

UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN

Facultad de Ingeniería

Departamento de Ingeniería

Metalúrgica

Profesor Patrocinante

Fernando Parada Luna

**RECUPERACIÓN DE ANTIMONIO DESDE RESIDUO ARSENICAL Y
POLVOS DE FUNDICIÓN MEDIANTE INTERCAMBIO IÓNICO**

MATÍAS RICARDO MUÑOZ VALDEBENITO

INFORME DE MEMORIA PARA
OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO
CIVIL METALÚRGICO

Enero de 2018

Agradecimientos

Este documento es el fin de una trascendental etapa que agradezco en primer lugar a mis padres, Cristina y Ricardo. En el Chile de las injusticias, el valor de dos obreros que decidieron llenar de amor y sonrisas un hogar a pesar de todo, es la primera motivación para avanzar firme y con valentía, con el ejemplo inagotable de que hay que levantarse todos los días para construir los sueños. A mi hermana, Jeniffer, porque nacimos con el corazón pegado, a pesar de los años de diferencia. Gracias por estar en todas, todas. Y a través de ustedes, a toda la gran familia que somos.

A mis compañeros/as y amigos/as, que en este camino fueron impulso y complicidad. A los Meta 2010 y sobre todo aquellos con quienes compartimos esa motivación de cambiar las cosas con organización y compromiso, en una larga y justa movilización estudiantil y en las bonitas tareas que nos propusimos cuando dividíamos el tiempo entre CeeDimet y las noches de estudio. Nacha, Ariel, Benja, Pillex, Pedro, Pajin. Esto recién comienza.

A mis compañeros/as de militancia, jóvenes comunistas con quienes- como dijera Neruda- luchamos porque nuestra alegría pueda ser compartida y repartida en toda la tierra. A través de ellos, a las organizaciones de distintas facultades, barrios y comunas recorridas, todos parte fundamental de mi formación profesional.

En el Dimet convive una gran comunidad, agradezco el constante apoyo de los/as profes, y funcionarios/as y la buena onda y disposición en el laboratorio de hidrometalurgia durante el desarrollo de mi investigación. Aquí me detengo a agradecer en especial a mi profesor guía, Fernando Parada, por su empatía y sensibilidad pedagógica, su distinguida capacidad profesional y el gran apoyo no sólo en esta memoria sino que a lo largo de mi paso por el departamento.

Resumen

La presente memoria de título reporta los resultados obtenidos de una investigación experimental desarrollada en el laboratorio de hidrometalurgia del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción. Esta investigación estuvo orientada a evaluar la recuperación de antimonio desde dos muestras de residuos; una del botadero Montecristo y otra de polvos de fundición de Chuquicamata, mediante intercambio iónico utilizando la resina catiónica UR3300S.

Las pruebas de laboratorio se realizaron contactando la resina UR3300S, selectiva para antimonio, con el PLS generado a partir de estas muestras. Los resultados obtenidos son la base experimental de la investigación que concluyó con la factibilidad de recuperar antimonio desde estos residuos, generando extracción por sobre el 90% del Sb en solución y comprobándose la selectividad de la resina para el antimonio por sobre los otros elementos en solución (Fe, As y Cu).

Además, los resultados muestran que es factible llevar a cabo un proceso selectivo de descarga de la resina, lo cual permite separar impurezas que fueron captadas en la etapa de extracción y así mejorar la selectividad global del proceso. Se observó que la reextracción del Sb es más eficiente con soluciones de elución a concentraciones más altas de HCl (superior a 6M). El As, en cambio, se reextrae en todo el rango de acidez evaluado (de 2M a 10M) con facilidad. El Fe y el Cu se reextraen sólo parcialmente e independiente de la concentración de HCl. Así, se puede generar como producto una solución rica en antimonio, adecuada para generar un producto comercial de este elemento, y que podría representar aproximadamente el 75% del antimonio inicial de acuerdo al comportamiento observado de la resina. Cabe destacar que esta solución está libre de otros elementos.

Índice

1	Introducción y aspectos generales	1
1.1	Introducción	1
1.2	Objetivo	2
1.3	Objetivos específicos	2
2	Antecedentes generales	3
2.1	Antecedentes generales	3
2.2	Mercado del Antimonio	7
2.3	Procesos aplicados para la recuperación de Sb.	10
2.3.1	Vía pirometalúrgica	10
2.3.2	Vía hidrometalúrgica	12
2.3.3	Extracción con disolventes orgánicos	13
2.3.4	Como subproducto de la refinación pirometalúrgica de Plomo:	14
2.4	Estabilidad de Sb en medio acuoso	17
3	Recuperación de Sb mediante IX	19
3.1	Antecedentes generales	19
3.1.1	Coeficiente de distribución:	22
3.1.2	Factor de separación:	22
3.1.3	Isoterma de extracción:	22

3.1.4 Cinética de intercambio iónico:	22
3.2 Estado del arte	23
4 Desarrollo experimental	27
4.1 Introducción.....	27
4.2 Equipos y Materiales.....	27
4.3 Procedimiento	28
4.3.1 Lixiviación.....	28
4.3.2 Intercambio iónico.....	28
5 Resultados y discusiones.....	31
5.1 Introducción.....	31
5.2 Caracterización del PLS	31
5.3 Pruebas de Carga de la Resina.....	32
5.3.1 Coeficientes de Distribución y Separación	37
5.4 Isotherma de Extracción.....	38
5.5 Cinética de Extracción	40
5.6 Pruebas de Elución.....	44
5.6 Balance y Flowsheet sugerido	47
6 Conclusiones y recomendaciones.	50
6.1 Conclusiones	50
6.2 Recomendaciones	50

Bibliografía.....	52
Anexos	53
Anexo A. Tablas de Resultados de Análisis Químico.....	53
Anexo B.....	56



Índice de Tablas

Tabla 1: Características del Antimonio.....	6
Tabla 2: Producción y reserva mundial de Antimonio en toneladas métricas	8
Tabla 3: Características Resina UR3300S.....	27
Tabla 4: Caracterización Química de la Solución A PLS Botadero Montecristo.....	32
Tabla 5: Caracterización química de la solución B PLS Polvos de Fundición.....	32
Tabla 6: Porcentaje de extracción por cada carga con PLS Botadero Montecristo.	33
Tabla 7: Porcentaje extracción por cada carga con PLS Polvos de Fundición.	33
Tabla 8: Coeficiente de distribución y factor de separación para las especies Sb– As.....	37
Tabla 9: Coeficiente de distribución y factor de separación para las especies Sb– Fe.	37
Tabla 10: Prueba de elución a distinta acidez para resina cargada con PLS Botadero Montecristo.	44
Tabla 11: Prueba de elución a distinta acidez para resina cargada con PLS Polvos de Fundición.....	46
Tabla 12: reextracción de Cu en pruebas de elución a distinta concentración de HCl.....	47

Índice de Figuras

Figura 1: Aspecto del antimonio elemental con su número y peso atómico.	4
Figura 2: Precio del metálico 99,6% de pureza entre 2014 y 2016.	7
Figura 3: Ubicación geográfica de los principales productores de antimonio en el mundo.	9
Figura 4: Aparato Harris.	16
Figura 5: Diagrama tensión-pH para el sistema $Sb - H_2O$ a 25°C.	17
Figura 6: Curva de avance Resina MX-2.	24
Figura 7: Curva de avance Resina C467.	24
Figura 8: Curva de avance Resina UR3300-S.	25
Figura 9: Agitador Shaker en funcionamiento para prueba de Isotherma de Extracción.	29
Figura 11: Resina de intercambio iónico.	30
Figura 10: Proceso de Intercambio Iónico.	30
Figura 12: Gráfico Prueba de Carga para Sb, PLS Botadero Montecristo.	34
Figura 13: Gráfico Prueba de Carga para Sb, PLS Polvos de Fundición.	34
Figura 14: Gráfico Prueba de Carga para As, PLS Botadero Montecristo.	35
Figura 15: Gráfico Prueba de Carga para As, PLS Polvos de Fundición.	35
Figura 16: Gráfico Prueba de Carga para Fe, PLS Botadero Montecristo.	36
Figura 17: Gráfico Prueba de Carga para Fe, PLS Polvos de Fundición.	36
Figura 18: Gráfico de Isotherma de Extracción de Sb en solución PLS de botadero Montecristo.	38
Figura 19: Gráfico de Isotherma de Extracción de Sb en solución PLS de polvos de fundición.	39

Figura 20: Gráfico de Isotherma de Extracción de As en PLS botadero Montecristo y polvos de fundición.	39
Figura 21: Gráfico cinética de extracción de Sb en PLS Botadero Montecristo.....	40
Figura 22: Gráfico Cinética de extracción de Sb en PLS Polvos de Fundición.....	41
Figura 23: Cinética de extracción para Cu, Fe y Sb en PLS Botadero Montecristo a T°Ambiente.	41
Figura 24: Cinética de extracción para Cu, Fe y Sb en PLS Botadero Montecristo a 45°C.....	42
Figura 25: Cinética de extracción para Fe y Sb en PLS Polvos de Fundición a T°Ambiente (18°C).....	43
Figura 26: Cinética de extracción para Fe y Sb en PLS Polvos de Fundición a 45°C.	43
Figura 27: Gráfico de elución de las distintas especies para resina cargada con PLS Botadero Montecristo.	45
Figura 28: Gráfico de elución de las distintas especies para resina cargada con PLS Polvos de Fundición.	46

Nomenclatura

- SX : Extracción por solventes
- IX : Intercambio iónico
- BV : Bed Volume
- PLS : Solución de lixiviación cargada
- EW : Electrowinning
- E : Potencial eléctrico
- V : Volt
- mV : Milivolt
- ENH : Electrodo normal de hidrógeno
- K : Kelvin
- °C : Grados Celsius
- g : Gramo
- kg : Kilogramo
- ton : Tonelada
- mL : Mililitro
- L : Litro
- h : Hora
- min : Minuto
- s : Segundo
- g/L : Gramos por litro
- ppm : Partes por millón
- m : Metro
- cm² : Centímetro cuadrado
- cm³ : Centímetro cúbico
- M : Molar



1 Introducción y aspectos generales

1.1 Introducción

El presente proyecto de memoria de título se sitúa en la necesidad de generar un valor comercial a los residuos emanados de los procesos pirometalúrgicos de la minería del cobre, utilizando la resina catiónica UR3300S para la recuperación de antimonio vía intercambio iónico.

Las etapas de pirometalurgia en minería generan residuos como escorias, polvos de fundición, residuos arsenicales y gases que contienen impurezas que traen los minerales, y la mayor parte de ellas son depositadas en botaderos. Las divisiones Chuquicamata y Ministro Hales de Codelco presentan algunas de las concentraciones más altas de residuos tóxicos, tales como el arsénico.

Dado que las políticas medioambientales han adquirido relevancia en la opinión general, Chile ha ido avanzando en las regulaciones respecto al manejo y desecho de residuos peligrosos, lo cual impacta en los costos de disposición. Existiendo este problema como antecedente, el siguiente proyecto busca recuperar un elemento presente en estos residuos; el antimonio.

El antimonio ha tenido relevancia en la industria de semiconductores, su utilidad como aleante, retardante de llamas y otros, esto sumado a su precio que hoy supera los 3,5 dólares por libra¹, además de que es un potencial candidato a generar valor al negocio de las fundiciones y contribuyendo a mitigar los niveles de contaminación en el norte de nuestro país.

Los residuos utilizados en esta investigación son muestras sólidas provenientes de:

- El botadero Montecristo, que es el lugar de confinamiento de los residuos sólidos peligrosos provenientes de las Plantas de Tratamiento de Arsénico de la División Chuquicamata (DCH) y de

¹ Fuente: <https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/antimony/mis-2016q4-antim.pdf>

la Planta de Tostación de la División Ministro Hales (DMH). Se ubica en el sector Montecristo, a la altura del km 12 de la Ruta 24, camino Chuquicamata –Tocopilla.

- Polvos de Fundición de Chuquicamata. Provenientes del horno flash, recolectado en precipitación electrostática.

Las pruebas de laboratorio se realizaron contactando la resina UR3300S, selectiva para antimonio, con el PLS generado a partir de estas muestras. Los resultados obtenidos son la base experimental para realizar la investigación sobre la factibilidad de recuperar antimonio desde estos residuos.

1.2 Objetivo

El objetivo de esta investigación es evaluar la recuperación de antimonio desde las muestras de residuos del botadero Montecristo y de polvos de fundición de Chuquicamata, mediante Intercambio Iónico.



1.3 Objetivos específicos

Los objetivos específicos de esta investigación son:

- Caracterización de la producción de Sb en el mundo, considerando usos, propiedades, mercado e industria.
- Evaluar la capacidad de la resina UR3300S para recuperar el Sb desde el PLS generado de la lixiviación de los residuos considerados.
- Proponer caminos de recuperación de Sb vía intercambio iónico.

2 Antecedentes generales

2.1 Antecedentes generales

El antimonio es el elemento químico número 51, que se encuentra en el grupo 15 de la tabla periódica y su símbolo es Sb. Es un elemento semimetálico; es similar a los metales en su aspecto y propiedades físicas, pero se comporta químicamente como un no metal. El antimonio en su forma elemental es un sólido cristalino, fundible, quebradizo, blanco plateado con las características que muestra la Figura 1, que presenta una conductividad eléctrica y térmica baja y se evapora a bajas temperaturas.²

El antimonio y sus sulfuros han sido usados por lo humanos al menos durante los últimos 6 milenios. El nombre antimonio viene de una latinización de la palabra árabe ("al-ithmīd"), que a su vez consistía en una arabización de la palabra latina stibium ("Banco de arena gris brillante"). (Chu Wan Yu, 1950)

El antimonio se encuentra en la naturaleza en numerosos minerales, aunque es un elemento poco abundante. Las estimaciones sobre la abundancia de antimonio en la corteza terrestre van desde 0,2 a 0,5 ppm. El antimonio es calcófilo, presentándose con azufre y con otros metales como plomo, cobre y plata.

El antimonio tiene una creciente importancia en la industria de semiconductores en la producción de diodos, detectores infrarrojos y dispositivos de efecto Hall. También es muy usado como aleante ya que este semimetal incrementa mucho la dureza y resistencia a esfuerzos mecánicos de la aleación, aunque es sustituible por otros productos metálicos.

Compuestos de antimonio en forma de óxidos, sulfuros, antimoniatos y halogenuros de antimonio se emplean en la fabricación de materiales resistentes al fuego, esmaltes, vidrios, pinturas y cerámicas. El trióxido de antimonio es el más importante y se usa principalmente como

² Fuente: <http://www.rsc.org/periodic-table/element/51/antimony>

retardante de llama. Estas aplicaciones como retardantes de llama comprenden distintos mercados como ropa, juguetes, o cubiertas de asientos.



Figura 1: Aspecto del antimonio elemental con su número y peso atómico.³

Dentro de sus aplicaciones metálicas están las baterías industriales, que incluyen las baterías de tracción en las locomotoras de las minas, carros del golf, baterías de "energía de emergencia", entre otros. El antimonio en aleación con el plomo es usado para ciertas piezas de la batería para las cuales la resistencia a la corrosión es necesaria. El antimonio es un componente menor pero importante de muchas soldaduras suaves, que son las soldaduras que funden a temperaturas bajo 625 K. Estas soldaduras pueden contener entre 0,5 y 3 % de antimonio. La función del antimonio en estas soldaduras es consolidar la soldadura y suprimir la formación del alótropos de estaño a bajas temperatura, lo que de otra manera degradaría la integridad estructural de los empalmes soldados en las temperaturas debajo del punto de la transición de

³ Fuente: <http://www.rsc.org/periodic-table/element/51/antimony>

fase (289 K).El antimonio se ha utilizado como un endurecedor para el plomo usado en la munición.

Como aplicaciones no metálicas se puede contar, por ejemplo, la punta de los fósforos de seguridad que contiene trisulfuro de antimonio. La combustión es una reacción exotérmica mantenida por los radicales libres internamente generados y el calor radiante. Los retardadores con halógeno de la llama actúan interfiriendo con el mecanismo de cadena radical en la fase de gas (la llama). Cuando son utilizados por sí mismos, los retardadores de la llama del halógeno se deben utilizar en cantidades muy grandes. Este problema es evitado agregando el trióxido del antimonio, que trabaja de forma conjunta con los halógenos, reduciendo la cantidad necesaria de retardante de llama y reduciendo también el coste del tratamiento total. El mecanismo del trabajo conjunto del antimonio y los halógenos se ha intentado explicar de varias maneras, pero ninguna es definitiva. Muchos plásticos comunes son susceptibles a la degradación por el calor y la luz ultravioleta (UV) y se deben proteger durante la vida de servicio los productos hechos de ellos por la adición de compuestos conocidos como estabilizadores. El antimonio ha sido utilizado desde los años 1950 como estabilizador de calor eficaces para el PVC, especialmente en las formas rígidas del plástico. El trióxido de antimonio se utiliza como catalizador en la polimerización del PET, que es un plástico usado en las botellas, películas, acondicionamiento de los alimentos, y muchos otros productos. Los compuestos del antimonio, junto con el dióxido de germanio, son los catalizadores preferidos para PET. (Norman, Nicholas C. 2010).

La Tabla 1 resume las principales propiedades y características del antimonio.

Tabla 1: Características del Antimonio⁴.

Características del antimonio	
Símbolo químico	Sb
Número atómico	51
Grupo	15
Periodo	5
Aspecto	gris plateado
Densidad	6697 kg/m ³
Masa atómica	121.760 u
Radio medio	145 pm
Radio atómico	133
Radio covalente	138 pm
Configuración electrónica	[Kr]4d105s25p3
Electrones por capa	2, 8, 18, 18, 5
Estados de oxidación	+3, -3, +5
Óxido	acidez media
Estructura cristalina	romboédrica
Estado	sólido
Punto de fusión	903.78 K
Punto de ebullición	1860 K
Calor de fusión	19.87 kJ/mol
Presión de vapor	2,49 × 10 ⁻⁹ Pa a 6304 K
Electronegatividad	2,05
Calor específico	210 J/(K·kg)
Conductividad eléctrica	2,88 × 10 ⁶ S/m
Conductividad térmica	24,3 W/(K·m)

⁴ Fuente: <http://elementos.org.es/antimonio>

2.2 Mercado del Antimonio

La Figura 2 muestra la variación del precio del antimonio desde el último cuarto del año 2014 al último cuarto del 2016. El valor actual del antimonio arroja un promedio en el mercado de 400 centavos la libra.

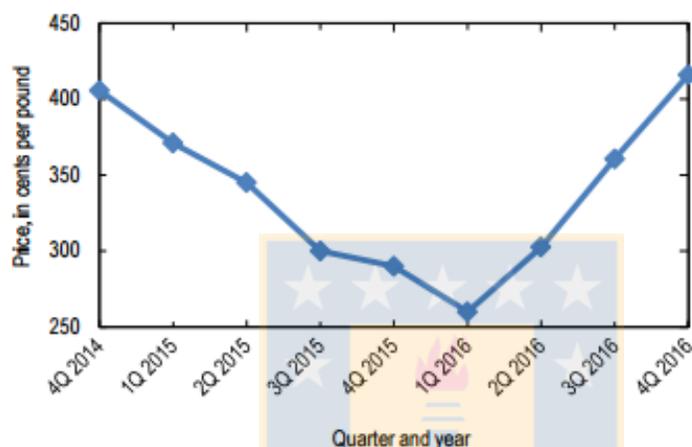


Figura 2: Precio del metálico 99,6% de pureza entre 2014 y 2016.⁵

El precio promedio del primer trimestre de 2016 del metal de antimonio continuó su tendencia descendente iniciada en el primer trimestre de 2014, disminuyendo a un promedio de \$ 2.60 por libra, su nivel más bajo desde 2009. El precio comenzó a aumentar en marzo de 2016 y promedió \$ 3.03 la libra durante el segundo trimestre de 2016. El precio aumentó a 3,52 dólares por libra en agosto, debido parcialmente a los recortes de producción en China y el anuncio de que la Reserva Estatal de China planificó comprar 10.000 toneladas de antimonio para su “National Stockpile” durante la segunda mitad de 2016. (USGS, 2017)

A pesar de los aumentos de precios en aquellos meses, el precio promedio durante los primeros 8 meses de 2016 fue alrededor del 14% inferior al del mismo período de 2015. China fue nuevamente el principal productor mundial de antimonio. La Asociación de la Industria de Metales No Ferrosos de China informó que la producción de minas y fundición disminuyó durante

⁵ Fuente: <https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/antimony/mis-2016q4-antim.pdf>

la primera mitad de 2016 en comparación con la del mismo período en 2015. Los productores redujeron la producción en respuesta a la disminución de precios y controles ambientales más estrictos de los gobiernos provinciales y nacionales. Durante el primer semestre de 2016, China produjo 48.300 toneladas de antimonio en concentrado y 106.000 toneladas de antimonio contenidas en óxido y metal, 12% menos y ligeramente menos, respectivamente, que en el mismo período de 2015. Durante el primer semestre de 2016, China importó 25.700 toneladas de antimonio en concentrado, un 25% más que en el mismo período de 2015. El Gobierno de China fijó una cuota de exportación de 54.400 toneladas (contenido de antimonio) de metal de antimonio y óxido de antimonio para 2016, un 8% menos que en 2015. (USGS, 2017)

La Tabla 2 muestra la producción mundial de antimonio en los últimos años y sus principales reservas.

Tabla 2: Producción y reserva mundial de Antimonio en toneladas métricas⁶

País	Producción		Reservas
	2015	2016	
Estados Unidos	—	—	60,000
Australia	3,700	3,500	160,000
Bolivia	4,200	4,000	310,000
Burma	3,000	3,000	NA
China	110,000	100,000	530,000
México	NA	NA	18,000
Rusia	9,000	9,000	350,000
Sudáfrica	—	—	27,000
Tajikistan	8,000	8,000	50,000
Turquía	2,500	2,500	NA
Vietnam	1,000	1,000	NA
Total Mundial	142,000	130,000	1,500,00

⁶ Fuente: Servicio Geológico de los Estados Unidos USGS

El consumo mundial de antimonio primario y secundario se estimó en alrededor de 188.000 toneladas en 2016, un ligero aumento con respecto a 2015, debido principalmente al aumento del consumo para estabilizadores térmicos de plásticos, retardadores de llama y baterías de plomo-ácido. Asia representó más del 50% del consumo mundial de antimonio en 2016.

La Figura 3 es un mapa que muestra los principales países productores de antimonio en el mundo.

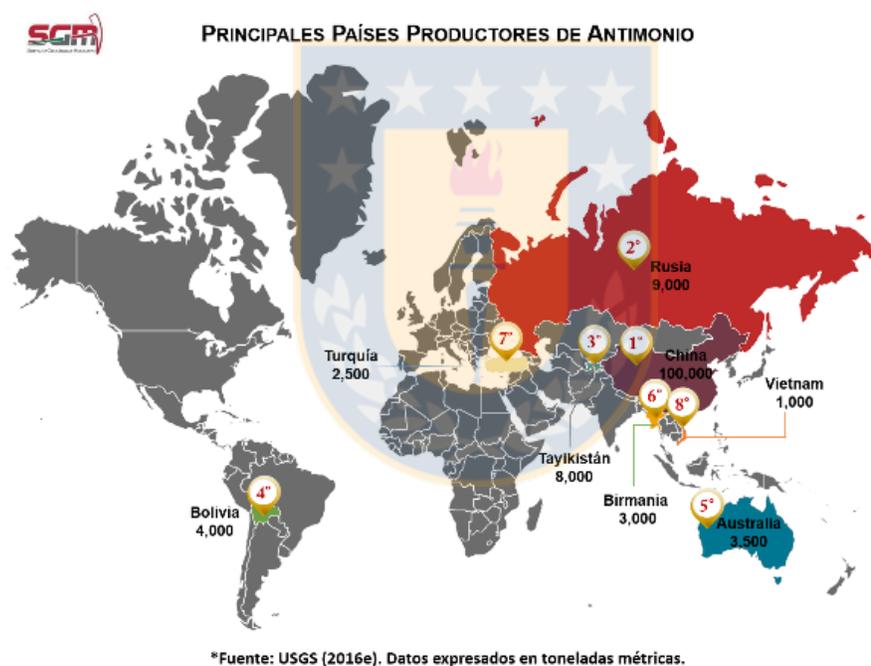


Figura 3: Ubicación geográfica de los principales productores de antimonio en el mundo.⁷

⁷ Fuente: Servicio Geológico de los Estados Unidos USGS

2.3 Procesos aplicados para la recuperación de Sb.

El antimonio se encuentra en la naturaleza en numerosos minerales, aunque es un elemento poco abundante. Normalmente está en forma de sulfuros; la principal mena de antimonio es estibina Sb_2S_3 . Con frecuencia se asocia al plomo o zinc, al oro, al arsénico, al mercurio, al wolframio y al cobre. El propio carácter migratorio del antimonio hace que estas mineralizaciones se encuentren generalmente aisladas o en proximidades de cuerpos intrusivos. En general se trata de yacimientos de pequeño tamaño. (Norman, Nicholas C. 2010)

El antimonio forma un número muy grande de compuestos. El antimonio y muchos de sus compuestos son tóxicos, debiéndose tener los mayores cuidados posibles en su manipulación. Los procesos de recuperación del antimonio pueden ser complejos. Las diferentes alternativas para producir antimonio, ya sea como subproducto, o como producto principal partiendo de sus minerales son:

2.3.1 Vía pirometalúrgica⁸

Los principales tratamientos pirometalúrgicos a los que se pueden someter los minerales sulfurados de antimonio ricos (crudos, minerales separados y concentrados de flotación), son:

a) Reducción directa del sulfuro

En la metalurgia del antimonio a partir de sus sulfuros (estibina Sb_2S_3) según el método inglés, se separa el antimonio del azufre al añadir al fundido de estibina hierro metálico, ya que el FeS es mucho más estable que el Sb_2S_3 , verificándose la reducción directa del sulfuro mediante la reacción:



Por el alto peso específico del sulfuro de hierro, resulta difícil la separación posterior del antimonio y es preciso añadir sulfuro sódico, que se combina con el sulfuro de hierro, formándose

⁸ Ref. Bibliográfica: Ros Moreno, Antonio. Metalurgia del Antimonio, 2009.

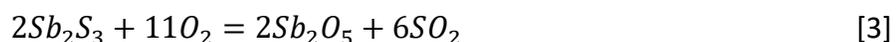
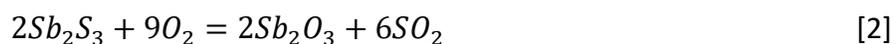
una mata fusible y con bajo peso específico. Esta mata flota en el antimonio líquido, y los productos se separan fácilmente. Esta fusión con precipitación se basa en la precipitación del metal del sulfuro fundido por la adición de otro metal más afín con el azufre. Este procedimiento puede ser ejecutado en todos los hornos conocidos, como hornos de reverbero, de cuba, de crisol y similares. Constituye un gran inconveniente del método el hecho de perderse las cantidades de hierro necesarias para la reacción; pero se hace posible la ejecución económica mediante la recirculación del hierro, previo tratamiento de calcinación y reducción, al proceso principal de recuperación del antimonio.

Las reacciones del mineral de antimonio con hierro metálico se realizan a temperaturas de 1.000- 1200°C; obteniendo un antimonio metálico que posteriormente se refina fundiéndolo con un poco de nitrato potásico para oxidar el arsénico, el plomo, el azufre, entre otros que pueden acompañarlo. El proceso, en conjunto, permite obtener un antimonio metálico de calidad adecuada, con un mínimo consumo de hierro, y la posible recuperación de otros metales que lo acompañan mediante volatilización en la calcinación del residuo de hierro, además del posible aprovechamiento del SO_2 .

b) Tostación y reducción

La estibina nativa es tostada en el aire para quitarle el azufre y el óxido blanco se reduce después con carbón (coque). La tostación se realiza para transformar los sulfuros en óxidos, los cuales son más fáciles de reducir. La oxidación precisa una temperatura lo suficientemente alta para producir la necesaria afinidad entre el oxígeno y el compuesto a oxidar. La temperatura más baja utilizada en el proceso es de 600°C. Normalmente la temperatura oscila, según el tipo de materia prima y del horno, de 750 a 950°C.

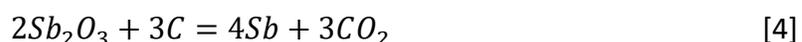
Mediante el tostado del sulfuro de antimonio se obtiene óxido de antimonio (III y V), Sb_2O_3 y Sb_2O_5 respectivamente, según las reacciones:



A partir del óxido obtenido por la operación previa de tostación oxidante a la que se ha sometido la mena, se realiza el calentamiento a elevada temperatura con reactivos reductores

(coque) para originar un metal fundido o una aleación u otro producto, pero siempre al estado fundido.

Las reacciones de reducción que se producen son:



El gran inconveniente que se observa en este proceso de oxidación-reducción de la estibina es la contaminación atmosférica producida por el SO_2 , ya que su concentración es insuficiente para obtener ácido sulfúrico. Por otra parte, se presentan las posibles emisiones de CO_2 .

El metal de antimonio obtenido, como en el caso anterior, se refina fundiéndolo con un poco de nitrato potásico, para oxidar el arsénico, el plomo, el azufre, etc., que pueden acompañarlo.

2.3.2 Vía hidrometalúrgica⁹

Se basa en el beneficio de la “tetraedrita argentífera”, un sulfuro complejo de plata, cobre y antimonio que no puede triturarse y someterse a separación por vía física. Se concentra este mineral, separándolo de la pirita. Luego se lixivia la tetraedrita (por partidas sucesivas) con una solución caliente de sulfuro sódico, dejando reposar y filtrando. La disolución obtenida es electrolizada en pilas de diafragma.

En la fábrica de Bunker Hill and Sullivan Mining and Concentrating Co., Kellogg, Idaho, los concentrados de tetraedrita ($SCu_2 * S_3Sb_2$) se mezclan con carbonato sódico, sulfato sódico y carbón, y se cargan en un horno eléctrico de tres electrodos; del electrolito, que contiene el tioantimoniato sódico, SbS_4Na_3 , se hace depositar el antimonio sobre cátodos de chapa de acero (ánodos de chapa de plomo).

⁹ Ref. Bibliográfica: Ros Moreno, Antonio. Metalurgia del Antimonio, 2009.

El antimonio depositado en los cátodos se recoge de ellos cada seis días. El electrolito agotado, que contiene de 2 a 5 g/L, retorna a los tanques de lixiviación. Como el antimonio es quebradizo, no ofrece dificultad el recogerlo de los cátodos.

2.3.3 Extracción con disolventes orgánicos¹⁰

Son conocidos numerosos procedimientos metalúrgicos aptos para controlar las concentraciones de antimonio en las soluciones en que viene a encontrarse como elemento indeseable como lo son el intercambio iónico o la extracción con disolventes; así ocurre en las soluciones de descarga de celdas para la electrorrefinación del cobre. Como ejemplo de las posibilidades de la extracción con disolventes en la metalurgia del antimonio, se presenta el proceso desarrollado por la empresa italiana “Nuova Samin S.p.A.” para la separación del antimonio de soluciones ácidas que lo contengan.

El procedimiento citado comprende las etapas de poner en contacto, en contracorriente o en equicorriente, la solución ácida conteniendo iones de antimonio con un diluyente orgánico inmiscible con agua, constituido esencialmente por hidrocarburos, alcoholes o sus mezclas, conteniendo disuelto al menos un poliol, en particular y preferiblemente un diol, extrayendo dicho poliol el antimonio, el cual es luego reextraído mediante un contradisolvente. De entre los polioles susceptibles de ser empleados según el procedimiento de “Nuova Samin S.p.A.” cabe citar los dioles con un número de átomos de carbono superior o igual a 7 y los trioles con un número de átomos de carbono superior o igual a 10. En particular, de entre los dioles cabe citar el octan-1, 2-diol, el decan-1, 2-diol, el dodecan-1, 2-diol, el tetradecan-1, 2-diol (TDD) y el hexadecan-1, 2-diol. La concentración de los polioles en el diluyente está comprendida entre el 1% y el 25 %, preferiblemente entre el 5 % y el 15 %.

Como diluentes pueden emplearse, solos o en mezcla, compuestos hidrocarbúricos alifáticos, aromáticos y nafténicos, alcoholes monooxidrílicos y compuestos etéreos.

¹⁰ Fuente: Procedimiento para la separación del antimonio de soluciones ácidas que lo contengan. Nuova Samin S.p.A. Patente de Inversión ES 2010077.

La reextracción del antimonio de la fase orgánica puede ser efectuada sin dificultades empleando un contra disolvente constituido por soluciones alcalinas, neutras, ácidas o soluciones salinas ácidas. Preferiblemente se emplea una solución acuosa neutra o bien alcalina. La acuosa procedente de la fase de reextracción contiene una disolución de antimonio purificada y que puede ser tratada mediante electrólisis y/o cristalización. En la descripción expuesta, el ciclo de obtención del producto final es el paso final y último del proceso por el cual se consigue la producción de antimonio de alta pureza en forma metálica por electrólisis o en forma de compuesto químico, como por ejemplo, sales de antimonio por cristalización.

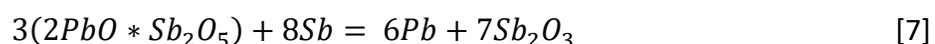
2.3.4 Como subproducto de la refinación pirometalúrgica de Plomo:¹¹

El refinado de plomo, en el proceso de refinación pirometalúrgica del plomo, contiene impurezas como cobre, estaño, arsénico, bismuto y antimonio, que influyen desfavorablemente sobre las propiedades mecánicas y la resistencia a los ataques químicos. Los métodos de eliminación del antimonio son los siguientes:

- a) Oxidación selectiva sencilla: Al tener este metal mayor afinidad hacia el oxígeno que el plomo, puede separarse de él por oxidación, cediendo el plomo oxidado al mismo tiempo parcialmente su oxígeno al antimonio según la ecuación:



El óxido antimonioso es oxidado por el aire formando óxido antimónico que se combina con el óxido plumboso para formar antimoniato de plomo, el cual puede oxidar más al antimonio.



¹¹ Ref.Bibliográfica: Rovira Pereira, Abelardo. Metalurgia del Plomo. UPCT.

El óxido plumboso forma con arsénico, antimonio y estaño, arseniato de plomo líquido, antimoniato de plomo líquido y estannato de plomo sólido, respectivamente. Estos productos son llamados “costras de arsénico, antimonio o estaño”. Se forma litargio puro, lo cual significa el fin del proceso de oxidación.

Este proceso parte de un plomo de proceso procedente del horno de fusión y la operación es una fusión oxidante que se realiza en un horno de reverbero.

b) Método Harris:

Este método está basado en el hecho de que los compuestos de mayor grado de oxidación de estaño, arsénico y antimonio pasan, calentados con una sal alcalina, a compuestos alcalinos que están prácticamente exentos de plomo. La facilidad de oxidación de los elementos arsénico, estaño, antimonio y plomo decrece en el siguiente orden: $As > Sn > Sb > Pb$. El antimonio es parcialmente oxidado mientras que el plomo contenga arsénico y estaño, y sólo cuando estos dos elementos están oxidados, se aumenta la oxidación del antimonio, mientras que la del plomo no comienza hasta que todo el antimonio está oxidado. Se basa este procedimiento en dos principios: uno es oxidar, mediante aire (que es un oxidante débil si el tiempo de oxidación es pequeño) o un oxidante enérgico, como nitrato sódico, las impurezas más oxidables que el plomo a partir de un plomo de obra descubrizado en fase líquida; y el otro, es la reacción de los óxidos formados con el hidróxido sódico fundido, con formación de una sal alcalina en fase sólida de arseniatos, estannatos, antimoniatos y cincatos sódicos, de los cuales sólo el arseniato sódico (Na_3AsO_4) tiene cierta solubilidad en el fundido de hidróxido sódico ($NaOH$), por ello los estannatos (Na_2SnO_3), antimoniatos (Na_3SbO_4) y cincatos sódicos (Na_2ZnO_2), están en suspensión en el fundido, actuando la mayor parte del hidróxido sódico como matriz para la suspensión de los otros óxidos, por ello la viscosidad del fundido de $NaOH$ aumenta cuando aumenta la concentración de sales de sodio suspendidas en él. Si el contenido final de la materia sólida de la suspensión es del 60 al 70 %, su viscosidad aumenta tanto, que las reacciones químicas se desarrollan con una lentitud anti económica, en cuyo caso se considera al fundido como saturado.

Posterior a la extracción del As y Sn, el plomo se enfría a 420°C, y se rellena el cilindro del equipo Harris (Figura 4) con 2000kg de sal regenerada, se pone en marcha la bomba, al mismo tiempo que se adiciona a la sal 75kg/h de nitrato sódico, comenzándose la extracción de antimonio, que se estima en razón de 110kg/h, originándose unas espumas con el 25% de Sb.

El proceso de extracción del antimonio se completa con una pequeña oxidación de plomo, lo que produce espumas con brillo opalino. Las espumas se granulan con agua y se mantienen en suspensión hasta filtrarlas; el filtrado se evapora para recuperar el $NaOH$ y el queque se lava con agua, obteniéndose antimonio blanco higroscópico y de manejo peligroso, al igual que el lodo de arseniato, que se seca, se muele en molino de martillos y se criba a tamaños de 60 μ m. Este producto tiene: Sb 48%, Na 8%, Pb 0.15%, As<0.1%, Sn<0.3% y Sb_2O_3 <0.05%.

Las ventajas de este método están en la producción de productos intermedios libres de plomo, de manera que también las pérdidas en metal noble son muy pequeñas. Además se recuperan las sales utilizadas hasta en un 95% puras.

La Figura 4 muestra el Aparato Harris, que es el equipo utilizado en este proceso.

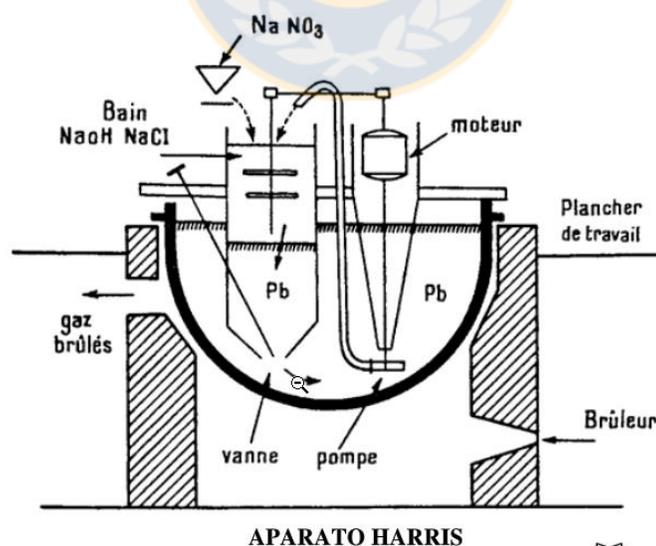


Figura 4: Aparato Harris¹².

¹² Fuente: Rovira Pereira, Abelardo. Metalurgia del Plomo. UPCT.

2.4 Estabilidad de Sb en medio acuoso

Para analizar la estabilidad del Sb en medio acuoso es necesario conocer algunas características de la solución en la que se encuentra. Los factores que modelan el comportamiento termodinámico de las distintas especies en solución son la temperatura, la actividad y los elementos presentes. Una herramienta de análisis de los campos de estabilidad son los diagramas tensión-pH, o diagramas Pourbaix (Figura 5). Este diagrama tiene en cuenta los equilibrios electroquímicos y define el dominio de estabilidad para el electrólito, el metal y los compuestos relacionados, por ejemplo, óxidos, hidróxidos e hidruros. Tales diagramas se construyen a partir de cálculos basados en la ecuación de Nernst y en las constantes de equilibrio de distintos compuestos metálicos.

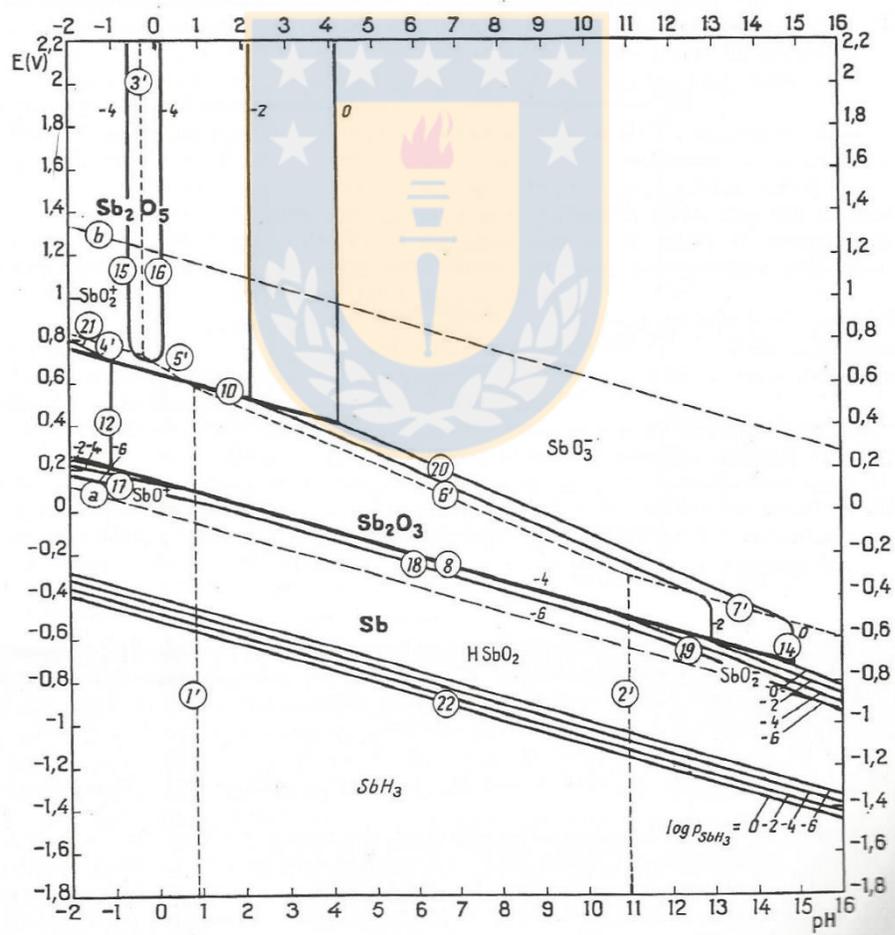


Figura 5: Diagrama tensión-pH para el sistema $Sb - H_2O$ a $25^\circ C$.¹³

¹³ Fuente: Pourbaix M. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions, 1966. pág 527.

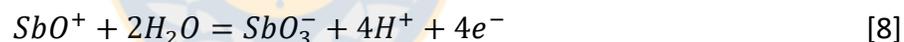
Las soluciones utilizadas en el desarrollo experimental de las pruebas de intercambio iónico son producto de la lixiviación ácida de muestras sólidas. Sus características de tensión y pH son:

- PLS de botadero Montecristo, pH= 0.77 y potencial= 624mV/ENH;
- PLS de polvos de fundición, registra un pH=0.4 y potencial= 627mV/ENH.

Al analizar el diagrama Pourbaix para el Sb (Figura 5) se observa que la estabilidad del antimonio en medio acuoso está dada para la formación de trióxido de antimonio (Sb_2O_3), siendo termodinámicamente estable en presencia de agua y soluciones acuosas libres de agentes reductores y agentes oxidantes potentes.¹⁴

Sin embargo, experimentalmente se obtuvo Sb en solución cuya estabilidad en medio acuoso estaría afectada por la alta concentración iónica, especialmente arsénico. Dada las condiciones de acidez y potencial de las soluciones estudiadas el antimonio en estado de oxidación +3 y +5, específicamente en la zona del equilibrio SbO^+ / SbO_3^- representada por la recta (5') de la Figura 5.

La Ecuación 8 es la reacción que representa el equilibrio SbO^+ / SbO_3^-



La Ecuación 9 es la que determina la tendencia a la formación de una especie u otra:

$$E_o = 0.704 - 0.1182pH + 0.0295 \log \frac{(SbO_3^-)}{(SbO^+)} \quad [9]$$

¹⁴ Pourbaix M. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions, 1966. pág 529.

3 Recuperación de Sb mediante IX

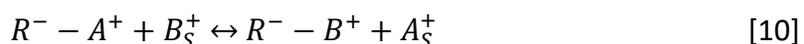
3.1 Antecedentes generales

El intercambio iónico es una operación de separación basada en la transferencia de materia fluido-sólido. En el proceso de intercambio iónico ocurre una reacción química en la que los iones móviles hidratados de un sólido son intercambiados por iones de igual carga de un fluido.

Este proceso consiste en pasar el fluido sobre un intercambiador catiónico y/o aniónico sólido, que comúnmente es una resina, reemplazando los cationes y/o aniones por el ion hidrógeno (H^+) y/o el ion hidroxilo (OH^-), respectivamente.

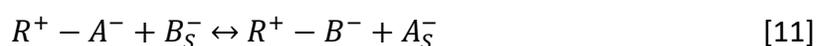
La eficiencia de este proceso depende de factores como la afinidad de la resina por un ion en particular, el pH del fluido, la concentración de iones, la temperatura y la difusión; éste último factor está en función de la dimensión del ion, carga electrostática, temperatura, estructura y tamaño del poro de la resina.

Cuando el intercambiador iónico generalmente sólido posee en su estructura cargas negativas será capaz de retener e intercambiar iones cargados positivamente, llevándose a cabo la reacción de intercambio catiónico.



Donde R^- representa al intercambiador catiónico, A^+ al catión intercambiable del sólido y B_S^+ al catión intercambiable de la disolución que pasa por el sólido; por simplicidad se ha representado al catión como monovalente, pero puede tener cualquier carga.

Cuando el intercambiador iónico generalmente sólido posee en su estructura cargas positivas será capaz de retener e intercambiar iones cargados negativamente, llevándose a cabo la reacción de intercambio aniónico.



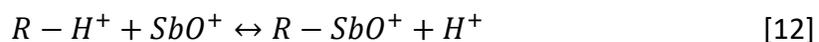
Donde R^+ representa al intercambiador aniónico, A^- al anión intercambiable del sólido y B_s^- al anión intercambiable de la disolución que pasa por el sólido; por simplicidad se ha representado al anión como monovalente, pero puede tener cualquier carga.

Los primeros productos empleados en la industria como intercambiadores iónicos fueron las zeolitas inorgánicas de origen natural, como los silicatos de aluminio; después se introdujeron los intercambiadores iónicos orgánicos, generados a partir de productos naturales sulfonados como el carbón, la lignita y la turba; sin embargo, en la actualidad se utilizan resinas sintéticas en su mayoría de poliestireno-divinilbenceno conocidas como resinas de intercambio iónico.

En general, las resinas de intercambio iónico están constituidas por productos polímeros de elevado peso molecular, insolubles, que contienen grupos funcionales (positivos o negativos) capaces de intercambiar iones con una solución.

El proceso de intercambio iónico con resinas sólidas se emplea ampliamente en los campos de la hidrometalurgia y de procesos químicos. También es aplicable al tratamiento de efluentes como agua ácida de mina en cuyo caso las resinas presentan condiciones más favorables que la extracción por solvente, permitiendo extraer en forma eficiente concentraciones incluso inferiores a los 10mg/L. Además, presenta un equilibrio más favorable en condiciones de mayor acidez.

La reacción que representa el proceso de IX para Antimonio puede representarse mediante la ecuación:



La ventaja de las resinas de intercambio iónico es que tienen habilidad para recuperar la capacidad original mediante el tratamiento con una solución que puede ser ácido, base o sal (según la resina y el uso) que desplace los iones retenidos por la resina y los remplace por iones deseados. Este procedimiento se llama regeneración, re-extracción o elusión y se realiza cuando la resina agota su capacidad, permitiendo de ésta manera utilizar la resina una y otra vez.

Las resinas sintéticas de intercambio iónico son pequeñas sustancias granuladas e insolubles que consisten en una matriz polimérica reticulada por la acción de un agente entrecruzante y con grupos inorgánicos que actúan como grupos funcionales; el

entrecruzamiento confiere a la resina estabilidad y resistencia mecánica, así como insolubilidad, (Opazo Herlitz, 2015).

Algunas propiedades importantes para una matriz son:

-Inchabilidad: adsorción de agua (alcanza hasta 4 veces el volumen de la resina seca)

-Resistencia mecánica

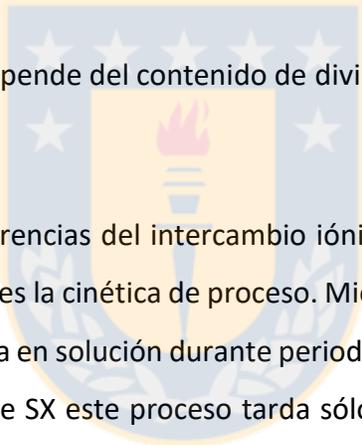
-Resistencia a la abrasión

-Velocidad de intercambio

-Selectividad

-Capacidad de intercambio

Cada una de estas propiedades depende del contenido de divinilbenceno.



Una de las principales diferencias del intercambio iónico con resinas y la extracción por solventes utilizando fase orgánica es la cinética de proceso. Mientras que para el proceso de IX se necesita contactar y agitar la resina en solución durante periodos de horas para trazar la isoterma y analizar la cinética, en el caso de SX este proceso tarda sólo segundos. Esto se debe a que el proceso de intercambio iónico está controlado por la difusión de los iones en la partícula, y en algunos casos es el film que rodea a ésta. Así, los iones deben difundirse en el interior de la resina para que ocurra el intercambio, siendo el grado de empaquetamiento o reticulación el que dificulta la movilidad de los iones participantes.

Para el caso de SX, la reacción química que controla la cinética del proceso tiende a ser muy rápida puesto que el contacto entre las fases es líquido-líquido. La agitación, sin embargo, siempre debe estar presente.

El tiempo de carga en el modelo de difusión de Fick para el control de difusión en la partícula está determinado por:

$$t = -\ln(1 - X^2) \frac{R_0^2}{D\pi^2} \quad [13]$$

Con,

R_0 : tamaño partícula de resina

D : coeficiente de difusión del ion en la resina

X : fracción iónica en la solución.

3.1.1 Coeficiente de distribución:

Al igual que en SX se define este parámetro de equilibrio de un ión entre la fase acuosa y la fase resina.

$$D_{Me} = \frac{\text{Concentración del metal en la resina}}{\text{Concentración del metal en la fase acuosa}}$$

3.1.2 Factor de separación:

Corresponde a la medida de la selectividad de la extracción

$$S_F = \frac{\text{Coeficiente de distribución del metal A}}{\text{Coeficiente de distribución del metal B}}$$

3.1.3 Isotherma de extracción:

Es equivalente a SX y corresponde a la curva de equilibrio de distribución de un metal entre la fase resina y la fase acuosa a una temperatura fija y para una determinada composición de las fases acuosa y fase resina.

3.1.4 Cinética de intercambio iónico:

Cuando se estudia una aplicación del proceso de IX se debe considerar el estudio a nivel de partícula y de lecho de resina, el cual dice relación con el equipo a considerar, usualmente una columna.

3.2 Estado del arte

Se presentan a continuación tres estudios que han sido considerados en el estado del arte de la utilización de la resina UR3300S para recuperación de antimonio (a) y en los reactivos de elución utilizados para la reextracción del mismo elemento desde resinas de intercambio iónico (b y c)

a) Marco Cifuentes, 2016:

El antimonio en el electrolito de la Refinería Chuquicamata genera impurezas en los cátodos de cobre. Se probó en una planta piloto de intercambio iónico, ubicada en la Universidad de Santiago de Chile, la recuperación de Antimonio a partir de diferentes resinas.

En dicho estudio se usaron tres resinas: MX-2, UR-3300S y Duolite C-467 que permitieron el control de Sb en el electrolito en una concentración no superior a 0,3 g /L.

Se montó una columna de intercambio cuyos parámetros utilizados fueron: volumen de resina 0,108, periodo de carga de 4 h, alimentación a la columna: 1 L/h electrolito, volumen total: 4 litros de electrolito, temperatura de la solución 60 °C, elución (1 h) (Solución de HCl 6M), 13 ciclos en total. La solución electrolítica utilizada procedía de la Refinería Chuquicamata.

Los resultados mostraron que el mejor comportamiento para la extracción de antimonio sigue la secuencia UR3300S> Duolite C 467> MX 2. Las figuras 6, 7 y 8, muestran las curvas de avance de las resinas que grafican la concentración de Sb en resina v/s el número de volúmenes de resina o bed volume (BV).

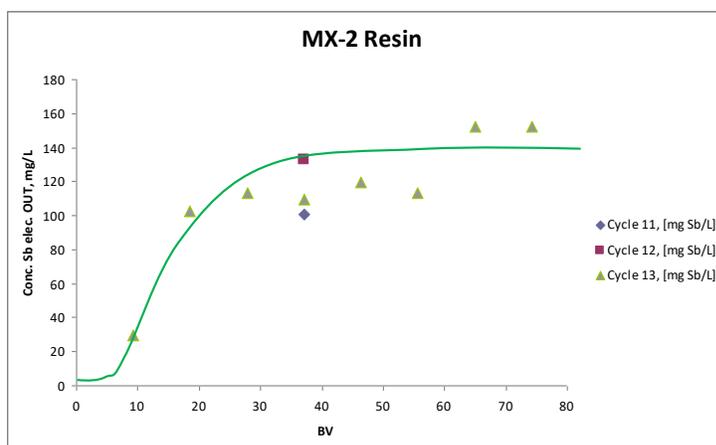


Figura 6: Curva de avance Resina MX-2.¹⁵

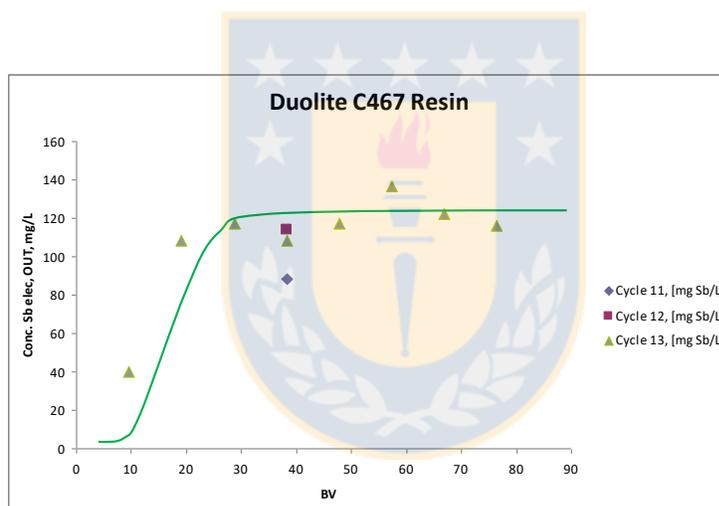


Figura 7: Curva de avance Resina C467.¹⁶

¹⁵ Cifuentes Marco, A comparative study of ion exchange process for the extraction of antimony. Conference: Copper 2013, At Santiago, Chile, Volume: 3.

¹⁶ Cifuentes Marco, A comparative study of ion exchange process for the extraction of antimony. Conference: Copper 2013, At Santiago, Chile, Volume: 3.

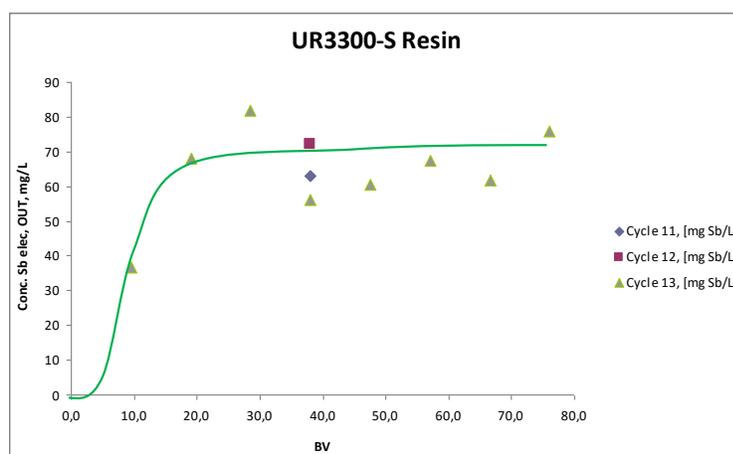


Figura 8: Curva de avance Resina UR3300-S.¹⁷

b) Patricio Riveros, 2013:

Se determinó experimentalmente que el reactivo tiourea $SC(NH_2)_2$ también conocido como tiocarbamida, tiene la capacidad de acelerar la tasa de desorción del antimonio (V) con ácido clorhídrico, dando como resultado una elución sustancialmente completa del antimonio (V) de aminofosfónicas en un tiempo relativamente corto. También se ha encontrado que el uso de tiourea no interfiere con la elución eficaz conocida de antimonio (III) con ácido clorhídrico.

El método comprende poner en contacto una resina de intercambio iónico cargada de antimonio con una solución que comprende ácido clorhídrico, que tiene una concentración de al menos 3 M y tiourea, para eluir tanto el antimonio (V) como la mezcla de antimonio (III) y antimonio (V) de la resina de intercambio iónico. La tiourea puede tener una concentración tan baja como 0,002 M, dependiendo de la concentración de ácido clorhídrico. Se espera que otros ácidos halogenados, tales como el ácido bromhídrico (HBr) y el ácido hidrónico (HI) proporcionen resultados similares, pero esto no sería económicamente factible a escala industrial, teniendo en

¹⁷ Cifuentes Marco, A comparative study of ion exchange process for the extraction of antimony. Conference: Copper 2013, At Santiago, Chile, Volume: 3.

cuenta el coste prohibitivo actual de tales ácidos; de manera similar, la naturaleza altamente peligrosa del ácido fluorhídrico, además de su costo, impediría su uso.

c) E.A Román, 1999:

Se probó una planta piloto de intercambio iónico, proporcionada por Mesco Inc., para el control del antimonio en el electrolito de tres plantas chilenas de electrorefinación de cobre: Chuquicamata, Potrerillos y Enami -Ventanas. La planta piloto, con una capacidad de extracción nominal de 1,2 kg Sb/día, funcionó conectada a circuitos tanto experimentales como comerciales, realizando un total de 310 ciclos de carga y elución. Una innovación en este procedimiento es el uso de un reactivo de elución orgánico quelante, que presenta algunas ventajas sobre el tradicional HCl 6M. Este nuevo eluyente es susceptible de regeneración y reciclado continuos con alta eficiencia de recuperación. La eliminación de antimonio a partir de concentraciones iniciales de 0,5 a 0,6 g/L de Sb hasta concentraciones estables de 0,1 a 0,06 g/L de Sb, dio como resultado la producción de cátodos de cobre de Grado A con contenidos de Sb por debajo de 0,1 ppm. Los sedimentos anódicos mostraron contenidos de Sb menor a 1%.

4 Desarrollo experimental

4.1 Introducción

Se desarrollaron pruebas experimentales con el objetivo de conocer y analizar el comportamiento de la resina UR3300S en la recuperación de antimonio desde dos soluciones con esta especie en solución. Las soluciones utilizadas fueron generadas en laboratorio y sus características son especificadas más adelante.

Las pruebas experimentales se llevaron a cabo a escala de laboratorio en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción.

La resina empleada es UR3300S, intercambiador catiónico ácido, selectiva para los iones de antimonio. Sus características se especifican en Tabla 3.

Tabla 3: Características Resina UR3300S¹⁸

Fabricante	Marca	Nombre	Tipo	Matriz	Aplicación	Otros
Unitika	Unicellex	UR3300S	Quelante	Fenólica	Separación de metales en soluciones ácidas	Aminofosfónica, forma H^+ , malla 20-60

4.2 Equipos y Materiales

Los equipos de laboratorio utilizados durante el desarrollo experimental de la investigación fueron:

- Vasos precipitados de 100, 250, 500 y 1000 mL.
- Agitador mecánico

¹⁸ <http://dardel.info/IX/AllResins> información del fabricante.

- Probetas graduadas de 10, 100 y 500 mL.
- Pipetas de 5 y 10 mL.
- Filtro al vacío
- Agua destilada
- Ácidos, HCl y H_2SO_4
- Papel filtro
- Kitasato y embudos
- Agitador Shaker
- Frascos de muestras y análisis
- Equipo de protección personal

4.3 Procedimiento

Las pruebas experimentales se llevaron a cabo en el siguiente orden y con las especificaciones detalladas a continuación:



4.3.1 Lixiviación

Generación de PLS

Conociendo las condiciones óptimas de operación se generó solución utilizando matraz de 2L para un volumen de solución de 1L, 75g/L de H_2SO_4 , a 60°C con agitación 380RPM durante 1 hora. Se utilizó el mismo procedimiento para muestras del botadero Montecristo y para los polvos de fundición. Se generó un stock de 4L de solución por cada muestra. Se enviaron ambas muestras a análisis químico.

4.3.2 Intercambio iónico

Acondicionamiento de la resina:

Se realizó un acondicionamiento de la resina utilizando una solución de ácido clorhídrico 6M. El acondicionamiento se realizó a una razón 1g de resina/15 mL de solución y se dejó reposar

por 15 horas. Luego, la resina fue lavada con agua, filtrada y se secó a temperatura ambiente. Se registró el volumen ocupado por la resina en agua.

Prueba de carga:

En un vaso de 500 mL se contactaron 6,25 g de resina con 250 mL de solución PLS. Se agitó a 300 RPM por 2 horas y se filtró, luego se recargó con solución fresca. Se repitió este procedimiento para completar un total de 3 cargas. Se enviaron muestras de cada solución filtrada a análisis químico.

Isoterma de extracción:

En un agitador Shaker (como se muestra en Figura 9) se pusieron a agitar 6 vasos de 250 mL con 1g de resina y distintos volúmenes de PLS cada uno. Se agitó por 8 horas a 150 RPM. Los volúmenes de solución ocupados son 200, 150, 75, 50, 25 y 10 mL. Luego se filtró cada vaso y se enviaron muestras de la solución a análisis químico.



Figura 9: Agitador Shaker en funcionamiento para prueba de Isoterma de Extracción.

Cinética de extracción:

En un vaso de 600 mL se contactaron 400mL de solución PLS con 10 g de resina. Se agitó a 300 RPM y con una pipeta de 10 mL se tomaron muestras de 5mL a distintos tiempos

establecidos. Los tiempos son 5, 10, 15, 30, 60 y 240 minutos. La agitación se detuvo a las 8hrs y se tomó muestra de tiempo final. Las muestras se enviaron a análisis químico. Luego, se realizó el mismo procedimiento, ahora en matraz a 45°C.

Pruebas de Elución:

En 4 vasos de 250mL se contactaron 2g de resina cargada con 50mL de solución de descarga a distintas concentraciones de ácido; HCl 2M, HCl 4M, HCl 8M, HCl 10M. Se dejaron agitando a 150 RPM en agitador Shaker durante 8hrs. Se filtraron las muestras y las soluciones se enviaron a análisis químico.

Las Figuras 10 y 11 son fotografías registradas en laboratorio:

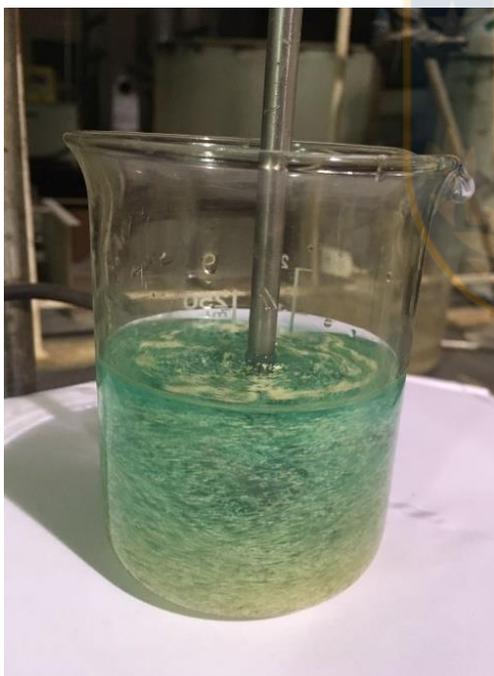


Figura 11: Proceso de Intercambio Iónico.



Figura 10: Resina de intercambio iónico.

5 Resultados y discusiones

5.1 Introducción

Se presentan a continuación los principales resultados de las pruebas realizadas y las discusiones asociadas a estos. El análisis químico de muestras sólidas y líquidas fue desarrollado en el laboratorio de DIMET.

Los resultados que se entregan corresponden al análisis de cobre, hierro, arsénico y antimonio presentes en las distintas pruebas. En estas, dos soluciones de lixiviación fueron contactadas con la resina UR3300S, midiendo distintos parámetros de comportamiento de la resina en la solución.

Los resultados se agrupan en las siguientes categorías de pruebas:

- Pruebas de Carga
- Isotherma de Extracción
- Cinética de Extracción
- Pruebas de Elución



5.2 Caracterización del PLS

Se obtuvieron dos tipos de PLS, uno a partir de la lixiviación del residuo arsenical de Montecristo y otro a partir de la lixiviación de los polvos de fundición.

A partir de pruebas previas¹⁹ al desarrollo experimental se determinó que las condiciones óptimas de lixiviación para la mayor recuperación de Sb y As en solución correspondía a una temperatura de 60°C, con concentración de ácido 75 gpl de H_2SO_4 , razón S/L 1 /10, granulometría 100%- 100 mallas y en un tiempo de 1h. Fue en estas condiciones que se generó el

¹⁹ Loreto Vera, Nataly Zerené, Ariel Lozano; Desarrollo experimental. Memoria de título en desarrollo. Dimet UdeC, 2017.

PLS, denominados solución química A y B, respectivamente, que fueron utilizados en las pruebas posteriores.

Las dos soluciones (PLS) obtenidas fueron:

-Solución A: PLS generado a partir de muestra sólida proveniente del botadero Montecristo que contiene residuos de las divisiones de Codelco, Chuquicamata y Ministro Hales. La composición química de esta solución está especificada en Tabla 4.

Tabla 4: Caracterización Química de la Solución A PLS Botadero Montecristo.

Cu [mg/L]	Fe [mg/L]	As [mg/L]	Sb [mg/L]
545	685	31464	22,5

-Solución B: PLS generado a partir de muestra sólida proveniente de polvos de fundición de Chuquicamata, del horno flash, recolectado en precipitación electrostática. La composición química de esta solución está especificada en Tabla 5

Tabla 5: Caracterización química de la solución B PLS Polvos de Fundición.

Cu [mg/L]	Fe [mg/L]	As [mg/L]	Sb [mg/L]
10406	8688	9885,6	173

La solución química A, Botadero Montecristo, registra un pH= 0.77 y potencial= 624mV/ENH; la solución química B, polvos de fundición, registra un pH=0.4 y potencial= 627mV/ENH.

5.3 Pruebas de Carga de la Resina

Las pruebas de carga consistieron en contactar la resina con solución química A y B respectivamente. Se agitó y se filtró, luego se recargó con solución fresca. Se repitió este procedimiento para completar un total de 3 cargas.

Estos resultados se muestran en las tablas 6 y 7 y Figuras 12, 13, 14, 15, 16 y 17.

Tabla 6: Porcentaje de extracción por cada carga con PLS Botadero Montecristo.

Carga	Sb [%]	As [%]	Fe [%]	Cu [%]
1	21,8	0,7	36,1	7,3
2	9,3	1,5	19,0	-2,8
3	2,2	3,5	11,7	0,9

Se observa un porcentaje de extracción más favorable para los elementos Fe y Sb lo que indica una mayor afinidad de la resina hacia estas especies.

Tabla 7: Porcentaje extracción por cada carga con PLS Polvos de Fundición.

Carga	Sb [%]	As [%]	Fe [%]	Cu [%]
1	91,6	15,1	6,5	2,1
2	88,1	14,0	8,3	7,2
3	87,5	1,4	-2,2	-6,0

Para el caso de la solución de polvos de fundición, es notoria la capacidad de la resina para extraer en alto porcentaje el antimonio (91,6%) por sobre las otras especies, aun cuando está en concentraciones menores. Algunos resultados negativos indicarían que hubo desorción del elemento en la carga respectiva.

Los siguientes resultados grafican la capacidad de la resina UR3300S para cargar las distintas especies en solución. Se consideran las cargas de Sb, As y Fe.

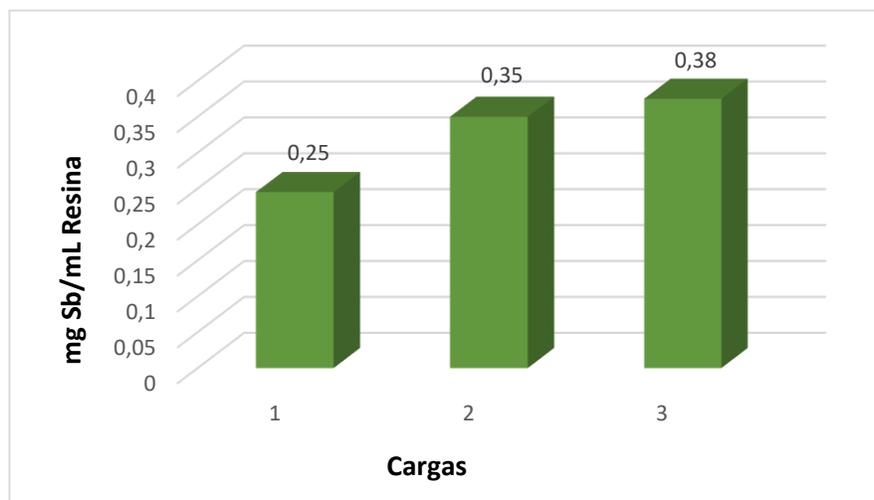


Figura 12: Gráfico Prueba de Carga para Sb, PLS Botadero Montecristo.



Figura 13: Gráfico Prueba de Carga para Sb, PLS Polvos de Fundición.

Las figuras 12 y 13 muestran que a pesar de la baja concentración de Sb en las soluciones, la resina presenta capacidad de carga de este elemento en ambos casos. Para el PLS de Montecristo (Figura 12) se obtiene una baja carga de Sb debido a la baja concentración de este elemento en la solución. En el caso del PLS de polvos de fundición (Figura 13) se obtiene una mayor concentración de Sb en la resina y se observa que esta continúa en aumento. Para el objetivo de recuperación de antimonio en solución, la resina presenta características efectivas de aplicación.

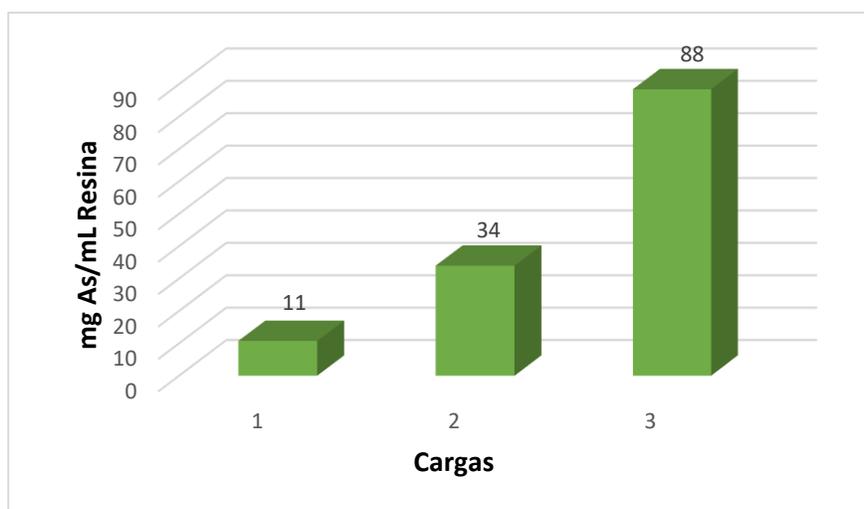


Figura 14: Gráfico Prueba de Carga para As, PLS Botadero Montecristo.

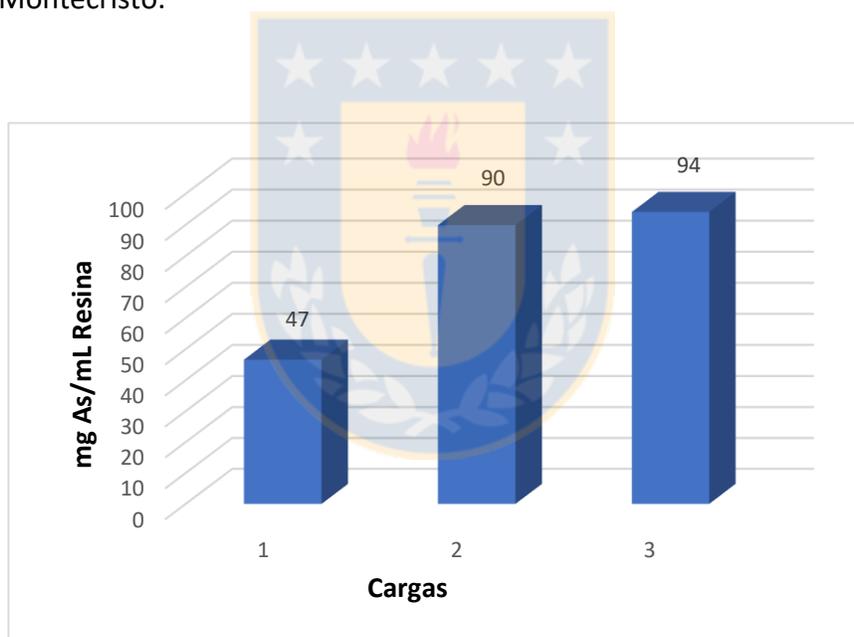


Figura 15: Gráfico Prueba de Carga para As, PLS Polvos de Fundición.

El arsénico, en ambas soluciones, está presente en muchas mayores concentraciones que el antimonio. Su carga en la resina es también mayor.

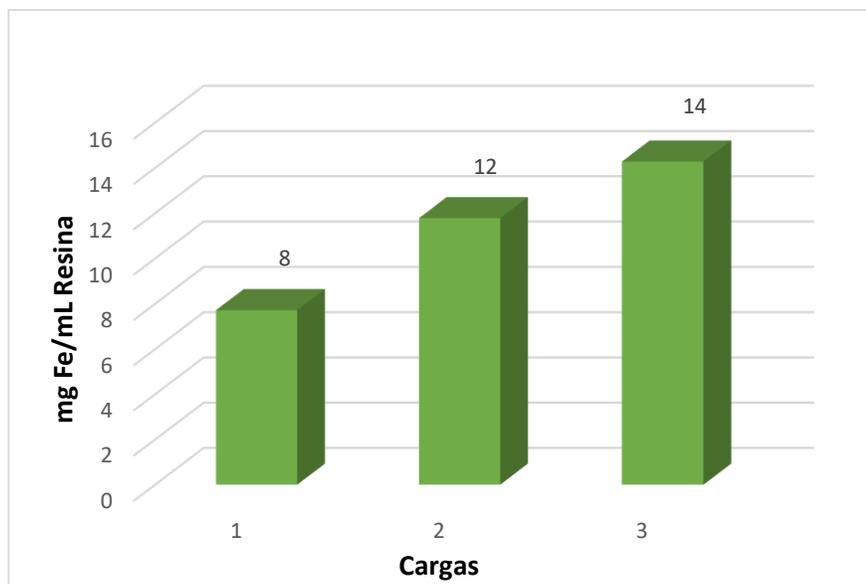


Figura 16: Gráfico Prueba de Carga para Fe, PLS Botadero Montecristo.

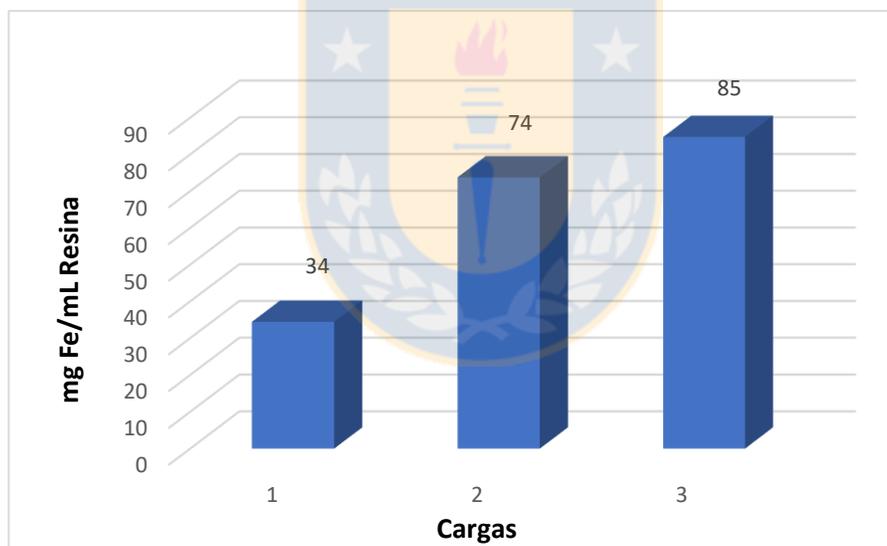


Figura 17: Gráfico Prueba de Carga para Fe, PLS Polvos de Fundición.

La resina también muestra capacidad para captar Fe, tal como muestran las figuras 16 y 17, lo que pudiese significar una dificultad en la recuperación selectiva de Sb.

Así, se puede observar que la resina tiene buena capacidad de carga para las tres especies. De todas maneras, para el caso del antimonio cabe destacar el buen rendimiento de la resina aún en condiciones de una muy baja concentración de la especie en solución.

Las próximas pruebas entregan mayor claridad sobre la vía de tratamiento de Fe y As a propósito de realizar una recuperación selectiva de Sb.

5.3.1 Coeficientes de Distribución y Separación

Se presentan en Tabla 8 y en Tabla 9 los resultados obtenidos para los diferentes coeficientes de distribución D de intercambio iónico para la resina en su contacto con las soluciones químicas A y B durante una prueba de carga. También su respectivo factor de separación S_f para las especies Sb-As y Sb-Fe.

Tabla 8: Coeficiente de distribución y factor de separación para las especies Sb-As.

Solución	D_{Sb}	D_{As}	S_f
PLS Botadero Montecristo	17.0	2.9	5.9
PLS Polvos de Fundición	665	9.6	68.9

Tabla 9: Coeficiente de distribución y factor de separación para las especies Sb-Fe.

Solución	D_{Sb}	D_{Fe}	S_f
PLS Botadero Montecristo	17.0	23.6	0.72
PLS Polvos de Fundición	665	9.6	69.3

Con un factor de separación muy superior a la unidad, se observa que la resina posee una buena selectividad para el antimonio por sobre el arsénico a pesar de la gran diferencia de concentración en solución de ambas especies. Para el caso del hierro, la selectividad también es efectiva en la solución de los polvos de fundición, sin embargo es menor y próxima a la unidad en el caso de la solución del botadero Montecristo, la cual posee una muy baja concentración de antimonio.

5.4 Isoterma de Extracción

Esta prueba tiene el objetivo de trazar las isotermas de extracción para las distintas especies en solución. A continuación se presentan distintas curvas de Isoterma de Extracción obtenidas desde ambas soluciones para los elementos Sb y As analizados. La Figura 18 muestra la isoterma para la extracción de antimonio desde PLS botadero Montecristo.

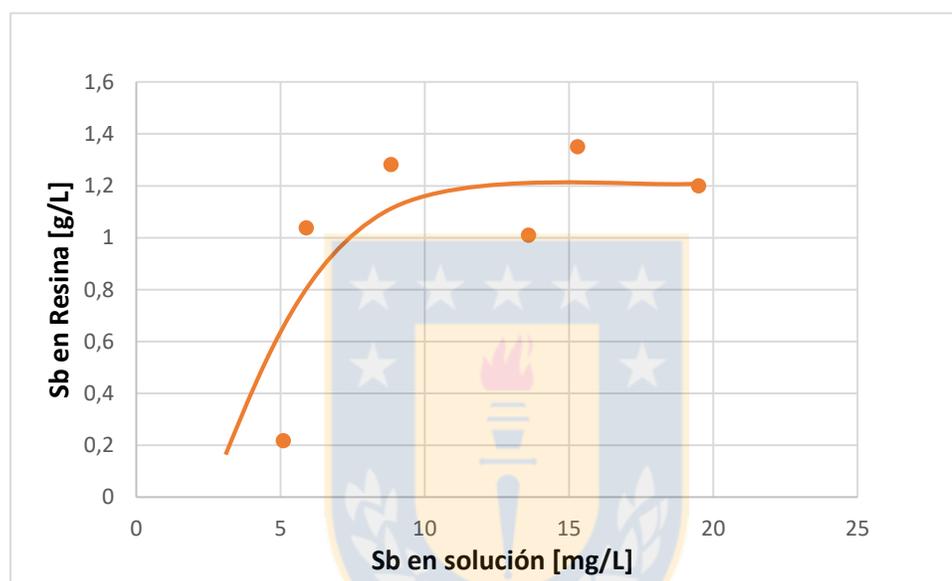


Figura 18: Gráfico de Isoterma de Extracción de Sb en solución PLS de botadero Montecristo.

A partir de los resultados de Figura 18, se observa que si bien la capacidad de carga de Sb existe aún a bajas concentraciones de antimonio en solución, la extracción es limitada.

La Figura 19 muestra el isoterma para la extracción de antimonio desde PLS polvos de fundición.

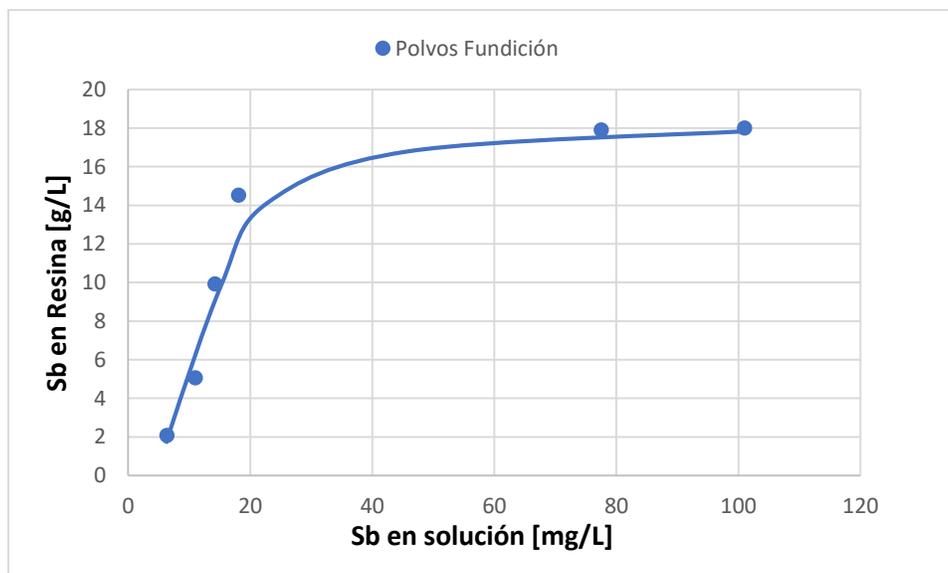


Figura 19: Gráfico de Isoterma de Extracción de Sb en solución PLS de polvos de fundición.

La diferencia es significativa entre ambas curvas debido a las magnitudes de las concentraciones de Sb presente en ambas soluciones. Para el caso de la solución de los polvos de fundición (Figura 19), la concentración de Sb es casi 8 veces mayor lo que explica que la carga máxima de la resina para ese caso sea bastante más alta.

Sin embargo, para ambas soluciones la resina tiene capacidad de carga desde bajas concentraciones de Sb en solución (desde 5mg/L).

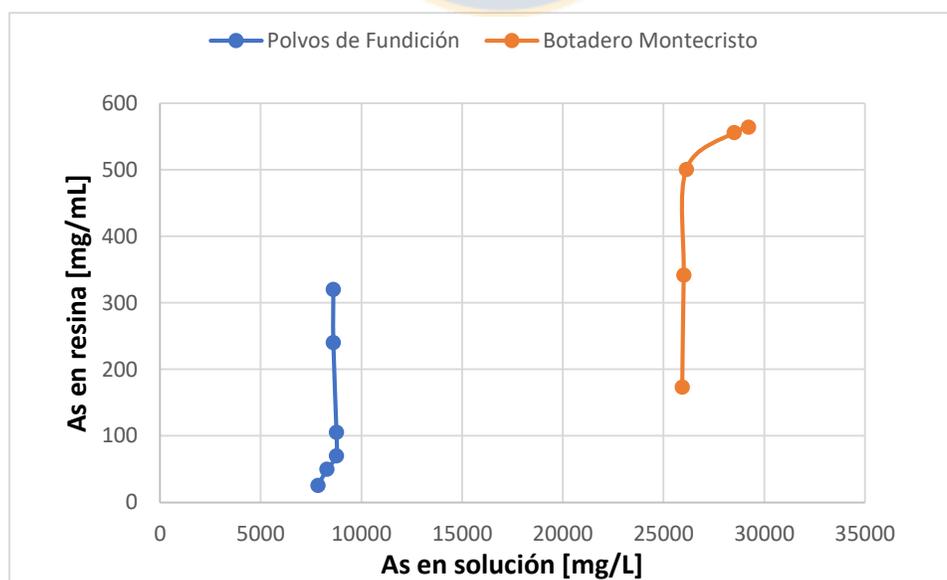


Figura 20: Gráfico de Isoterma de Extracción de As en PLS botadero Montecristo y polvos de fundición.

En Figura 20 se observa una alta concentración de As en la resina. Sin embargo, la resina es incapaz de remover el As a concentraciones inferiores a 7800 mg/L de As en el caso de la solución de polvos de fundición. Esto reafirma lo observado en las pruebas de carga sobre la poca afinidad de la resina por el As.

5.5 Cinética de Extracción

Para esta prueba se contactó solución PLS con de resina y se tomaron muestras a distintos tiempos establecidos. Luego, se realizó el mismo procedimiento, esta vez en matraz a 45°C.

En las Figuras 21 y 22 se grafica el comportamiento cinético de la resina para captar el Sb en solución y su comparación entre el rendimiento a T° Ambiente (18°C) y al aplicar un aumento de temperatura (45°C).

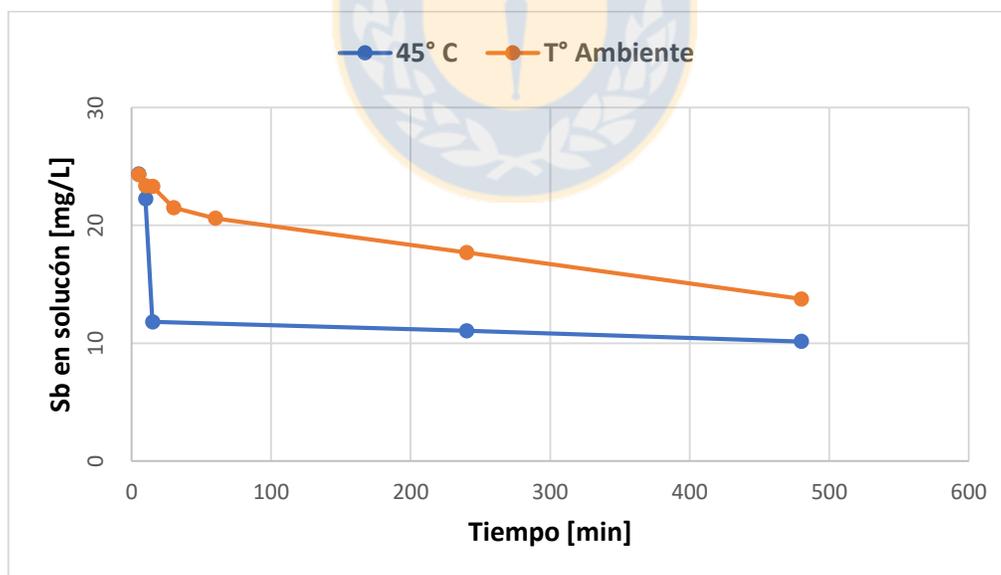


Figura 21: Gráfico cinética de extracción de Sb en PLS Botadero Montecristo.

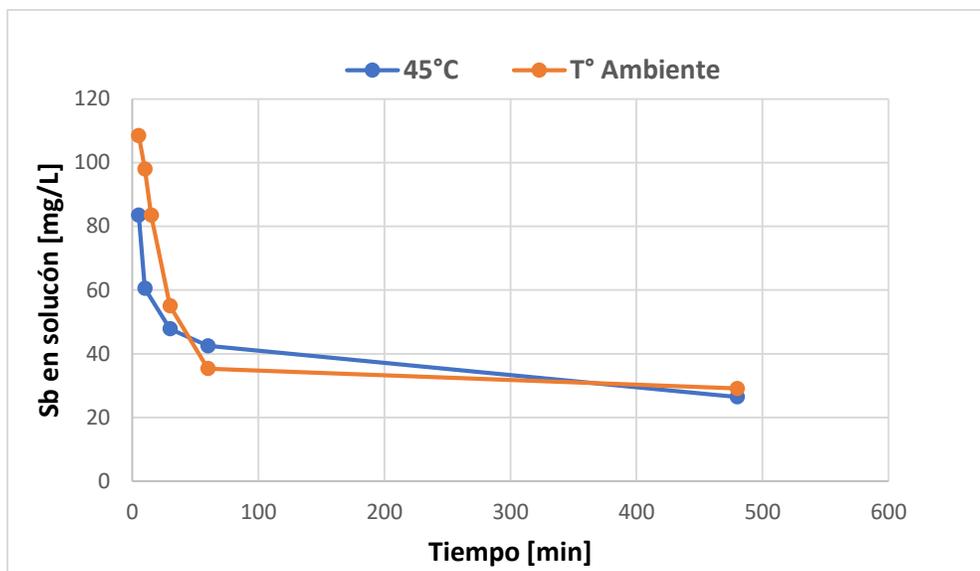


Figura 22: Gráfico Cinética de extracción de Sb en PLS Polvos de Fundición.

La Figura 21 muestra que la cinética del intercambio iónico es significativamente mejor a mayor temperatura para el caso del PLS del botadero Montecristo. En el caso de los polvos de fundición (Figura 22), el aumento de temperatura no es significativo para la cinética. La diferencia es más notoria cuando hay menor concentración de Sb en solución. Para este caso (Figura 21), a 45°C la reacción está casi completa (88% del total cargado en la prueba) al pasar 15 min, a diferencia de a temperatura ambiente que aun en las 8hrs de prueba no alcanza este valor.

La Figura 23 muestra el porcentaje de extracción para el PLS botadero Montecristo a T° Ambiente (18°C).

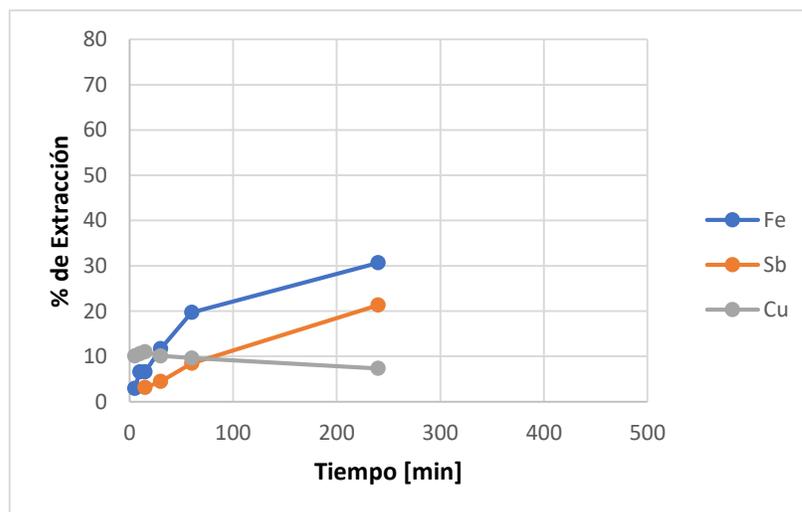


Figura 23: Cinética de extracción para Cu, Fe y Sb en PLS Botadero Montecristo a T° Ambiente.

Se observa que la cinética es más rápida para Fe y luego para Sb, alcanzando en cada caso los mismos porcentajes de extracción obtenidos en la prueba de carga. Para el caso del Cu se produce una carga en los primeros minutos pero luego la resina comienza a eluir el cobre captado. Esto puede indicar que se produce un reemplazo de cationes en la resina.

La Figura 24 muestra el porcentaje de extracción para el PLS Botadero Montecristo a 45°C.

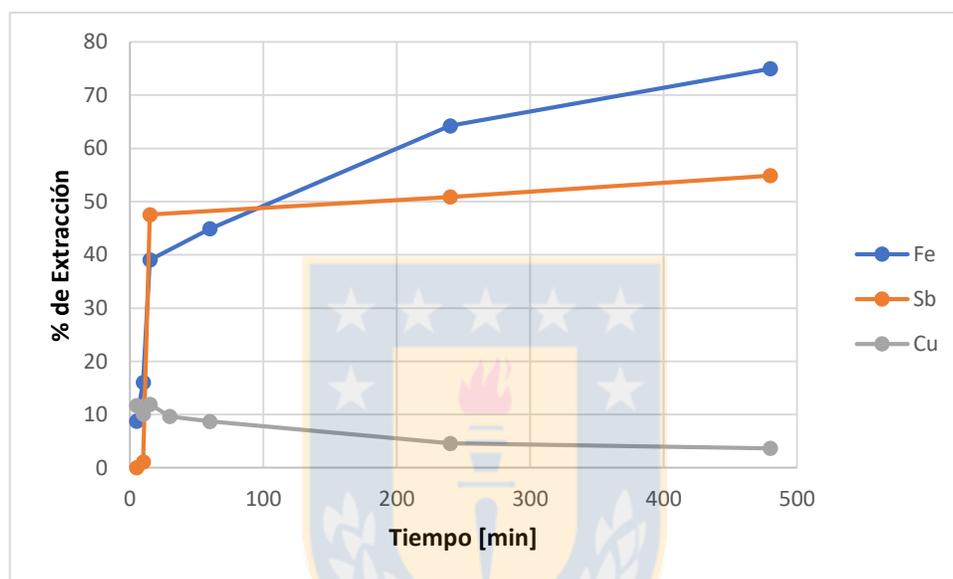


Figura 24: Cinética de extracción para Cu, Fe y Sb en PLS Botadero Montecristo a 45°C.

La Figura 24 muestra que la tendencia se mantiene en la prueba a 45°C pero aumentan los porcentajes de extracción para el Fe y el Sb, así como la velocidad de captación que aumenta significativamente durante los primeros 15 minutos.

Las Figuras 25 y 26 grafican el mismo análisis anterior para el caso de la solución PLS Polvos de Fundición.

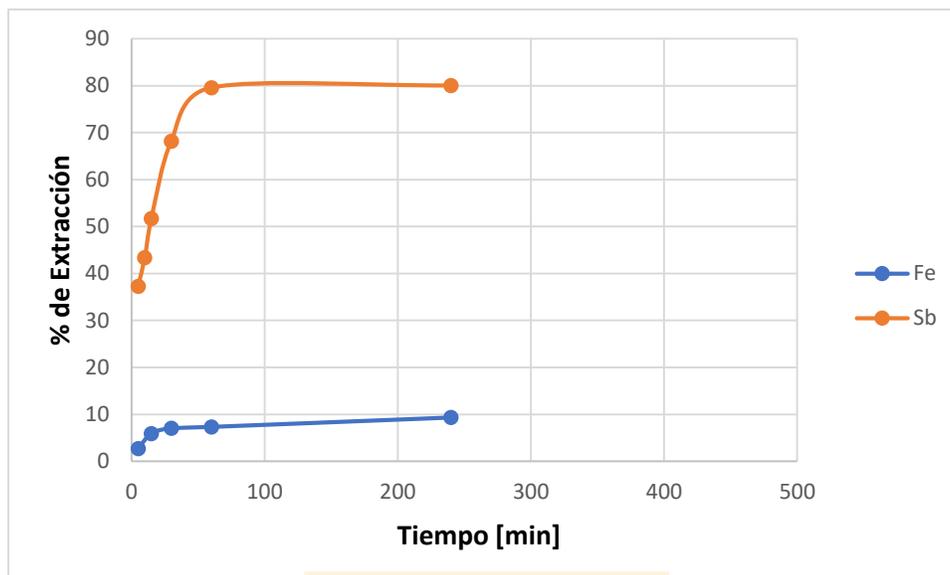


Figura 25: Cinética de extracción para Fe y Sb en PLS Polvos de Fundición a T°Ambiente (18°C).

La Figura 25 muestra que para el caso del PLS de polvos de fundición, la cinética es mucho más favorable para el antimonio. Esto debido a que la solución tiene una concentración más significativa del elemento. La Figura 26 muestra en comportamiento a 45°C

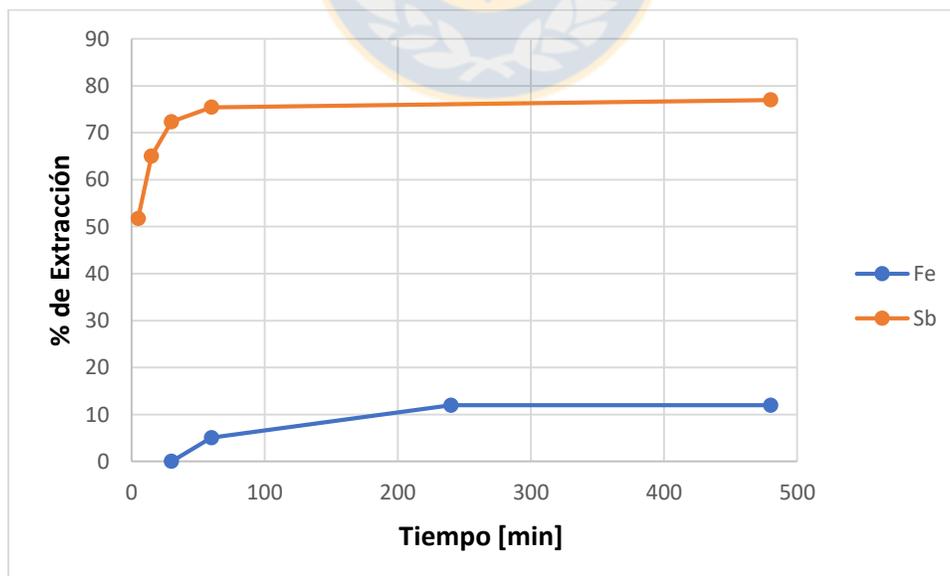


Figura 26: Cinética de extracción para Fe y Sb en PLS Polvos de Fundición a 45°C.

De igual forma, la Figura 26 grafica una cinética favorable para el antimonio y muestra cómo el aumento de la temperatura favorece muy levemente la cinética de la extracción y sólo en los primeros minutos de la prueba.

5.6 Pruebas de Elución

Las resinas cargadas previamente en la prueba cinética, en la que se contactaron 10g de resina con 400mL de cada solución PLS, es ahora contactada en muestras de 2g con 50mL de solución de elución cada una. Las siguientes pruebas muestran la reextracción de la resina cargada, utilizando distintas concentraciones de ácido en la solución de elución. En Tabla 10 se muestran los resultados de la re-extracción de los distintos elementos para la resina cargada con PLS Botadero Montecristo.

Tabla 10: Prueba de elución a distinta acidez para resina cargada con PLS Botadero Montecristo.

Concentración HCl	Fe [mg/L]	As [mg/L]	Sb [mg/L]
2M	4,8	493	0
4M	4,9	500	0
8M	3,3	508	2,8
10M	3,3	543	4,6

La Figura 27 muestra estos resultados en su expresión porcentual con respecto a la resina cargada.

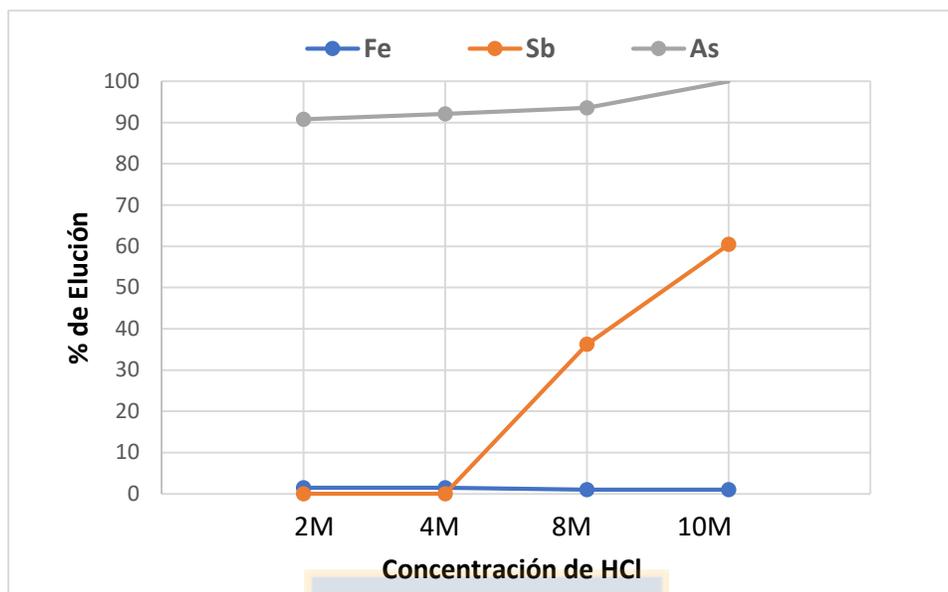


Figura 27: Gráfico de elución de las distintas especies para resina cargada con PLS Botadero Montecristo.

Tanto Tabla 10 como la Figura 27 muestran la elución de las respectivas especies al contactar la resina cargada en una solución preparada con distintas cantidades de ácido. En la Figura 27, que grafica el porcentaje de elución, se muestra con más claridad el comportamiento de la resina en las distintas soluciones; para el caso del Fe, la elución es muy baja para todos los casos por lo que vemos que la resina no reextrae el hierro en estas condiciones. El As es fácil de eluir incluso a bajas concentraciones de ácido, casi en su totalidad. En cuanto al Sb, este mantiene una tendencia de mayor elución a más concentración de ácido, siendo imposible de reextraer a bajas concentraciones, a valores de HCl 2M y 4M.

En Tabla 11 se muestran los resultados de la re-extracción de los distintos elementos para la resina cargada con PLS Polvos de Fundición.

Tabla 11: Prueba de elución a distinta acidez para resina cargada con PLS Polvos de Fundición.

Concentración HCl	Fe [mg/L]	As [mg/L]	Sb [mg/L]
2M	396	287	10,6
4M	343	287	32,1
8M	364	345	116
10M	374	334	144

La Figura 28 muestra estos resultados en su expresión porcentual con respecto a la resina cargada.

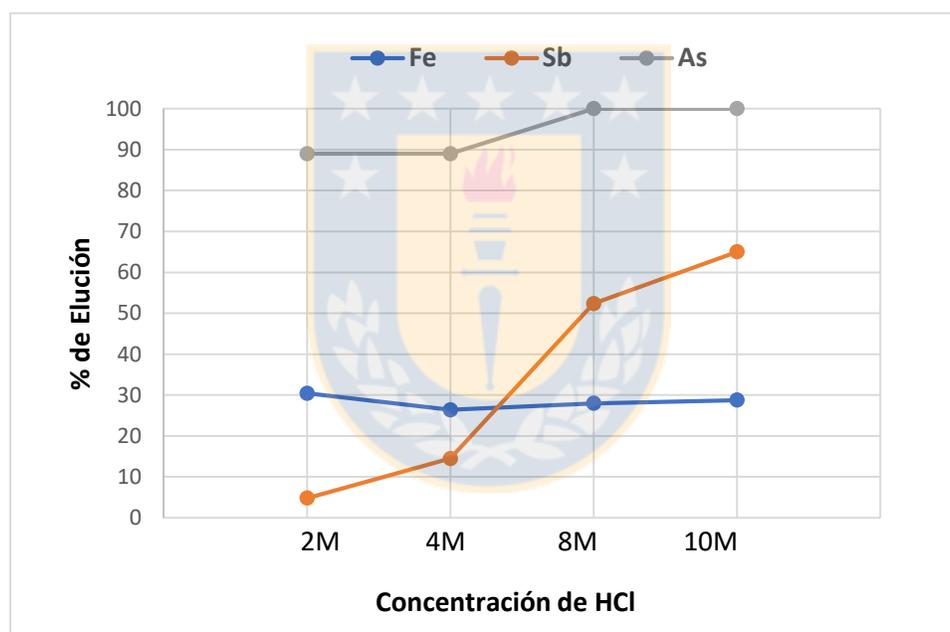


Figura 28: Gráfico de elución de las distintas especies para resina cargada con PLS Polvos de Fundición.

La Tabla 11 y Figura 28, para el caso del PLS Polvos de Fundición, también muestran la particularidad del caso del Fe y el Sb. Mientras para el Fe la reextracción tiene el mismo rendimiento en todas las concentraciones de ácido, el Sb se reextrae con mayor eficiencia a mayores concentraciones de HCl en solución de elución.

Para el caso de As, vemos una elución total a 8M de HCl, concentración a la cual el Sb se reextrae a la mitad.

Estos resultados permiten estimar con más precisión los valores que se debieran utilizar para realizar una elución selectiva en la que se comience eliminando la presencia de Fe y As con bajas concentraciones de ácido, y luego reextrayendo el Sb a altas concentraciones de ácido.

Dentro del análisis químico de las pruebas se identificó carga de cobre. Sin embargo los valores registrados no permitieron trazar la isoterma ni identificar una tendencia en las pruebas cinéticas a diferentes tiempos y temperaturas. A pesar de esto se puede apreciar un comportamiento similar al Fe para las pruebas de elución, en las cuales el Cu en la resina se reextrae con la misma efectividad a bajas y altas concentraciones de HCl como se observa en Tabla 12.

Tabla 12: reextracción de Cu en pruebas de elución a distinta concentración de HCl.

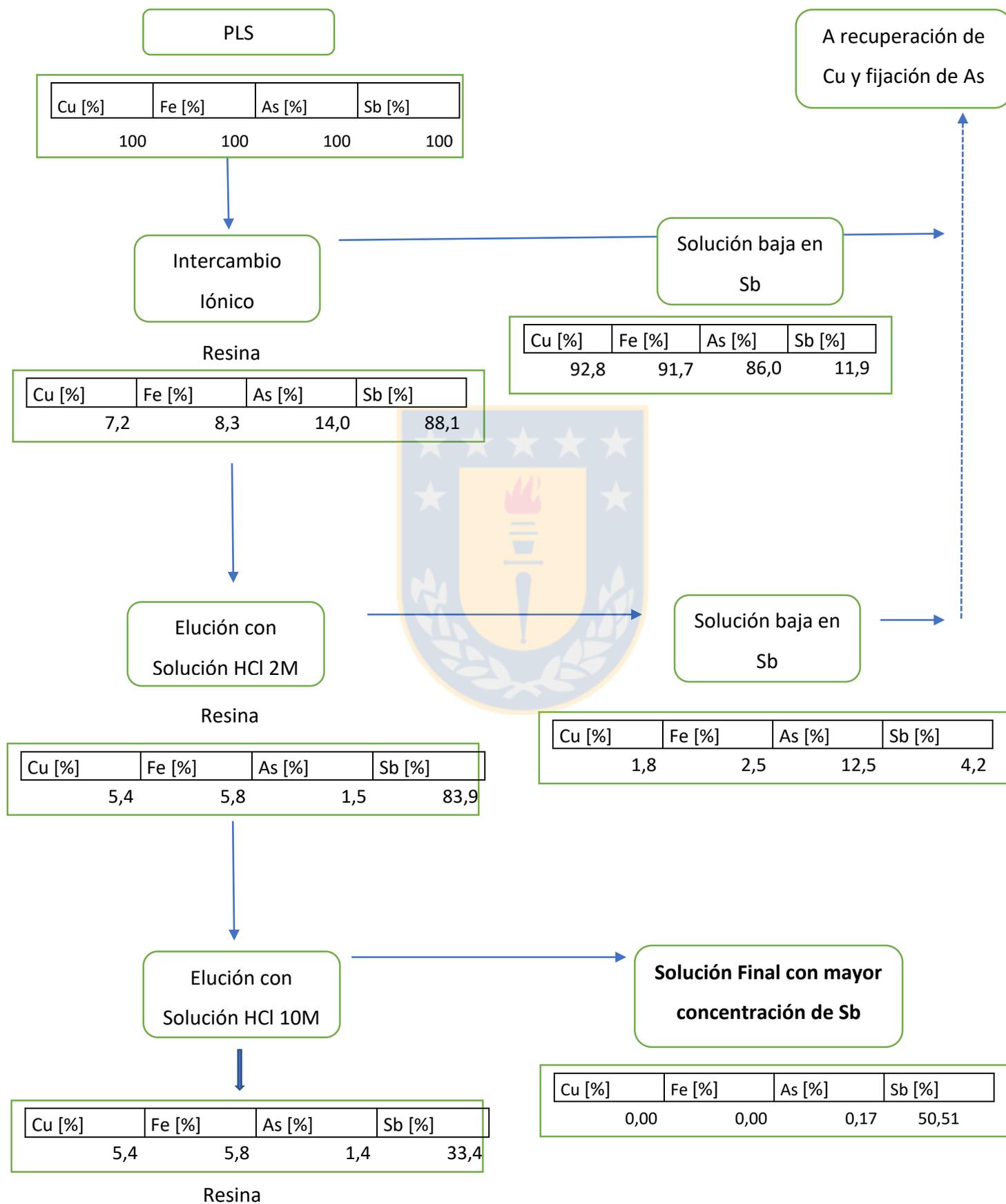
Concentración HCl	Cu [mg/L]	Cu [mg/L]
	Solución A	Solución B
2M	26,3	140
4M	26,3	136
8M	26,8	139
10M	27,0	134

La Tabla 12 muestra que el comportamiento del Cu, que no fue mayormente considerado en el análisis, es similar al del Fe por lo que su vía de descarte tiene el mismo diseño.

5.6 Balance y Flowsheet sugerido

El Diagrama 1 es el Flowsheet sugerido como diseño para el tratamiento de un PLS con presencia de Cu, Fe, As y Sb, como en las dos soluciones generadas.

Diagrama 1: Flowsheet sugerido para la recuperación de antimonio desde PLS



Los porcentajes expresados son referentes al total de cada elemento en el PLS inicial. La elución selectiva permite recuperar el 50,51% de antimonio inicial en una solución libre de otros elementos y con presencia residual de Arsénico (0,17% del As inicial). Si se extrapolan estos resultados, se puede asumir que los contenidos de los elementos retenidos en la resina final, después de la elución, se mantendrán más o menos constante en un sistema a régimen, por lo tanto la recuperación de Sb se puede estimar a partir de las cantidades que salen del sistema de IX y que corresponden al refinado más la primera y segunda solución de elución. Así, el Sb recuperado en la segunda elución representa el 75.8% del total de Sb de las tres corrientes señaladas.



6 Conclusiones y recomendaciones.

6.1 Conclusiones

Las principales conclusiones obtenidas del análisis experimental son:

- La resina presenta capacidad de carga para las tres especies (Sb, As, Fe), sin embargo para el Sb presenta mayor selectividad (S_f mayor a la unidad) y capacidad de carga a bajas concentraciones (menor a 5 mg/L). En el caso de los polvos de Fundición la resina alcanzó cargas superiores al 90% del Sb en solución.
- A pesar de presentar isoterma con altas cargas máximas, en el caso del As la resina es incapaz de cargar a concentraciones bajas; menores a 26 g/L para el caso del Botadero Montecristo y 7.8g/L para el caso de los Polvos de Fundición.
- La cinética aumenta significativamente con la temperatura. A bajas concentraciones la carga de antimonio puede ser hasta 10 veces superior en 15 minutos de reacción, cuando se aumenta de 18 a 45°C.
- Los resultados de la elución permiten definir un proceso de descarga selectiva. La reextracción del Sb es más eficiente a concentraciones más altas de HCl (superior a 6M) en solución de elución. El As se reextrae en todo el rango de acidez evaluado (de 2M a 10M) con facilidad. El Fe y el Cu se reextraen sólo parcialmente e independiente de la concentración de HCl.

6.2 Recomendaciones

Se recomienda continuar el estudio de recuperación de antimonio en solución a partir de estos residuos considerando las conclusiones anteriores y verificando su aplicación en sistemas de columnas. Para la recuperación selectiva de Sb se propone realizar cargas preferentemente a temperatura sobre los 45° y con un tiempo de residencia próximo a los 15 minutos. Luego, realizar

una re-extracción con solución de elución de HCl 2M para la eliminación de especies como el Cu y el Fe y gran parte del As. Esto permite una resina cargada principalmente con Sb, cuya reextracción se puede generar con una elución más enérgica en solución HCl 10M.



Bibliografía

1. CIFUENTES PÉREZ, P. *Recuperación de molibdeno desde soluciones de lixiviación de RT, vía intercambio iónico*. DIMET UdeC, 2010.
2. Fuente: <http://elementos.org.es/antimonio>.
3. NORMAN, N.C. *Chemistry of arsenic, antimony, and bismuth*, 1998. Pág 1-48.
4. OPAZO HERLITZ, E. *Evaluación de resinas de IX para la recuperación de Re desde soluciones de lavado de gases de tostación de Mo*, DIMET UdeC, 2015. Pág 20 y 21.
5. POURBAIX, M J N. *Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions*, 1966. Pág 524-531.
6. CHU WAN YU. *Antimony*, 1950. Pág 4 y 5.
7. ROS MORENO, A. *Metalurgia del Antimonio*. 2009
8. ROVIRA PEREIRA, A. *Metalurgia del Plomo*. UPCT.
9. Servicio Geológico de los Estados Unidos USGS:
<https://minerals.usgs.gov/minerals/pubs/commodity/antimony/mis-2016q4-antim.pdf>
10. Royal Society of Chemistry:
<http://www.rsc.org/periodic-table/element/51/antimony>
11. CIFUENTE, M., CIFUENTES, G., SIMPSON, J., ZÚÑIGA, C. *A comparative study of ion exchange process for the extraction of antimony*. Conference: Copper 2013, At Santiago, Chile, Volume: 3.
12. PARADA LUNA, F., DREISINGER, D., WILKOMIRSKY, I. *Evaluación de resinas de intercambio iónico para el control del hierro en soluciones de electro-obtención de cobre*, Revista de Metalurgia. 2010

Anexos

Anexo A. Tablas de Resultados de Análisis Químico.

Prueba de Carga

PLS Montecristo [mg/L]

Etapa	Cu	Fe	As	Sb
1	505,0	438,0	31250,0	17,6
2	560,0	555,0	31000,0	20,4
3	540,0	605,0	30375,0	22,0

PLS Polvos fundición [mg/L]

Etapa	Cu	Fe	As	Sb
1	10188,0	8125,0	8395,0	14,6
2	9656,0	7969,0	8500,0	20,6
3	11031,0	8875,0	9750,0	21,7

Pruebas de Isotherma de Extracción

PLS Montecristo [mg/L]

Resina [g]	PLS [mL]	Cu	Fe	As	Sb
1	200	510,0	655,0	29209,0	19,5
1	150	483,0	573,0	28500,0	15,3
1	75	438,0	430,0	26125,0	8,8
1	50	435,0	318,0	26000,0	5,9
2	50	455,0	93,8	30625,0	13,6
4	40	348,0	2,7	25925,0	5,1

PLS Polvos fundición [mg/L]

Resina [g]	PLS [mL]	Cu	Fe	As	Sb
1	200	11063,0	8750,0	8605,0	101,0
1	150	11188,0	8781,0	8605,0	77,5
1	75	10906,0	8739,0	8763,0	18,1
1	50	10781,0	8469,0	8763,0	14,2
2	50	11813,0	8719,0	8289,0	11,0
4	40	11469,0	7344,0	7842,0	6,4

Prueba Cinética de Extracción

PLS Botadero Monte Cristo

Tiempo[<i>min</i>]	Cu	Fe	As	Sb
5	98,00	133,00	6450,00	4,86
10	97,50	128,00	6500,00	4,67
15	97,00	128,00	6475,00	4,36
30	98,00	121,00	6225,00	4,30
60	98,50	110,00	6225,00	4,12
240	101,00	95,00	6225,00	3,54
480	151,00	87,00	9800,00	2,75

PLS Polvos de Fundición

Tiempo[<i>min</i>]	Cu	Fe	As	Sb
5	2060,00	1690,00	1882,00	21,70
10	2050,00	1590,00	1987,00	19,60
15	2090,00	1635,00	1829,00	16,70
30	2065,00	1615,00	1987,00	11,00
60	2095,00	1610,00	2013,00	7,07
240	2150,00	1575,00	1961,00	6,91
480	2185,00	1560,00	1934,00	5,82

Prueba Cinética a 45°C

PLS Botadero Monte Cristo

<i>Tiempo[min]</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>As</i>	<i>Sb</i>
5	96,3	125,0	5650,0	4,9
10	98,0	115,0	5775,0	4,5
15	96,0	83,5	5550,0	2,4
30	98,5	-	5525,0	-
60	99,5	75,5	6550,0	-
240	104,0	49,0	5550,0	2,2
480	105,0	34,3	5850,0	2,0

PLS Polvos de Fundición

<i>Tiempo[min]</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>As</i>	<i>Sb</i>
5	2170,0	1595,0	1855,0	16,7
10	2240,0	1780,0	1803,0	12,1
15	2190,0	905,0	-	-
30	2470,0	1820,0	1829,0	9,6
60	2450,0	1650,0	2118,0	8,5
240	2400,0	1530,0	-	-
480	2410,0	1530,0	1961,0	5,3

Anexo B

Porcentajes de elución obtenidos en prueba a distinta acidez para resina cargada con PLS Botadero Montecristo

Concentración HCl	Fe [%]	As [%]	Sb [%]
2M	1,4	90,8	0,0
4M	1,5	92,1	0,0
8M	1,0	93,6	36,2
10M	1,0	100,0	60,4

Porcentajes de elución obtenidos en prueba a distinta acidez para resina cargada con PLS Polvos de Fundición

Concentración HCl	Fe [%]	As [%]	Sb [%]
2M	30,4	89,0	4,8
4M	26,4	89,0	14,5
8M	28,0	100,0	52,4
10M	28,8	100,0	65,0