-volatilización

3.2.2 Tostación

En la tostación se utilizaron tres gases a presión (N_2 , O_2 y SO_2), los cuales estaban interconectados para formar la mezcla de gases deseada que ingresaban al reactor tubular horizontal (Figura 8). Los gases con SO_2 de salida pasaban por un lavador de gases que contenía una solución de $NaOH$ para formar sulfito de sodio (Na_2SO_3) y bisulfito de sodio ($NaHSO_3$), y luego enviados a una campana de extracción.

Perfil de temperatura horno

La Figura 11 muestra el perfil térmico del horno tubular, ajustando el set point de temperatura mediante el controlador del horno a 630°C y 680°C, midiendo la temperatura a distintos puntos con una termocupla. Se puede ver que existe una zona en el centro de la cámara de reacción de 20 cm aproximadamente donde la temperatura es homogénea, en la cual se ubicó la navicilla con las borras generadas en la etapa anterior de sulfidización - volatilización. Debido a la diferencia de temperatura entre la medición de la termocupla y el controlador se hizo necesario acoplar una termocupla de forma permanente durante las pruebas, para el control riguroso de la temperatura.

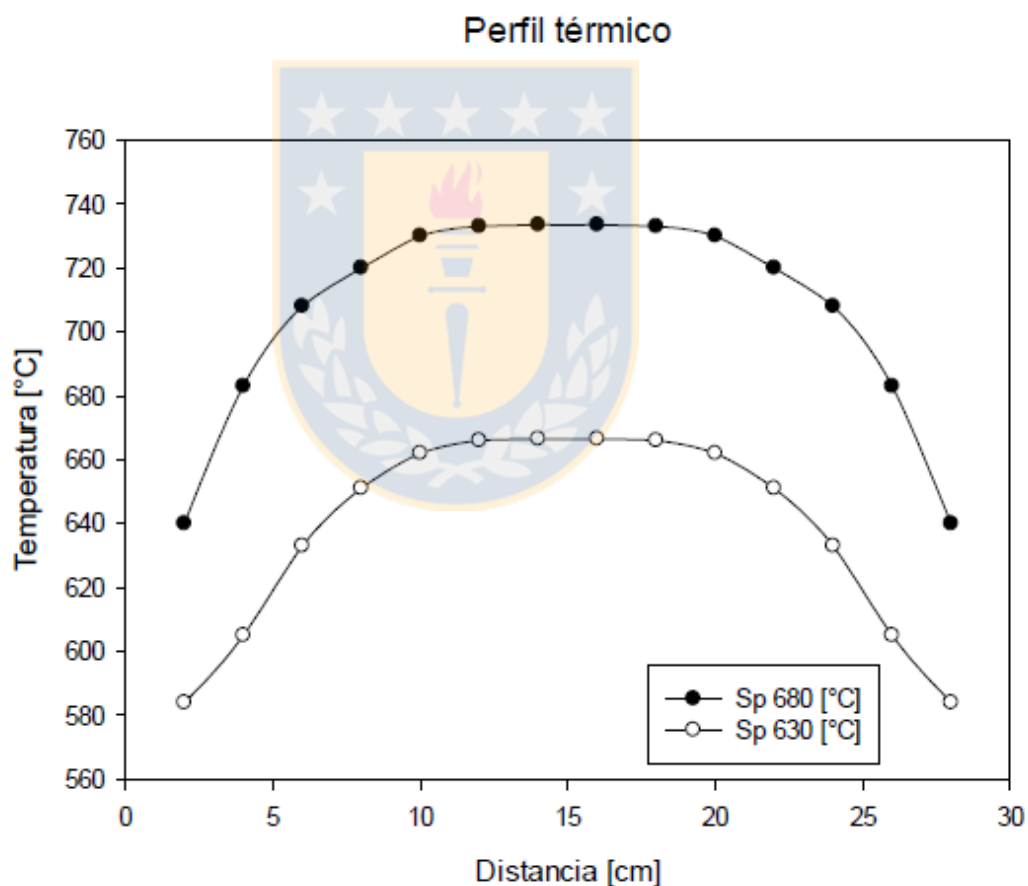


Figura 11: Perfil de temperatura de horno de reacción.

En la Figura 12 se muestra un esquema del montaje de los equipos, los gases a presión (nitrógeno, oxígeno y dióxido de azufre) interconectadas para ingresar al horno de tostación.

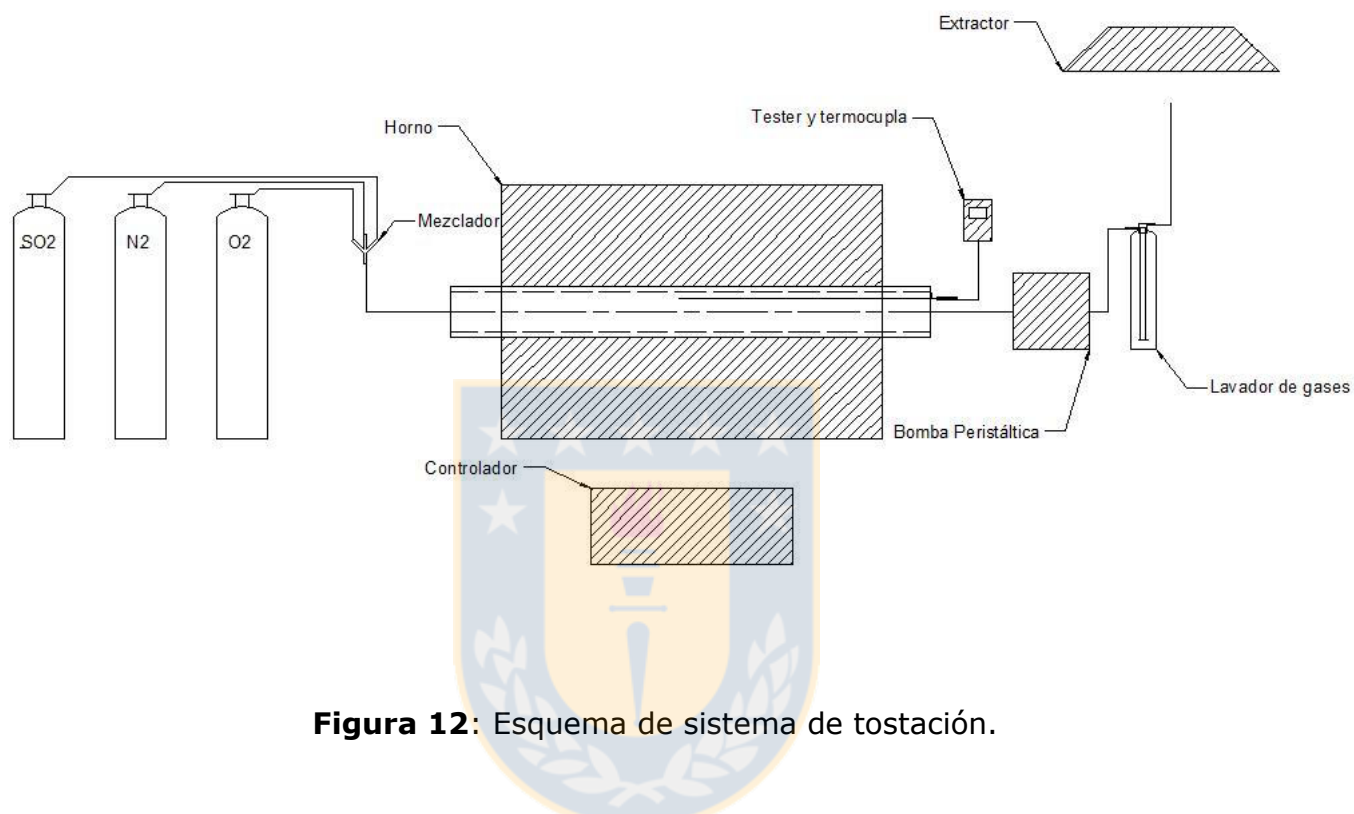


Figura 12: Esquema de sistema de tostación.

En la Figura 13 una fotografía de la navecilla utilizada con el material obtenido después de la etapa de tostación.

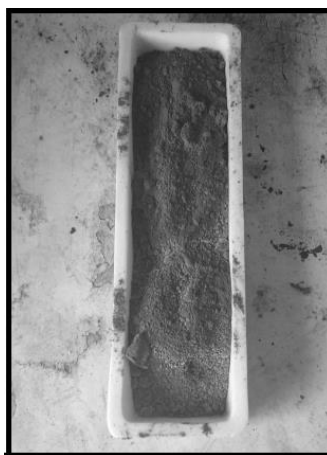


Figura 13: Crisol luego del proceso de tostación.

3.2.3 Equipos y materiales de Lixiviación

El material tostado (calcina) se lixivió en un sistema agitado y comprendió los siguientes elementos y equipos principales:

- Agitador mecánico IKA RW20.
- Balanza digital EQUILAB.
- Estufa calefactora EQUILAB.
- Vasos precipitados.
- Pipeta.
- Probeta.
- Papel filtro circular.
- Elementos de manipulación, cucharas, pinzas y guantes de látex.
- Sistema de filtrado al vacío.

En la Figura 14 se muestra una fotografía del montaje de lixiviación.



Figura 14: Montaje de lixiviación.

3.3 Procedimiento experimental

El principal objetivo de estas pruebas fue determinar la temperatura y condiciones de lixiviación óptimas del proceso.

Para ello se analizó la influencia de estas variables a partir de 3 tipos de pruebas: influencia de la temperatura en la sulfidización y volatilización de arsénico; influencia de la temperatura y flujo de gases en la etapa de tostación, y efecto de la temperatura en la extracción de cobre por lixiviación de las calcinas.

3.3.1 Sulfidización-Volatilización

Esta etapa del trabajo está referida a una preparación previa del material de trabajo.

Se utilizó una muestra de borras de polvos de fundición de 10 kg, que fue sometida a molienda para dejarla 100% menor a 150 micrones. Posteriormente se realizó un roleo y cuarteo para la toma de una muestra representativa para análisis químico, y dividirla en muestras de 100 g para las pruebas experimentales. Los 100 g de este material se mezclaban con 88.72 g de azufre que correspondía a un 200% de exceso con respecto al estequiométrico. Ver detalles en Anexo 7.5.

Luego de mezclar uniformemente el azufre con las borras, se formaban pellets para favorecer las reacciones de sulfidización.

En la Figura 15 se representa un pellet de 20 g aproximadamente formado de borras mezclado con azufre elemental.

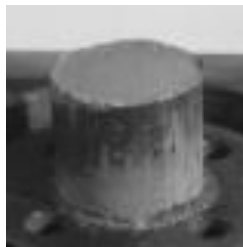


Figura 15: Pellet formado con mezcla de borra y azufre, diámetro 2,3 cm y 2,7 cm de alto.

Para la formación de los pellets se utilizó una prensa (Figura 12) para generar compactación mecánica y de esta forma obtener briquetas, las que eran cargadas en crisoles para las pruebas posteriores (Figura 15).

Los crisoles se cargaban en la mufla a la temperatura adecuada y con el flujo correspondiente de nitrógeno.

3.3.2 Tostación

Las muestras de borras desarsenificadas utilizada en cada prueba eran de 20 g las cuales eran cargadas en navecillas de alúmina, con un espesor de 25 a 30 mm aproximadamente para no dificultar la difusión de la fase gaseosa a través de la capa del material.

En las pruebas de tostación en lecho estático la forma de operar era la siguiente:

- *Preparación del material a tostar.* Se utilizó el producto de la etapa de sulfidización – volatilización.
- *Preparación de crisoles:* Los crisoles utilizados eran de alúmina de 12cm largo X 2.5cm ancho X 2cm alto.
- *Secuencia de las pruebas:* se iniciaba con el encendido del controlador eléctrico de la mufla y se ajustaba a la temperatura de trabajo manteniendo un flujo de 1.5 l/min de N₂. Luego, se ingresaba el material y se inicia la prueba. Al término del tiempo de reacción se apagaba el horno y se mantenía la muestra en atmósfera neutra hasta que se enfriaba y luego se extraía.
- *Evacuación de gases:* La tostación de sulfuros metálicos genera gases altos en dióxido de azufre que eran neutralizados con una solución de NaOH en un lavador de gases y luego hacia las campanas de evacuación del laboratorio.

- *Colocación de los crisoles:* Los crisoles se introducían cuando el horno se encontraba a la temperatura de trabajo.

3.3.3 Lixiviación

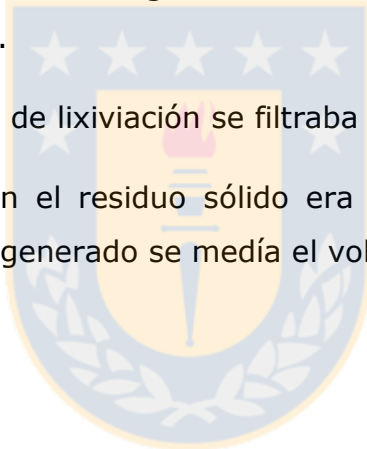
Luego de las pruebas de tostación la calcina era pesada y separada aproximadamente en 10 gramos para análisis químico y el resto para el proceso de lixiviación para solubilizar el cobre.

Primero: Luego de pesado el mineral, se preparaba la solución de 25 g/l de ácido sulfúrico, con agua destilada de 150 ml.

Segundo: Se procedía a la lixiviación agitada de la calcina, con una agitación de 300 rpm durante 30 a 60 minutos.

Tercero: Terminado el tiempo de lixiviación se filtraba la pulpa al vacío.

Cuarto: Luego de la filtración el residuo sólido era secado en estufa, para análisis químico. Con respecto al PLS generado se medía el volumen final y enviado a análisis.



3.4 Condiciones experimentales

3.4.1 Pruebas de sulfidización

El objetivo de estas pruebas era transformar en sulfuros los elementos presentes en las borras. Las condiciones de trabajo fueron:

- Tiempo: 30 minutos.
- Temperatura de 75° C.

En estas pruebas se empleó un exceso de azufre de 200%, con un flujo de nitrógeno de 1,5 l/min que era previamente desoxidado a 600-680°C en virutas de cobre.

3.4.2 Pruebas de volatilización

El objetivo de estas pruebas era eliminar los elementos volátiles sulfidizados de la mezcla de borras con el azufre. En estas pruebas se evaluaron tres temperaturas de volatilización, manteniendo el resto de las variables constantes:

Temperaturas:

- 700°C
- 750°C
- 800°C.

El tiempo en todas las pruebas de volatilización fue de 60 minutos con un flujo de nitrógeno de 1,5 l/min.

3.4.3 Pruebas de tostación

Para las pruebas de tostación se utilizó un flujo de gases de 0.5 l/min, de composición 10% SO₂, 10% O₂ y 80% N₂, para simular la atmósfera en un horno de operación continua. Las temperaturas estudiadas fueron:

- 680°C
- 700°C
- 720°C

A 680°C se evaluaron cuatro tiempos de reacción: 2, 4, 6 y 8 horas. A 700°C y 720°C solo se evaluó 6 horas.

En estas pruebas se incluyó una con variación de la concentración de SO₂, así como una prueba sin sulfidización ni volatilización previa, para observar el comportamiento del material. Finalmente se incluyó una prueba utilizando concentrado en reemplazo del azufre elemental.

En la Tabla 1 se muestra el programa de pruebas de tostación.

Tabla 1: Condiciones experimentales de la etapa de tostación.

Nº	Temperatura [°C]	%SO ₂	Tiempo [h]
1	680	10	2
2	680	10	4
3	680	10	6
4	680	10	8
5	700	10	6
6	720	10	6
7	680	5	6
8*	680	10	6
9**	680	10	6

*) Sin etapa sulfidización - volatilización

**) Uso de concentrado como agente sulfidizante

Con esto se observó la variación de la composición de las borras luego de la etapa de lixiviación, determinando el Cu extraído y el grado de remoción de impurezas.

3.4.4 Pruebas de lixiviación

Las calcinas obtenidas en la etapa de tostación serán lixiviadas en las siguientes condiciones:

Tabla 2: Condiciones de lixiviación.

Temperatura ^(*)	25°C
Tiempo de lixiviación	30 minutos
	60 minutos
Acidez	25 gpl H ₂ SO ₄
Sólido/Líquido	1/15 (aprox)
Agitación	300 rpm (constante)

^(*) se realizó una prueba a 90°C para determinar la extracción de posibles ferritas de Cu formadas en la tostación.

Tanto la solución como el residuo sólido se analizaron por Cu, Fe, Pb, Zn, Bi, As y Sb.

4. RESULTADOS Y DISCUSION

En este capítulo se presentan los resultados de las pruebas realizadas a la muestra de borras considerada en este estudio.

4.1 Caracterización química de las borras

Para este estudio se emplearon dos muestras de borras. En las pruebas para el efecto de la temperatura en la etapa de sulfidación - volatilización se utilizó la muestra 1, cuya caracterización química (mediante FRX) se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3: Análisis químico borras de polvos de fundición (FRX).

Elemento	%p/p
Cu	8,5
Fe	21,2
S	2,39
Zn	3,63
As	3,26
Pb	8,68
Sb	1,03
Ag	0,1
Bi	0,64

4.2 Pruebas sulfidización y volatilización

En las pruebas de sulfidización – volatilización la única variable evaluada fue la temperatura, las otras condiciones fueron tomadas de estudios anteriores [22]. Se realizaron 3 pruebas para la temperatura de volatilización. Como resultado de las pruebas de sulfidización – volatilización se obtuvo la composición de las calcinas mostradas en la Tabla 4.

Tabla 4: Composición de la calcinas resultante de las pruebas de sulfidización-volatilización.

	MUESTRA 800°C	MUESTRA 750°C	MUESTRA 700°C
Elemento	%p/p	%p/p	%p/p
Cu	8,48	8,36	8,42
Fe	18,43	19,45	18,39
S	10,32	9,05	10,88
Zn	3,22	3,47	3,28
Mo	0,1	0,1	0,1
As	0,34	0,84	0,82
Pb	7,54	8,02	7,52
Sb	0,81	0,88	0,84
Ag	0,10	0,11	0,10
Bi	0,53	0,57	0,55
<i>Razón $\frac{\text{peso final}}{\text{peso inicial}}$</i>	0,90	0,89	0,90

En la Tabla 5 se pueden observar los porcentajes de volatilización de los principales elementos volátiles luego de la etapa de sulfidización - volatilización de la mezcla de borras con azufre elemental como agente sulfidizante.

Tabla 5: Resultados de prueba volatilización a temperatura de 700°C, 750°C y 800°C.

Temperatura [°C]	Volatilización [%]		
	As	Sb	Bi
700	77,50	26,90	22,18
750	76,78	23,16	20,38
800	90,48	29,34	24,68

Con las pruebas anteriores, se puede apreciar que la temperatura óptima para la remoción de impurezas, es 800 °C, El bismuto y antimonio solo son volatilizados de forma parcial desde las borras, por lo tanto a 800 °C se consideró la temperatura estándar para las pruebas de tostación.

4.3 Pruebas de tostación- Lixiviación

Se preparó una muestra luego de la etapa de sulfidización - volatilización y se envió a análisis químico, desde el cual se obtuvo los siguientes valores para la posterior tostación - lixiviación.

Tabla 6: Análisis químico de las calcinas obtenidas en las etapas de sulfidización-volatilización a 800 °C (laboratorio Dimet).

Elemento	% p/p
Cu	8,56
Fe	28,80
Zn	4,13
Pb	8,71
As	0,27
Bi	0,61
Sb	0,60

Las calcinas de tostación del material desarsenicado se someten a lixiviación para determinar la eficiencia de extracción de cobre y de otros elementos. En las pruebas de lixiviación de las calcinas tostadas se evaluaron el tiempo y la temperatura.

4.2.1 Cinética de tostación a 680°C

En la Tabla 7 se observan las condiciones de operación y los resultados de extracción de cobre y variación de masa en función del tiempo de tostación a 680°C.

Tabla 7: Resultados extracción de Cu a 680°C y posterior lixiviación a 25°C.

Prueba	Temperatura [°C]	%SO ₂	Tiempo [h]	Razón masa final/inicial	% Extracción de Cu
1	680	10	2	1,09	66,96
2	680	10	4	1,20	84,88
3	680	10	6	1,32	96,58
4	680	10	8	1,17	93,51

Como se observa en Figura 16, se hace una comparación gráfica de la extracción de cobre en las soluciones lixiviadas. Donde se observa que para 6 horas se logra una extracción de cobre de 96,58%.

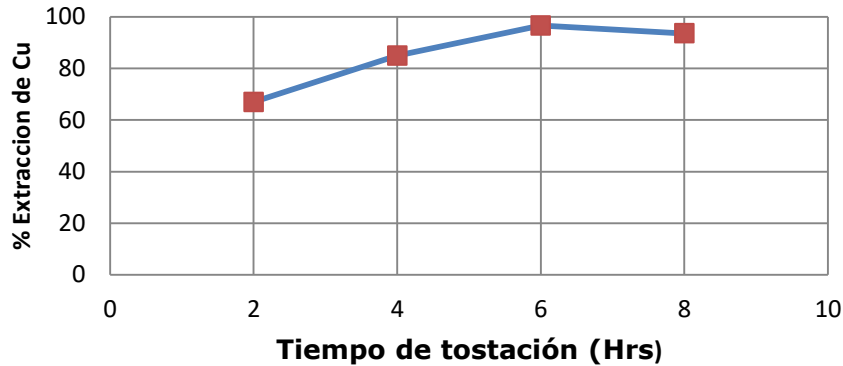


Figura 16: Porcentaje de extracción de Cu mediante lixiviación a 25° C, 25g/l H₂SO₄, Razón S/L= 10g/150ml

Otros elementos disueltos en la solución de lixiviación se presentan en la Tabla 8.

Tabla 8: Disolución de otros elementos en la etapa de lixiviación en función del tiempo de tostación.

Prueba	Temperatura [°C]	Tiempo [h]	% Extracción					
			Fe	Pb	Zn	As	Bi	Sb
1	680	2	2,70	0,26	31,97	50,26	2,66	3,80
2	680	4	6,85	0,71	63,68	47,17	4,17	1,81
3	680	6	11,92	0,34	69,87	43,80	4,45	0,57
4	680	8	1,17	0,19	94,23	52,98	30,82	0,95

- %SO₂ 10%

Como se observa en la tabla 8 la co-extracción de impurezas está dentro de lo esperado. El plomo se mantiene insoluble al transformarse en sulfato y el hierro se mantiene en un rango bajo de extracción. El As se solubiliza alrededor de 50% mientras que el Sb se mantiene casi inalterado en el sólido. El Bi presenta un resultado bajo de extracción menor a 5%, aun cuando, en la prueba 4 aumentó a 30%. Aparentemente hubo un cambio en las condiciones de oxidación entre la prueba 3 y 4, ya que además del Bi, hubo diferencias importantes en las extracciones de Fe y Zn. La menor extracción de Fe podría indicar que la prueba 4 fue un poco más oxidante que la prueba 3 favoreciendo la baja extracción de Fe, y una alta extracción

de Zn, así como una mayor extracción de Bi. Esto es coherente con una leve disminución en la extracción de Cu, como se ve en la Figura 16.

En la Tabla 9 se encuentra la caracterización del residuo final.

Tabla 9: Caracterización del residuo final de lixiviación.

Elementos	% p/p residuo			
	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Prueba 4
Cu	3,85	1,12	0,28	0,80
Fe	24,4	21,9	24,9	37,65
Pb	7,94	8,96	7,91	9,24
Zn	1,9	0,63	0,21	0,27
As	0,26	0,36	0,35	0,25
Bi	0,51	0,44	0,45	0,38
Sb	0,74	0,49	0,53	0,14

4.2.2 Efecto de la temperatura de tostación

Se realizaron pruebas en duplicado con respecto a la temperatura, para 6 horas de tiempo de reacción respecto de la extracción de cobre, a temperaturas de 680, 700 y 720°C. Los resultados indican que a 700°C se obtiene una recuperación levemente mayor de Cu, con un 96,99%, sin embargo, la diferencia entre las temperaturas es secundaria, siendo en la práctica igual.

Tabla 10: Extracción de cobre para efecto en la temperatura de tostación.

Prueba	Masa f/masa i	Temperatura [°C]	Tiempo [h]	% Extracción de Cu
3	1,32	680	6	96,58
5	1,28	700	6	96,99
6	1,19	720	6	96,44

%SO₂= 10%

Para la presencia de otros elementos en la solución de lixiviación se presentan en la Tabla 11.

Tabla 11: Extracción de otros elementos en función de la temperatura de tostación.

% Extracción otros elementos en solución.								
Nº	Temperatura [°C]	Tiempo [h]	Fe	Pb	Zn	As	Bi	Sb
3	680	6	11,92	0,34	69,87	43,80	4,45	0,57
5	700	6	4,82	0,79	73,60	27,58	4,94	0,43
6	720	6	2,46	0,49	82,96	40,66	4,76	0,63

En la Tabla 12 se encuentra la composición del residuo final de lixiviación.

Tabla 12: Caracterización del residuo final.

Elementos	Prueba 3	Prueba 5	Prueba 6
Cu	0,28	0,25	0,90
Fe	24,9	15,80	68,99
Pb	7,91	6,96	25,53
Zn	0,21	0,16	0,68
As	0,35	0,43	1,42
Bi	0,45	0,17	1,26
Sb	0,53	0,34	1,23

4.2.3 Efecto del %SO₂ en tostación

Para estudiar el efecto de la presión parcial del SO₂ se tomó como referencia la prueba a 680°C con 6 horas de reacción. Las calcinas obtenidas se lixiviaron posteriormente a temperatura ambiente.

Tabla 13: Efecto de la presión parcial de SO₂ en la extracción de cobre.

Prueba	Masa f/Masa i	Temperatura [°C]	%SO ₂	Tiempo [h]	% Extracción de Cu
3	1,32	680	10	6	96,99
7a	1,17	680	5	6	96,36

Se observa en la Tabla 13 que el rango de presiones parciales de SO₂ estudiados (5 y 10%), el efecto en la extracción de cobre es secundario, con una diferencia menor de 0,65%.

4.2.4 Efecto del agente sulfidizante en el proceso global sulfidización – volatilización - tostación - lixiviación

El resultado obtenido con azufre como agente sulfidizante y una tostación a 680°C con 6 horas de reacción se tomó como referencia para estas pruebas. Para efectos de comparación se realizó una prueba utilizando concentrado de cobre como agente sulfidizante y otra prueba en que se aplicó tostación directa a las borras sin la etapa de sulfidización – volatilización, pero manteniendo la atmósfera sulfatante con SO_2/O_2 . Los resultados se muestran en la Tabla 16. La lixiviación de las calcinas se realizó a 25°C.

La composición inicial del concentrado de cobre (alto en As) utilizado se muestra en la Tabla 14:

Tabla 14: Composición química del concentrado de cobre empleado.

Muestras	Composición (%)
Cu	36,7
Fe	9,19
Pb	0,1
Zn	0,92
As	4,45
Bi	0,015
Sb	0,34

Tabla 15: Extracción de cobre por lixiviación de las calcinas, tostación de borras y mezcla de borras con concentrado, a 680°C.

Prueba	Masa i /Masa f	Agente sulfidizante	Tiempo [h]	% Extracción de Cu
3	1,32	Azufre	6	96,58
8	1,19	Sin sulfidizante	6	95,65
9	1,22	Concentrado	6	97,42

- *%SO₂ de 10%

La mayor extracción de cobre en la prueba con concentrado está alterada por el aporte de cobre del concentrado, en tanto que para la prueba con azufre se obtiene el residuo final con menor contenido de cobre (Tabla 18) debido al menor contenido de cobre total. Las extracciones de los otros elementos se presentan en la Tabla 17.

Para estas pruebas se compara la volatilización en la etapa de tostación, por lo que se tiene la Tabla 17. Teniendo en consideración que la prueba 3 corresponde a una calcina antes sulfidizada y volatilizada, la prueba 8 corresponde a borras directo a tostación y la prueba 9 a la mezcla con concentrado directo a tostación, sin tratamiento previo.

Tabla 16: Composición inicial y final de calcinas de tostación.

Pruebas	Inicial (%)			Final (%)		
	As	Bi	Sb	As	Bi	Sb
3	0,27	0,61	0,6	0,27	0,42	0,23
8	3,26	0,64	1,03	2,55	0,42	0,10
9	3,61	0,45	0,82	0,83	0,20	0,07

Tabla 17: Resultados de volatilización en tostación sulfatante.

Pruebas	Volatilización (%)		
	As	Bi	Sb
3	0.0	19,16	50,78
8	7,23	21,80	88,48
9	72,02	45,93	89,69

La volatilización en el proceso de tostación con atmósfera SO₂/O₂ de borras mezclada a concentrado fue de un 72,02% para Arsénico, para el Bismuto de 45,93% y para el Antimonio fue de 89,69%.

Tabla 18: Resultados de extracción de otros elementos analizados en lixiviaciones sin previa Sulfidización- Volatilización. Análisis PIS.

Prueba	Tiempo [h]	% Extracción otros elementos en solución.					
		Fe	Pb	Zn	As	Bi	Sb
3	6	11,92	0,34	69,87	43,80	4,45	0,57
8	6	6,28	0,07	94,5	56,28	1,76	1,12
9	6	9,54	0,20	75,68	26,19	63,39	1,55

La composición del residuo final de lixiviación se observa en la Tabla 19.

Tabla 19: Composición del residuo final de lixiviación.

Elementos	Prueba 3	Prueba 8	Prueba 9
Cu	0,28	0,41	0,60
Fe	24,9	23,41	7,20
Pb	7,91	7,64	7,39
Zn	0,21	0,26	0,14
As	0,35	0,68	0,75
Bi	0,45	0,36	0,26
Sb	0,53	0,08	0,14
Masa final/inicial	0,61	0,59	0,52

Al utilizar concentrado mezclado con borras en proporción de 30-70% y sin previa sulfidización-volatilización, se obtiene 97,42% de extracción de cobre, con respecto a esto sería la mejor opción de tratamiento, sin embargo la remoción o fijación de los

elementos impuros alcanza el 70% para el arsénico, lo cual es bajo en comparación a utilizar azufre elemental como agente sulfidizante y aplicando sulfidización/volatilización.

4.2.5 Efecto de la temperatura de lixiviación

El efecto de la temperatura de lixiviación se observa en la Tabla 19. La prueba 7 se realizó con borras previamente sulfidizada y volatilizada, y la prueba 8 con borras sin tratamiento previo a la tostación. La asignación de (a) corresponde a lixivaciones de 25 °C y (b) para las lixivaciones a 90 °C; en estas pruebas se observó el comportamiento de las calcinas luego de ser tratadas con el déficit de SO₂, además del tiempo de lixiviación.

Tabla 20: Efecto de la temperatura y tiempo de lixiviación.

Prueba	T° Tostación	%SO₂	T° Lix [°C]	tiempo lix [h]	% Extracción de Cu
7^a	680°C	5	25	30	96,36
7^b	680°C	5	90	60	96,40
8^a	680°C	10	25	30	95,65
8^b	680°C	10	90	60	96,59

Pruebas 8^a y 8^b sin etapa de sulfidización - volatilización

La composición final del residuo de lixiviación se observa en la Tabla 21

Tabla 21: Composición del residuo final de lixiviación para las pruebas 7^a, 7^b, 8^a, 8^b

Elementos	Prueba 7^a	Prueba 7^b	Prueba 8^a	Prueba 8^b
Cu	0,33	0,41	0,41	0,36
Fe	19,20	35,19	23,41	30,58
Pb	7,08	8,09	7,64	8,57
Zn	0,18	0,23	0,26	0,22
As	0,32	0,05	0,68	0,34
Sb	0,29	0,18	0,36	0,57
Bi	0,11	0,09	0,08	0,10



5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

Las pruebas de sulfidización y volatilización aplicada a las borras de lixiviación de polvos de fundición confirman los resultados de estudios anteriores con polvos de fundición, logrando la máxima volatilización de As a 800°C, superior al 90%, además de una volatilización parcial del Sb y baja de Bi.

La etapa de tostación sulfatante – lixiviación resultó ser eficiente para la recuperación de cobre contenido en las borras, logrando una extracción superior al 95% a 680°C y 6 horas de tostación. Bajo estas condiciones sobre el 99% del plomo y sobre el 90% del hierro quedan en el residuo final.

Aproximadamente el 50% del arsénico no volatilizado en la etapa de sulfidización – volatilización termina en la solución de lixiviación junto con el cobre, mientras que hasta el 90% del zinc también se lixivia junto al cobre.

El antimonio y bismuto no volatilizados permanecen insoluble virtualmente en su totalidad en el residuo sólido final.

El aumento de temperatura de lixiviación de la calcina de 25 a 90°C tiene un efecto secundario e inferior al 0.5% en la extracción de cobre.

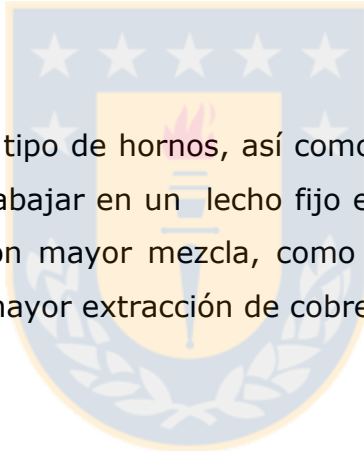
El empleo de concentrado como agente sulfidizante si bien se logra una mayor extracción de cobre, para las impurezas permite una volatilización de arsénico de 72,02%, para el Bismuto 45,93% y para el Antimonio se obtiene un valor de 89,69%

5.2 Recomendaciones

Se entiende que para un proyecto funcione de buena manera siempre deben existir los recursos necesarios, es por esto que primeramente lo que se recomendaría es aplicar un estudio más acabado y completo a las borras de la lixiviación de los polvos de fundición tener un claro análisis de muestras, análisis químico, mineralógico e incluso aplicar técnica de difracción de rayos x si estan las herramientas disponibles, para así lograr resultados más completos y precisos.

Realizar pruebas con otros reactivos de lixiviación y variación en la concentración de ácido, para estudiar el comportamiento de los elementos como así poder enfocarse a otro metal de recuperación.

Realizar tostaciones con otro tipo de hornos, así como hornos rotatorios y/o de lechos fluidizado, debido a que al trabajar en un lecho fijo el contacto sólido-gas es bajo, se espera que en un reactor con mayor mezcla, como el reactor de lecho fluidizado u horno rotatorio, se obtenga mayor extracción de cobre a menor tiempo de residencia.



6. BIBLIOGRAFIA

- [1] Cayumil R. Remoción de arsénico desde polvos de fundición mediante un proceso de sulfidización – volatilización. 2010. Página 4.
- [2] A. Valenzuela, J. Palacios, D. Cordero y M.Sanchez, Proc. Yazawa Int. Symp., C. Yamauchi, and F. Kongoli (Eds.) *TMS, The Minerals, Metals & Materials Society*, 2003, San Diego, CA, EE. UU., 2003, pp. 239-252.
- [3] A. Yazawa, *Proc. 28th Cong. IUPAC*, Vancouver, Canadá, 1981, pp. 1-21.
- [4] M. Maldini, J. Osorio, M. Mella y M. Herrera, Proc. *Hydroprocess*, Arturo Prat University, Iquique, Chile, 2006, pp. 402-414.
- [5] S. Mikhail, A. Webster y J. Laflamme, *Can. Metall. Q.* 28 (1989) 241-249.
- [6] T. Kho, D. Swinbourne y T. Lehner, *Metall. Trans. B* 37 (2006) 209-214.
- [7] ECOMETALES, operaciones y proyectos/ lixiviación de polvos de fundición Sitio Web: <http://www.ecometales.cl>
- [8] Davenport, A. B. (1994). *Extractive metallurgy of copper*. Pergamon.
- [9] Habashi, F. 1997. 'Handbook of Extractive Metallurgy', Vol. II, p. 801. Weinheim: Wiley-VCH.
- [10] Codelco Educa. Procesos productivos https://www.codelcoeduca.cl/procesos_productivos/tecnicos_fundicion.asp
- [11] J. Qiu & Ralph Harris, "Minor element control by vacuum calcination and recycling of copper smelter dust", EPD Congress 2005 - Edited by Mark E. Schlesinger, TMS, Warrendale PA, 2005.

- [12] Godbehere, P. W., Can. Inst. Min. Metall, "Removal of arsenic, antimony and mercury from tetrahedrite concentrates by low-temperature volatilizing roasting", Mater. Process. Technol. Environ. Prot. Min. Metall., Proc. Int. Symp.,1993, Editor(s):. Pet., 23-30.
- [13] Mario Sánchez M., Tostación, Curso Panamericano de Metalurgia Extractiva, 1988.
- [14] Robert Pehlke, Unit Processes of Extractive Metallurgy, pp.7-25 1 1981.
- [15] H.H.Kellogg, "Equilibrium Considerations in the Roasting of Metallic Sulfides", Trans. Of AIME, August 1956, Journal of Metals, p.1105.
- [16] Parada. Fernando. Tostacion sulfatante / oxisulfatante de concentrados de DMH. Concepción 2016.
- [17] Wilkomirsky. I., Fundamentos de la extraccion y refinacion de metales. Departamento de Ingenieria metalúrgica universidad de Concepción. 2012. Página 36.
- [18] María C. Ruiz, Hidrometalurgia, Universidad de Concepción, 2015.
- [19] Theys,L. (1970) Forty years of progress in the hydrometallurgy and electrowining of copper-the experience of Union Miniere. C.I.M Bull. 63, 339-351.
- [20] Marcel Pourbaix, Atlas of electrochemical Equilibria in aqueous Solutions, 1966. Pergamon Press Ltd.
- [21] Alguacil.F.J .Navarro.P. Tratamiento hidrometalúrgico de los polvos de fundición de cobre. Desarsenificación de las disoluciones de lixiviación.
- [22] Parra.R., Wilkomirsky. I., Parada. F., Tecnología para eliminar elementos volátiles desde polvos metalúrgicos, Informe Final Innova (07CN13PMT-206) 2009.

7. ANEXOS

7.1 Preparación de muestras pruebas de sulfidización/ volatilización

La obtención de la mezcla de polvos de fundición y azufre se describe a continuación. Se debe pesar una pequeña cantidad de polvos de fundición en la balanza. Al conocer la masa de polvos, se puede calcular la cantidad de azufre que se debe pesar, de acuerdo a la estequiometría, tal como es mostrado en los ejemplos de cálculo en anexos. Mezclar ambos sólidos, de manera que dicha combinación sea homogénea. Pesar el crisol vacío. Luego, poner la mezcla en el crisol y pesar.

7.2 Preparación del montaje

Se debe conectar los hornos con el sistema eléctrico para acondicionar a las temperaturas de trabajo de cada prueba. Por otro lado, deben existir uniones desde el nitrógeno a los hornos para aplicar el flujo 1.5 l/min. A la salida de cada horno está instalada una bomba de gases, donde se reciben los gases con una solución de NaOH para recibir el material volatilizado durante el proceso. Finalmente, se requiere la instalación de una campana extractora.

7.3 Ejecución de pruebas

Ubicar el crisol sobre el porta crisol de metal e ingresar al horno, de manera que quede situado justo en el centro del tubo. Cerrar los tapones de los extremos del horno, de manera que no entre aire ni exista fuga de gas desde el interior. Esperar el tiempo necesario para la sulfidización.

Esperar el tiempo correspondiente a la prueba, extraer la muestra y llevar al desecador, que está en la campana, para enfriar. Una vez fría, pesar el crisol con la calcina. Enviar residuo a análisis químico para determinación de todos los elementos presentes.

Como anteriormente se pesó dicha calcina, se puede saber cuál es la masa de cada elemento que hay en la masa no volatilizada. Para obtener la masa de Arsénico removida, se debe restar la masa inicial del elemento y la final, calculada como se dijo en el párrafo anterior. Finalmente, el porcentaje de extracción se refiere a la masa removida con respecto a la masa inicial de arsénico presente en la mezcla.

De esta manera se calcula la remoción de elementos para cada una de las pruebas realizadas. Para cada set de pruebas se obtienen resultados que pueden mostrarse de manera gráfica.

7.4 Ejemplo de cálculos

El porcentaje de volatilización se calcula de la forma:

$$\% \text{Volatilización} = \frac{\text{Masa inicial} * \% \text{As}_{\text{inicial}} - \text{Masa final} * \% \text{As}_{\text{final}}}{\text{Masa inicial} * \% \text{As}_{\text{inicial}}}$$

La masa de cobre y hierro total se puede escribir de la siguiente manera, cuyo valor corresponde al contenido inicial de estos elementos en la muestra de borras de las pruebas correspondientes.

$$m_{CuT, FeT} = m_{Calcina} * \%_{Cu, Fe}(calcina)$$

7.5 Excel cálculo 200% exceso estequiométrico de borras.

Borra DmH	Consumo S	100		mol	Factor	S, g
		% p/p	masa, g			
Cu2S	I	3,72561	3,72561	159,157	0	0
Cu3AsS4	S	0,17559	0,17559	393,82	0,00045	0,01429
Cu5FeS4	A	0,53702	0,53702	501,835	0,00054	0,01715
CuFe2O4	C	9,60022	9,60022	239,234	0,04013	-5,78942
CuSO4	I	1,28098	1,28098	159,609	0	0
CuFeS2	A	0,49097	0,49097	183,521	0,00268	0,00134
Cu9S5	I	0,32649	0,32649	732,239	0	0
CuO	C	0,53201	0,53201	79,5454	0,00669	-0,21442
Cu2O	C	0,1914	0,1914	143,091	0,00134	-0,06433
Cu2SiO4	C	1,75903	1,75903	219,175	0,00803	-0,57893
As2O3	C	3,38823	3,38823	197,841	0,01713	-2,47077
As2O5	C	1,24302	1,24302	229,84	0,00541	-0,02975
FeS2	A	0,33533	0,33533	119,975	0,0028	0,00861
Fe3O4	C	10,3541	10,3541	231,533	0,04472	-7,16857
Fe2O3	C	10,0423	10,0423	159,688	0,06289	-2,2201
Fe2SiO4	I	1,42385	1,42385	203,773	0,00699	0
FeSO4	I	0,42458	0,42458	151,908	0,00279	0
PbO2	C	2,19343	2,19343	239,199	0,00917	-0,01834
PbSO4	I	9,73312	9,73312	303,263	0,03209	-0,58797
Pb2SiO4	I	1,1611	1,1611	506,483	0,00229	-0,11024
Bi2O3	C	0,77704	0,77704	465,959	0,00167	-0,24059
Sb2O3	C	0,38786	0,38786	291,518	0,00133	-0,00599
Sb2O5	C	1,00435	1,00435	323,517	0,0031	-0,54741
SiO2	I	22,4808	22,4808	60,0843	0	0
ZnSiO4	C	6,20326	6,20326	222,843	0,02784	-1,33868
Al2Si4O10(OH)2	I	7,083	7,083	360,314	0	0
KAl2Si3AlO10(OH)2	I	3,14534	3,14534	398,308	0	0
		100	100			-27,1495
						81,4486

7.6 Tablas resultados

Tabla 22: Resultados de masa de calcinas de lixiviación.

N°	Calcina, [g]	Volumen, [ml]	H₂SO₄, [gpl]	Tiempo lix. [min]	T°C., lix
1	10,06	150	25	30	25
2	10,03	150	25	30	25
3	10,03	150	25	30	25
4	9,99	150	25	30	25
5	10,04	150	25	30	25
6	9,37	150	25	30	25
7a	10,01	150	25	30	25
7b	11,10	400	25	60	90
8a	9,81	150	25	30	25
8b	9,98	400	25	60	90
9	9,20	150	25	30	25

Tabla 23: Resultados de pruebas de lixiviación estándar

N°	Volumen (cc)	Masa Residuo (g)	Composición de la solución							
			[Cu] gpl	[Fe] gpl	[Pb] gpl	[Zn] gpl	[As] gpl	[Bi] gpl	[Sb] gpl	[H+] gpl
1	198,4	7,89	0,4157	0,0534	0,0014	0,0881	0,0236	0,0015	0,0019	20,10
2	214,8	6,74	0,5061	0,0962	0,0013	0,1463	0,0175	0,0020	0,0005	18,80
3	271,2	6,12	0,5188	0,1662	0,0021	0,1703	0,0227	0,0019	0,0001	10,70
4	194	5,36	0,5869	0,0599	0,0013	0,1626	0,0133	0,0021	0,0001	18,30
5	200	6,31	0,5300	0,0410	0,0013	0,1850	0,0149	0,0020	0,0001	16,80
6	250	6,31	0,6908	0,0898	0,0012	0,2800	0,0185	0,0174	0,0001	15,80
7a	190	6,41	0,6010	0,0680	0,0009	0,2964	0,0118	0,0081	0,0001	13,70
7b	585	6,07	0,5522	0,0983	0,0023	0,2141	0,0386	0,0325	0,0003	20,90
8a	220	5,86	0,4924	0,1184	0,0006	0,2798	0,1408	0,0007	0,0001	16,30
8b	515	5,33	0,5217	0,1442	0,0013	0,2153	0,1983	0,0046	0,0003	22,20
9	200	4,81	0,8826	0,0796	0,0010	0,1448	0,0200	0,0117	0,0001	12,50

Tabla 24: Composición Residuos lixiviación pruebas 1-6

Prueba \ Elemento	Prueba					
	1	2	3	4	5	6
Cu	9,72	3,30	0,81	1,64	1,02	0,90
Fe	61,62	64,60	71,90	77,28	65,54	68,99
Pb	20,05	26,43	22,84	18,96	28,86	25,53
Zn	4,80	1,86	0,61	0,56	0,67	0,68
As	0,66	1,06	1,01	0,51	1,80	1,42
Sb	1,29	1,30	1,30	0,77	0,70	1,26
Bi	1,87	1,45	1,53	0,29	1,41	1,23

Tabla 25: Composición Residuos lixiviación pruebas 7-9

Prueba \ Elemento	Prueba				
	7a	7b	8a	8b	9
Cu	1,20	0,93	1,25	0,88	3,64
Fe	69,79	79,55	71,28	75,06	43,68
Pb	25,74	18,28	23,27	21,04	44,83
Zn	0,65	0,52	0,79	0,54	0,85
As	1,16	0,11	2,07	0,83	4,58
Sb	1,05	0,41	1,10	1,40	1,58
Bi	0,40	0,20	0,24	0,25	0,85

Tabla 26: Composición química concentrado experimento 9.

Elementos	Composición
Cu (%)	36,7
Fe (%)	9,193
Pb (%)	0,1
Zn (%)	0,92
As (%)	4,45
Bi (%)	0,015
Sb (%)	0,34