

UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN

Facultad de Ingeniería

Departamento de Ingeniería

Metalúrgica

Profesor Patrocinante

Fernando Parada Luna

**RECUPERACIÓN DE ANTIMONIO DESDE POLVOS DE FUNDICIÓN
MEDIANTE INTERCAMBIO IÓNICO EN COLUMNA**

PATRICIO VALENCIA MOLINA

INFORME DE MEMORIA PARA
OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO
CIVIL METALÚRGICO

Octubre de 2019

Agradecimientos

Este informe de memoria de título tiene el objetivo de culminar una linda etapa en la cual he crecido como persona y como profesional, la cual no podría haber realizado sin el apoyo incondicional de mis padres, hermanas y cuñados, los cuales son un pilar muy importante para mí.

También agradecer a todos aquellos amig@s y compañer@s, Ignacio, Sofía, becerra y carpa, con los cuales estudié y compartí todos estos años, y creo seguirán cercanos por muchos años más.

Agradecer también la oportunidad que me dio la vida de poder ser presidente del CeeDimet, con lo cual tuve la oportunidad de aprender a liderar un equipo, conversar con mis profesores, hacer aportes al departamento y viajar a otros lugares. Todo esto se logró, desde las elecciones hasta que entregamos el mando gracias al lindo equipo que pudimos formar, en la mesa con Javier González, Gabriel Segura y la Clau Repetto, gracias cabr@s por creer en mi y en el proyecto que armamos. También agradecer al Pato, Galo, Carla, Susi, Monte, Roquita, Rocio y hartos más que apoyaron en las comisiones y permitieron lograr nuestro programa. También destaco la oportunidad de haber animado la gala del aniversario por 5 años, desarrollando una faceta desconocida para mí.

Otro apoyo importante en la carrera fué Meta FC, ya que ahí conocí muchos amigos de la carrera y de la universidad, y pude jugar de arquero y delantero consiguiendo un campeonato en 2012. Aquí fue donde conocí a mis padrinos de la carrera Gonzalo Reyes y Cristian Melipichun, quienes siempre estaban ahí cuando necesitaba algo o para darme un consejo en base a su experiencia dentro y fuera de la cancha.

También agradecer a los cabros y cabras de la generación 2010, wawex, kun, ñato, hermanito, pinito, dano, zao, salas y todos en general ya que se formo un buen grupo y se pasaron buenos momentos, especialmente en ministerio.

Mención especial para mandangués, jc, moise, rayo, jomar y Ureta con los cuales se armó un grupo aleatorio de estudio y reflexión, donde nos apoyamos para terminar nuestra última etapa en la carrera.

Y finalmente agradecer a mis profesores, que durante todos estos años me tuvieron paciencia y me apoyaron, especialmente a mi profesor patrocinante que me apoyó bastante en este trabajo que presento a continuación.

Resumen

La presente memoria de título informa 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 una mezcla de polvos de fundición, mediante intercambio iónico en un sistema en columna utilizando la resina catiónica UR3300S.

En el laboratorio las pruebas se realizaron contactando la resina UR3300S, selectiva para antimonio, con el PLS generado a partir de los polvos de fundición. Se obtuvieron resultados en base al desarrollo experimental, generando extracción cercana al 90% del Sb en solución y se comprobó la selectividad de la resina por sobre los otros elementos estudiados como Fe, As y Cu.

Además, los resultados muestran que es favorable llevar a cabo un proceso de elución de la resina, lo cual permite separar impurezas que fueron captadas en la etapa de extracción y así mejorar la selectividad global del proceso. La reextracción del Sb es más eficiente con soluciones de elución a concentraciones a 4M de HCl, alcanzando 36,6% de reextracción.

Índice de contenido

1	Introducción y aspectos generales	1
1.1	Introducción	1
1.3	Objetivos específicos	2
2	Antecedentes generales	3
2.1	Aplicaciones del Sb	4
2.2	Antimonio y ambiente	6
2.3	Mercado del Antimonio	7
3	Antecedentes teóricos y técnicos.....	10
3.1	Procesos aplicados para la recuperación de Sb[9].	10
3.1.1	Vía pirometalúrgica [9].....	10
3.1.2	Vía hidrometalúrgica [9].....	12
3.2	Estabilidad de Sb en medio acuoso	14
3.3	Recuperación de Sb mediante IX [12].....	15
4.	Desarrollo experimental	21
4.1	Equipamiento experimental.....	22
4.1.1	Pruebas en Columna	22
4.1.2	Pruebas Batch	22
4.2	Procedimiento experimental.....	23
4.2.1	Obtención del PLS.	23
a)	Preparación de muestras	23
b)	Lixiviación	23
4.2.2	Pruebas batch	23
4.2.3	Prueba de carga en columna	24
5	Resultados y discusiones.....	26
5.1	Isoterma de Extracción	26
5.2	Pruebas de carga en columna	27
6	Conclusiones.....	35
7	Bibliografía	36
8	Anexos.....	37

Índice de Tablas

Tabla 1: Características del Antimonio [3].	5
Tabla 2: Los exportadores de antimonio más grandes del mundo [6].	7
Tabla 3: Características Resina UR3300S	21
Tabla 4: Volúmenes de acuoso y de resina utilizados en isoterma de extracción	24
Tabla 5: Condiciones para las pruebas de carga en columna.	27
Tabla 6: Resumen de pruebas en columna mediante intercambio iónico.	28
Tabla 7: Porcentajes de re-extracción para diferentes molaridades	34



Índice de Figuras

Figura 1: Mineral de Estibina, principal mena del antimonio.....	3
Figura 2: Producción mundial del antimonio en 2017 [8]	9
Figura 3: Diagrama tensión-PH para el sistema Sb-H ₂ O a 25°C. [11]	14
Figura 4: Ejemplo de curva de ruptura. [12]	19
Figura 5: Gráfico de una elución representativa. [12].....	20
Figura 6: Sistema utilizado para realizar intercambio iónico en columna.	25
Figura 7: Gráfico de isoterma de extracción para un PLS con 101 [mg/L] de Sb.	26
Figura 8: Gráfico de carga prueba 1.	29
Figura 9: Gráfico de carga prueba 2.	30
Figura 10: Gráfico de carga prueba 3.	30
Figura 11: Gráfico de carga prueba 4.	31
Figura 12: Gráfico de carga prueba 5.	31
Figura 13: Concentraciones de arsénico, cobre y hierro en solución Prueba 3 en columna.	32
Figura 14: Porcentajes de extracción para distintos elementos en solución para la Prueba 3 en columna.	32
Figura 15: Elución de resina UR realizadas mediante pruebas batch a diferentes concentraciones de ácido clorhídrico.	33

Nomenclatura

– SX	:	Extracción por solventes
– IX	:	Intercambio iónico
– BV	:	Bed Volume (Volumen lecho de resina)
– 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
– t	:	Tonelada
– mL	:	Mililitro
– L	:	Litro
– h	:	Hora
– min	:	Minuto
– s	:	Segundo
– g/L	:	Gramos por litro
– ppm	:	Partes por millón
– m	:	Metro
– cm ²	:	Centímetro cuadrado
– cm ³	:	Centímetro cúbico
– M	:	Molar



1 introducción y aspectos generales

1.1 Introducción

En el presente estudio se presentan los resultados de una investigación realizada en el laboratorio de hidrometalurgia del Departamento de Ingeniería Metalúrgica Udec, el cual se basa en generar un valor comercial complementario a los polvos de fundición, utilizando la resina catiónica UR3300S para la recuperación de antimonio vía intercambio iónico.

La pirometalurgia en minería genera residuos como escorias, polvos de fundición, residuos arsenicales y gases que contienen impurezas, y la mayor parte de ellas son depositadas en botaderos. Los polvos de fundición utilizados son provenientes de la fundición de Chuquicamata.

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

El tratamiento de los polvos de fundición de la fundición de Chuquicamata se realiza en la empresa Ecometales y considera como primera etapa una lixiviación acida para la extracción y posterior estabilización del As. En esta etapa de lixiviación, además, se extrae una parte importante de Cu que se recupera posteriormente mediante SX-EW y se co-extraen elementos menores como el Sb.

En este estudio se plantea la posibilidad de recuperar el antimonio mediante IX a partir del PLS anterior.

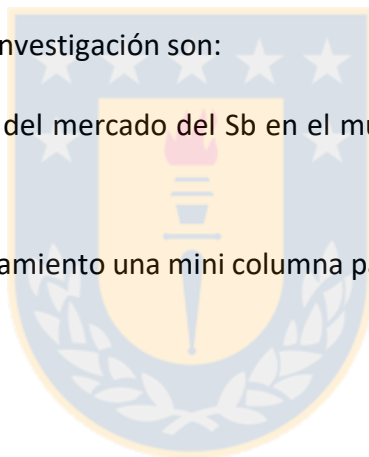
1.2 Objetivo

El objetivo de esta investigación es evaluar la recuperación de antimonio desde el PLS generado en la lixiviación de polvos de fundición de Chuquicamata mediante Intercambio Iónico en columna.

1.3 Objetivos específicos

Los objetivos específicos de esta investigación son:

- Revisión de antecedentes del mercado del Sb en el mundo considerando oferta, demanda, productores y usos.
- Diseñar y poner en funcionamiento una mini columna para las pruebas de intercambio iónico para la resina UR3300S.



2 Antecedentes generales

El antimonio es un elemento químico que forma parte del grupo de los metaloides de número atómico 51 situado en el grupo 15 de la tabla periódica de los elementos. Su nombre y abreviatura (Sb) procede de *estibio*, término hoy ya en desuso, que a su vez procede del latín *stibium* ("Banco de arena gris brillante"). Su principal mena es la estibina (Figura 1).

El antimonio no es un elemento abundante en la naturaleza; raras veces se encuentra en forma natural, a menudo como una mezcla isomorfa con arsénico: la allemonita. El antimonio se presenta en dos formas: amarilla y gris. La forma amarilla es metaestable y se compone de moléculas Sb_4 , se le encuentra en el vapor de antimonio y es la unidad estructural del antimonio amarillo; la forma gris es metálica, la cual cristaliza en capas formando una estructura romboédrica.

El antimonio difiere de los metales normales por tener una conductividad eléctrica menor en estado sólido que en estado líquido (como su compañero de grupo el bismuto). El antimonio metálico es muy quebradizo, de color blanco-azuloso con un brillo metálico característico, de apariencia escamosa. A temperaturas normales es estable al aire, pero cuando se calienta se quema en forma luminosa desprendiendo humos blancos de Sb_2O_3 .

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.[1]



Figura 1: Mineral de Estibina, principal mena del antimonio [2].

2.1 Aplicaciones del Sb

El antimonio de grado comercial se utiliza en muchas aleaciones (1-20%), en especial de plomo, las cuales son más duras y resistentes mecánicamente que el plomo puro; casi la mitad de todo el antimonio producido se consume en acumuladores, revestimiento de cables, cojinetes antifricción y diversas clases de aleaciones. La propiedad que tienen las aleaciones de Sn-Sb-Pb de dilatarse al enfriar el fundido permite la producción de vaciados finos, que hacen útil este tipo de metal.

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 retardante de llama. Estas aplicaciones como retardantes de llama comprenden distintos mercados como ropa, juguetes o cubiertas de asientos. La Tabla 1 resume las principales propiedades y características del antimonio.

La punta de los fósforos de seguridad 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 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 se evita 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 [3].

Tabla 1: Características del Antimonio [4].

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)

El trióxido de antimonio se utiliza como catalizador en la polimerización del PET, que es un plástico usado en 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.

El dióxido de germanio da un producto con una transparencia mejor que el antimonio, pero que es demasiado costoso para muchas aplicaciones del PET. El trióxido de antimonio es utilizado también como pigmento blanco para las pinturas exteriores, donde su resistencia al desgaste por la acción atmosférica le hizo objeto de valor, sin embargo, al descubrirse su capacidad tóxica el trióxido de antimonio ha sido reemplazado por el dióxido de titanio (TiO_2). Todavía se utiliza en cantidades significativas como estabilizador del color, donde es importante mantener intensidad del color y evitar el cambio de la tonalidad, por ejemplo, en las pinturas amarillas usadas para los autobuses de las escuelas (estadounidenses y sudafricanas) y en las rayas amarillas aplicadas a los pavimentos del camino.

Los pigmentos conductores de la electricidad del óxido de estaño (SnO) con antimonio se han introducido en años recientes para incorporarlos en las capas plásticas que protegen las computadoras y otros componentes electrónicos contra la electricidad estática. [5]

2.2 Antimonio y ambiente

El antimonio es liberado al ambiente desde fuentes naturales e industriales. Puede permanecer en el aire adherido a partículas muy pequeñas por muchos días. La mayoría del antimonio en el aire se deposita en el suelo, en donde se adhiere firmemente a partículas que contienen hierro, manganeso o aluminio. Altos niveles de antimonio en el aire que respiramos por períodos muy largos pueden ocasionar irritación de los ojos y los pulmones y causar problemas respiratorios, del corazón y del estómago.

Su concentración natural suele ser menor que $0.01 \mu\text{g/l}$, mientras que la concentración en agua potable suele ser menor a $5 \mu\text{g/l}$. La OMS (2011a) propone un valor de referencia de 0.02 mg/l ($20 \mu\text{g/l}$), la Unión Europea de 0.005 mg/l (SCF, 2003) y la EPA (2009) un valor de 0.006 mg/l , mientras que en Chile no existe un valor máximo.

En el aire urbano, la principal fuente de antimonio es la combustión de combustibles fósiles en vehículos automotores, centrales eléctricas e incineradores.

El inventario tóxico de Estados Unidos de la Agencia de Protección del Ambiente (EPA) para el período a partir de 1993 a 2005 demostró que las plantas industriales del país lanzaron más de 900 t/año de antimonio en todas las formas a la tierra y cerca de 25 t/año al agua subterránea. Del antimonio lanzado a la tierra por industrias importantes, los fundidores de cobre primarios suponen cerca de 60 %; fundidores primarios para otros metales no ferrosos, 20%; fundidores no ferrosos secundarios, 7% y refinerías de petróleo, 2%. El 11% restante se atribuye a la fabricación de varios productos del antimonio. Hay preocupación, especialmente en Europa, por la lixiviación de los pigmentos del antimonio, de los estabilizadores de calor, y de los retardadores de la llama de productos desechados de los plásticos. Estas preocupaciones han contribuido a un cambio a los estabilizadores de calcio-cinc en Europa y a los estabilizadores basados en estaño en Estados Unidos y el Japón. Se cree que el país que más antimonio lanza a la atmósfera es China, debido a gran uso que se hace de este elemento en ese país, ya que posee las principales minas de antimonio del mundo. Sin embargo, no se encuentran publicados mayores antecedentes [6].

2.3 Mercado del Antimonio

La Tabla 2 muestra los principales productores de antimonio en el mundo en el año 2017 y 2018 y sus reservas expresadas en toneladas.

Tabla 2: Los productores y reservas de antimonio más grandes del mundo en 2017 y 2018 en ton [7]

World Mine Production and Reserves:

	Mine production		Reserves ⁵
	2017	2018 ⁶	
United States	—	—	⁶ 60,000
Australia	3,120	3,100	⁷ 140,000
Bolivia	2,700	2,700	310,000
Burma	1,000	1,000	NA
China	98,000	100,000	480,000
Guatemala	25	25	NA
Iran	300	300	NA
Kazakhstan	700	700	NA
Laos	340	300	NA
Mexico	243	240	18,000
Pakistan	60	60	NA
Russia (recoverable)	14,400	14,000	350,000
Tajikistan	14,000	14,000	50,000
Turkey	2,000	2,000	100,000
Vietnam	380	300	NA
World total (rounded)	137,000	140,000	1,500,000

El Departamento del Interior de EE. UU., En coordinación con otros ejecutivos agencias filiales, publicaron una lista de 35 minerales críticos (83 FR 23295), incluido el antimonio. Esta lista fue desarrollada para servir como foco inicial, de conformidad con la Orden Ejecutiva 13817, “ Una estrategia federal para garantizar seguridad y confiabilidad Suministros de minerales críticos ”(82 FR 60835).

Una empresa que operaba una fundición en Montana que producía antimonio metálico y óxidos a partir de productos intermedios importados. Estos productos (óxido de antimonio y antimoniato de sodio), principalmente de una fundición en México, que procesó concentrados de minas en Australia y México. La compañía reportó pruebas exitosas de un nuevo producto, el trisulfuro de antimonio, que se produciría en las instalaciones de Montana. La compañía también anunció la reapertura de dos de sus minas en México. China continuó siendo el principal productor mundial de antimonio en 2018 y representó más del 70% de la producción mundial.

En 2017, muchos productores a gran escala redujeron la producción y muchos productores a pequeña escala cerraron en respuesta a la disminución de los precios en China, y las normas ambientales más estrictas de gobiernos provinciales y nacionales. En 2018, los productores en las provincias de Hunan, Yunnan y Guizhou mantuvieron una tasa de producción constante después de que sus fundiciones completaran las actualizaciones para cumplir con los estándares ambientales. En los próximos años, se esperaba que la minería del antimonio en la provincia de Guizhou fuera limitada como parte de la industria minera del gobierno chino, por reformas destinadas a reducir la sobreproducción de minas.

Los recursos estadounidenses de antimonio se encuentran principalmente en Alaska, Idaho, Montana y Nevada principalmente. A su vez los recursos mundiales identificados se encuentran en Australia, Bolivia, China, México, Rusia, Sudáfrica y Tayikistán.

Los compuestos de cromo, estaño, titanio, zinc y circonio sustituyen a los productos químicos de antimonio en esmaltes, pinturas y pigmentos Las combinaciones de calcio, cobre, selenio, azufre y estaño son sustitutos de las aleaciones en baterías de plomo-ácido [7].

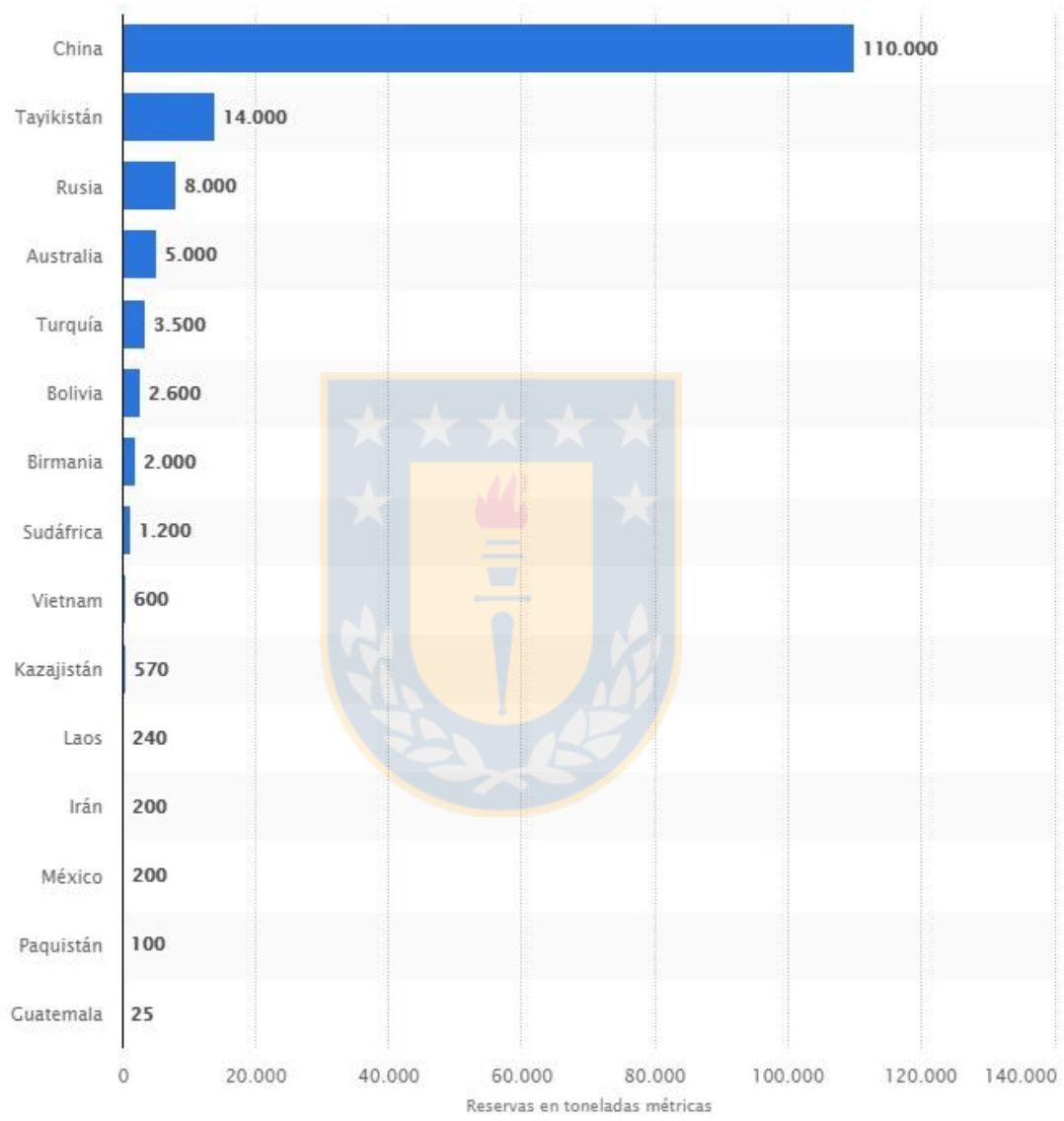


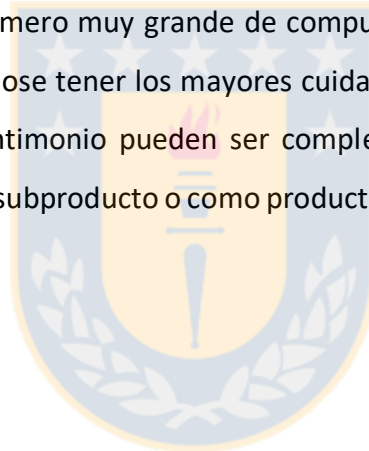
Figura 2: Producción mundial del antimonio en 2017 [8]

3 Antecedentes teóricos y técnicos

3.1 Procesos aplicados para la recuperación de Sb [9]

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). [9]

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 los siguientes.



3.1.1 Vía pirometalúrgica [9]

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:



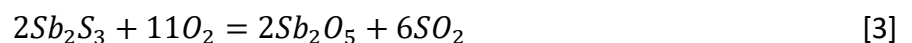
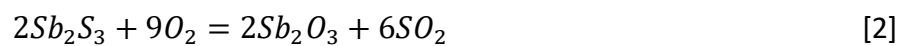
Por el alto peso específico del sulfuro de hierro, resulta difícil la separación posterior del antimonio y es preciso añadir sulfuro sódico, que se combina con el sulfuro de hierro, formándose una mata fusible y con bajo peso específico. Esta mata flota en el antimonio líquido, y los productos se separan 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 y 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

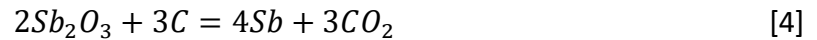
La estibina nativa es tostada en el aire para quitarle el azufre y el óxido blanco se reduce después con carbón (coque). La tostación se realiza para transformar los sulfuros en óxidos, los cuales son más fáciles de reducir. La oxidación precisa una temperatura lo suficientemente alta para producir la 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 antimonio metálico 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.

3.1.2 Vía hidrometalúrgica [10]

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 celdas de diafragma. El antimonio depositado en los cátodos se recoge de ellos cada seis días. El electrólito 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.

3.1.3 Extracción con disolventes orgánicos [10]

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 co-corriente, la solución ácida conteniendo iones de antimonio con un diluyente orgánico inmisible en 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 1% y 25 %, preferiblemente entre 5% y 15 %. Como diluyentes pueden emplearse, solos o en mezcla, compuestos hidrocarbúricos alifáticos, aromáticos y nafténicos, alcoholes monooxidrílicos y compuestos etéreos.

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. [10]

3.2 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 3). 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. [11]

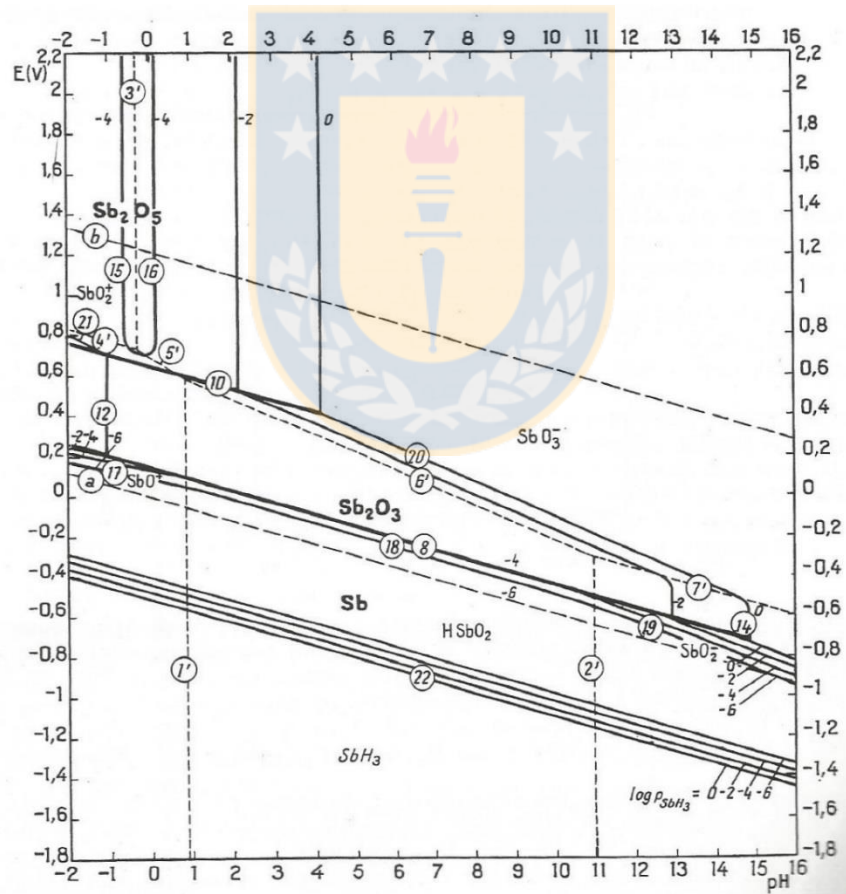


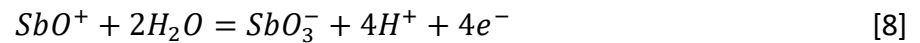
Figura 3: Diagrama tensión-PH para el sistema Sb-H₂O a 25 °C. [11]

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 polvos de fundición, pH= 0.85 y potencial= 768 mV/ENH;

Al analizar el diagrama Pourbaix para el Sb (Figura 3) 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 [11].

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:

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

Sabiendo que el PH es 0,85 y el potencial es 768 mV/ENH se tiene que:

$$\frac{(SbO_3^-)}{(SbO^+)} = 3,77 \times 10^5, \text{ valor que nos indica que se favorecerá la estabilidad de } SbO_3^- \text{ por sobre}$$

SbO^+ en las condiciones de laboratorio antes señaladas.

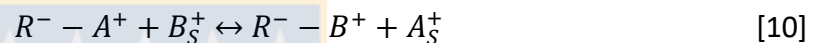
3.3 Recuperación de Sb mediante IX [12]

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. H_2SO_4

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.

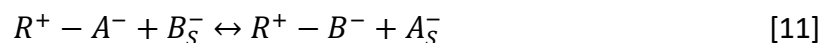
La eficiencia de este proceso depende de factores como la afinidad de la resina por un ion en particular, el pH del fluido, la concentración de iones, la temperatura y la difusión; éste último factor está en función de la dimensión del ion, carga electrostática, temperatura, estructura y tamaño de poro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

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



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 de cargas positivas será capaz de retener e intercambiar iones cargados negativamente, llevándose a cabo la reacción de intercambio aniónico del tipo:



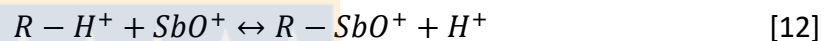
Donde R^+ representa al intercambiador aniónico, A^- al anión intercambiable del sólido y B_S^- al anión intercambiable de la disolución que pasa por el sólido; por simplicidad se ha representado al anión como monovalente pero puede tener cualquier carga.

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 poliméricos 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 10 mg/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,

Algunas propiedades importantes para una matriz son:

- Inhabilidad: 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 divilbenceno.

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 en 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 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.

3.4 Columnas de IX

3.4.1 Carga

La etapa de carga de una columna de intercambio iónico se puede representar mediante una curva llamada curva de ruptura. Se grafica la concentración de metal del efluente contra la cantidad

de solución de alimentación o en relación al *bed volume*. (se define como el volumen mínimo de disolvente necesario para humedecer la cantidad definida de sorbente dentro de la columna)

A medida que la solución fluye a través de la columna, el metal es captado por la resina hasta que alcanza el punto de saturación, dónde la concentración del efluente comenzará a aumentar hasta el punto de terminación del lecho. Esto quiere decir que la resina se encuentra totalmente cargada.

En la Figura 4 se puede apreciar un ejemplo de curva de ruptura, donde C_0 corresponde a la concentración de alimentación y C_r corresponde a la concentración del efluente en el punto de quiebre.

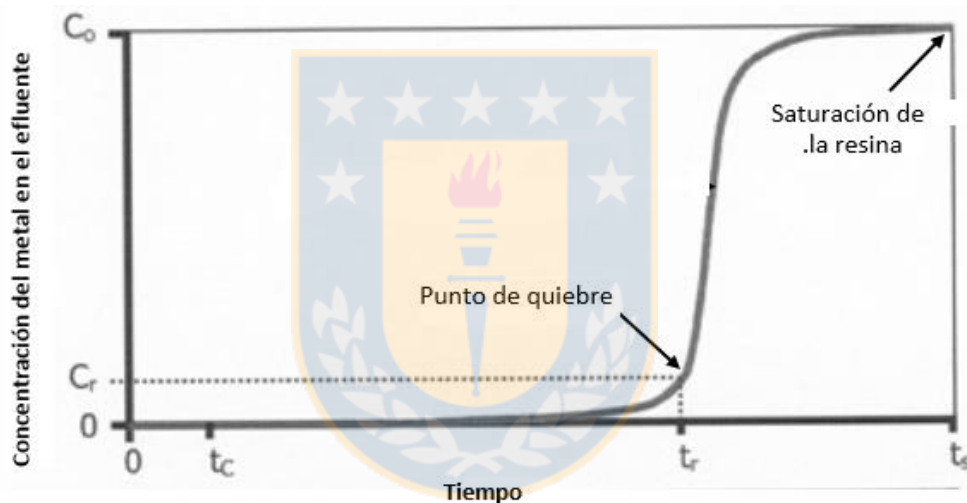


Figura 4: Ejemplo de curva de ruptura. [12]

3.4.2 Elución en columnas

La siguiente etapa del proceso se conoce como elución, también llamada etapa de re- extracción y tiene como finalidad la liberación del metal previamente cargado en la resina mediante una solución llamada eluyente. A la solución de salida que contiene el metal extraído de la resina y parte del eluyente que no reaccionó se le llama eluido.

La elución se puede representar graficando la concentración del metal en el eluido contra la cantidad de eluido, si se tiene una alimentación constante también puede ser

representada en unidades de tiempo. En la Figura 5 se puede apreciar un ejemplo de elución representativa. [12]

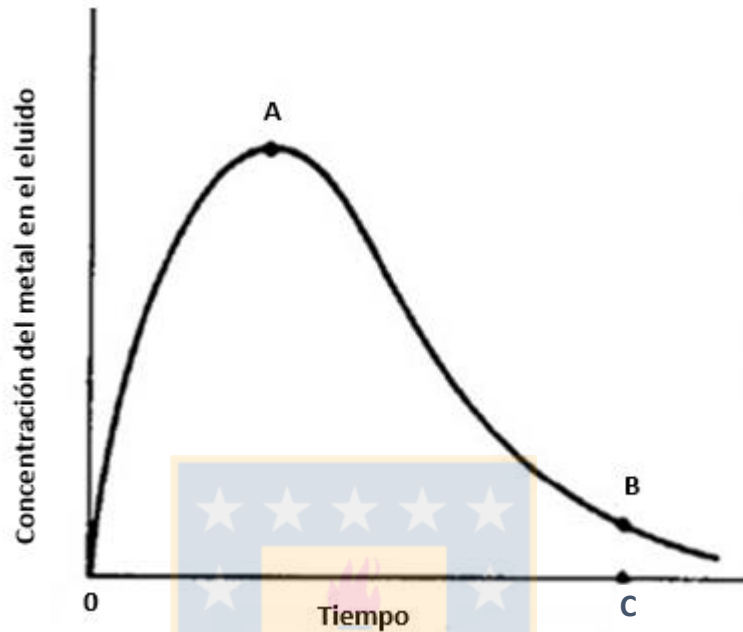


Figura 5: Gráfico de una elución representativa. [12]

El área bajo la curva OABC representa la cantidad de metal eluido. En caso en que no se logre eluir la totalidad de metal cargado en la resina este se irá acumulando en cada ciclo del proceso provocando una pérdida en la capacidad de carga de la resina.

Cabe destacar que los parámetros que influyen en la anteriormente mencionada curva de ruptura, también influyen en la curva de elución.

Por lo general, después de las etapas de carga y de elución existe una etapa adicional donde la resina es lavada para limpiar restos de solución de la etapa previa. Existe la posibilidad que se carguen especies que no son eluidas y se acumulen en cada ciclo disminuyendo la capacidad de carga de la resina. Para casos como este la resina pasa por una etapa de elución específica que se le denomina regeneración. [12]

4. Desarrollo experimental

El desarrollo de este trabajo se basa en la memoria de Matías Muñoz [13], quien trabajó con la misma resina realizando un estudio basado en pruebas batch de laboratorio. Se realizaron pruebas experimentales con el objetivo de recuperar antimonio con la resina UR3300S mediante intercambio iónico. La solución fue un PLS generado con polvos de fundición, y se recuperó tanto en columna como en pruebas batch. Las soluciones utilizadas fueron generadas en el laboratorio y sus características son especificadas más adelante.

Las pruebas se realizaron en el laboratorio de hidrometalurgia del departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Concepción.

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

Tabla 3: Características Resina UR3300S [14].

Fabricante	Unitika
Marca	Unicellex
Nombre	UR3300S
Tipo	Quelante
Matriz	Fenólica
Aplicación	Separación de metales en soluciones ácidas

4.1 Equipamiento experimental

El equipamiento de laboratorio utilizando durante las pruebas experimentales batch y en columna fue el siguiente:

4.1.1 Pruebas en Columna

- Pipeta de 25mL (1cm de diámetro y 30 cm de largo, usada como columna)
- Matraces de 250, 500 y 1000mL
- Probetas graduadas de 100 y 250 ml
- Probeta de 20 ml
- Resina UR3300S
- Papel filtro
- Frascos de muestras y análisis
- Equipo de protección personal
- Bomba peristáltica
- Bajada de suero
- Lana de vidrio
- Mangueras de silicona



4.1.2 Pruebas Batch

- Matraces Erlenmeyer de 250mL
- Matraces de 3 y 5 litros.
- Agitador mecánico
- Probetas graduadas de 100 y 250 mL
- Pipetas de 5 y 10 mL.
- Resina UR3300S
- Papel filtro
- Agitador Shaker

4.2 Procedimiento experimental

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

4.2.1 Obtención del PLS

a) Preparación de muestras

Antes de la lixiviación se hizo un total de 3 roleos con las muestras de polvos de fundición de Chuquicamata, donde se sacó una única muestra de cabeza. Las muestras de cabeza fueron enviadas a análisis y posteriormente se realizó lixiviación agitada para esta.

b) Lixiviación

Las pruebas de lixiviación se llevaron a cabo utilizando 100 g de mineral sólido a temperatura constante de 60 °C con una concentración de ácido de 75 gpL de H₂SO₄ y un tiempo de agitación de 2 horas a 400 RPM a una razón sólido/líquido de 10/1. (Condiciones determinadas en base a la memoria de Matías Muñoz).

Finalizada la lixiviación el PLS obtenido se envió a análisis para poder identificar cuando antimonio contenía, concentración que resultó ser variable. De los elementos revelados en el análisis se encontró antimonio, cobre, fierro y arsénico, junto con otros elementos menos significativos. Se preparó un volumen de PLS para cada una de las pruebas por separado.

4.2.2 Pruebas batch

Se realizaron pruebas batch para el trazado de la isoterma de extracción, para lo cual se utilizaron distintos volúmenes tanto de PLS, como de resina. Los valores utilizados en estas pruebas de volumen de acuoso, resina y su razón se detallan en la tabla 4.

Tabla 4: Volúmenes de acuoso y de resina utilizados en isoterma de extracción

Vol Acuoso [mL]	Vol Resina [mL]	Razón
200	0,8	250
150	0,8	187,5
75	0,8	93,75
50	0,8	62,5
50	1,6	31,25
40	3,2	12,5

4.2.3 Prueba de carga en columna

Para las pruebas de carga de columna se armó un sistema utilizando una pipeta de 25 mL conectada por la parte superior a un matraz que almacenaba la solución de alimentación mediante dos mangueras de silicona, una de alimentación y otra de purga. La manguera de alimentación pasaba a través de una bomba peristáltica, la cual ayudaba a la alimentación del PLS y la otra manguera se usaba para purgar el exceso de alimentación y manteniendo a su vez una altura constante en la columna. Adicionalmente existía una tercera manguera conectada a la pipeta con el fin de evitar que aumentase la presión dentro del sistema.

La parte inferior de la pipeta estaba conectada al matraz de recepción mediante una bajada de suero, la cual controlaba el caudal del efluente de la columna y a su vez el tiempo de residencia.

La pipeta fue rellena con 18 mL de resina que correspondían a 15 cm de altura en la columna y con lana de vidrio en su base con la función que la resina no escapara por la parte inferior de la pipeta durante la prueba.

En la Figura 6 se puede apreciar el sistema que se utilizó para las pruebas realizadas en columna con resina catiónica UR3300S.



Figura 6: Sistema utilizado para realizar intercambio iónico en columna.

5 Resultados y discusiones

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 Departamento de Ingeniería Metalúrgica.

Los resultados que se entregan corresponden al análisis de cobre, hierro, arsénico y antimonio presentes en las distintas pruebas.

5.1 Isotherma de Extracción

Esta prueba se realizó para trazar la isoterma de extracción para el antimonio. A continuación, se presentan la Isotherma de Extracción obtenida para esta mezcla de polvos de fundición.

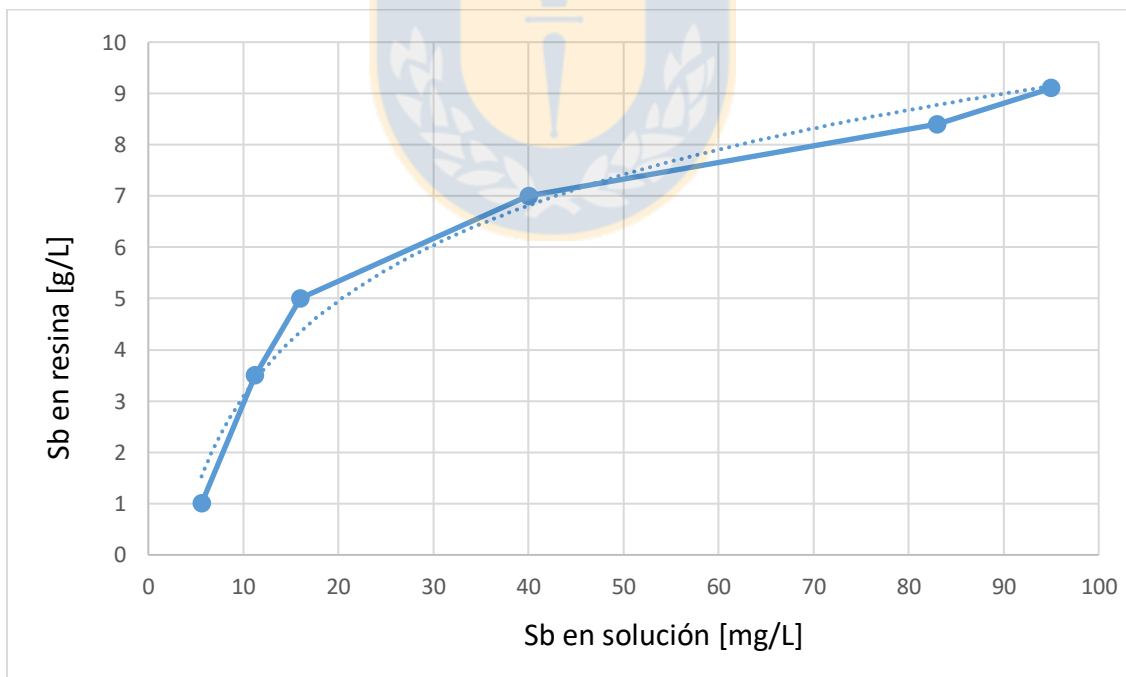


Figura 7: Gráfico de isoterma de extracción para un PLS con 101 [mg/L] de Sb.

A partir de la gráfica de la Figura 7, se observa que, la capacidad de carga de Sb existe aún a bajas concentraciones de antimonio en solución, permitiendo obtener un refino con menos de 10 ppm de antimonio.

5.2 Pruebas de carga en columna

Para realizar estas pruebas de carga en columna se contactó el lecho resina de 18 mL de resinas con 2000 mL de solución PLS. En algunas pruebas la concentración de antimonio se modificó disolviendo trióxido de antimonio y se realizaron unas pruebas independientes para cada concentración con la misma resina.

Las concentraciones utilizadas, tiempo de carga, volumen de PLS y tiempo de residencia se pueden apreciar en la Tabla 5. En la siguiente Tabla y figuras de la 8 a la 12, se muestran los resultados para el Sb en las distintas pruebas que se realizaron en el laboratorio midiendo la concentración de este. El Sb que queda en la resina se calcula por balance así como el porcentaje de extracción de este metal con este método de intercambio iónico.

Tabla 5: Condiciones para las pruebas de carga en columna.

	P1	P2	P3	P4	P5
Sb[mg/L]	251	102	101,6	84,7	96,7
Cu[mg/L]	10720	13432	12280	10980	13776
As[mg/L]	8420	9560	9964	8570	10876
Fe [mg/L]	2596	3570	3095	3276	3689
Tiempo de carga (min)	3260	2800	2870	3050	2940
Volumen total contactado (mL)	1980	1980	1970	1950	1990
Tiempo de residencia (min)	29,5	31,9	27,1	28,3	32,3
Flujo de alimentación (mL/min)	0,607	0,707	0,686	0,639	0,677

Tabla 6: Resumen de pruebas en columna mediante intercambio iónico.

Número de prueba	Bed Volume (BV)	Sb en solución (mg/L)	Sb en resina (g/L)	% Extracción Sb	%Extracción acumulada
	0	251	0	0	0
	25	24	5,67	90,4	90,4
P1	50	19	11,47	92,4	91,4
	75	21	17,22	91,6	91,5
	100	20,1	22,99	92,0	91,6
	0	102	0	0	0
	25	11,3	2,27	88,9	88,9
P2	50	5,4	4,69	94,7	91,8
	75	3,4	7,16	96,6	93,4
	100	2,8	9,64	97,3	94,4
	0	101,6	0	0	0
	25	4,1	2,44	95,9	95,9
P3	50	4,3	4,87	95,7	95,8
	75	4	7,31	96,1	95,9
	100	4,2	9,75	95,8	95,9
	0	84,7	0	0	0
	25	5,22	1,99	93,8	93,8
P4	50	5,15	3,98	93,9	93,9
	75	5,55	5,96	93,4	93,7
	100	5,39	7,94	93,6	93,7
	0	96,7	0	0	0
	25	4,1	2,32	95,7	95,7
P5	50	3,9	4,64	95,9	95,8
	75	3,9	6,96	95,9	95,8
	100	4	9,28	95,8	95,8

Se puede ver en la Tabla 6 que la mayor parte del Antimonio en solución queda retenida en las columnas de resina, superando un 90% de extracción para la mayoría de las pruebas realizadas.

Al comparar la prueba 1 con 250 mg/L de Sb con las otras pruebas de una alimentación cercana a los 100 mg/L, se puede ver que la concentración de Sb en la solución de salida es del orden de los 20 mg/L, mientras que en las otras pruebas está cercana a los 5 mg/L. Esto sugiere que un PLS con 250 mg/L de Sb podrá requerir un mayor tiempo de residencia para lograr la misma eficiencia que con un PLS de 100 mg/L.

En los siguientes gráficos se puede observar cómo se cargó la resina UR3300S de todas las pruebas en función del volumen cargado en BV. Cabe destacar que en todas pruebas no se pudo alcanzar el punto de quiebre y por lo tanto la resina no se cargó totalmente.

Se estimó que con las condiciones de carga iba a ser suficiente para cargar la resina y dado la poca disponibilidad de tiempo y dificultades en la operación de la columna de laboratorio, no se realizaron pruebas con mayor tiempo de carga.

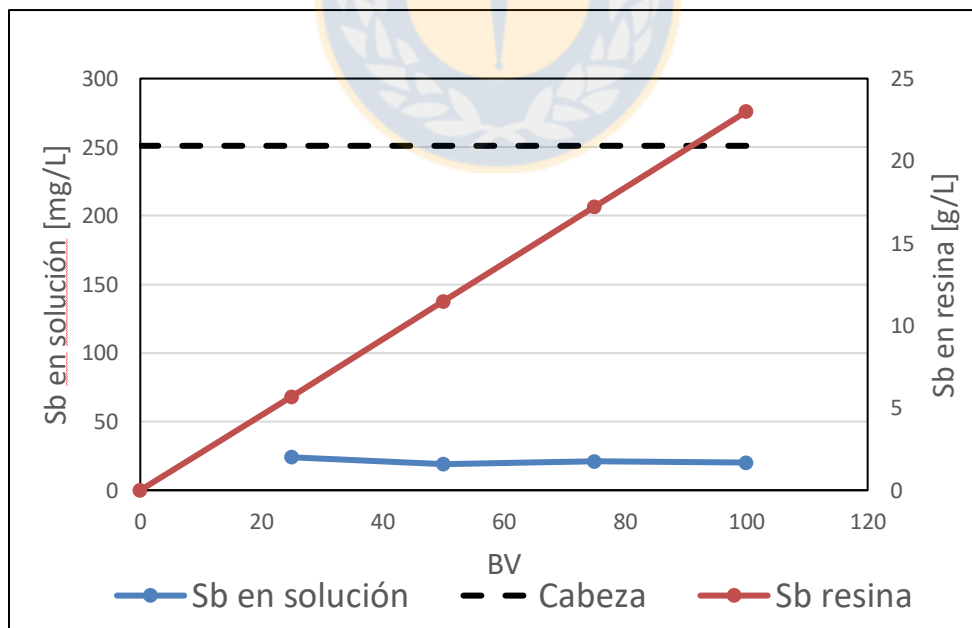


Figura 8: Gráfico de carga prueba 1.

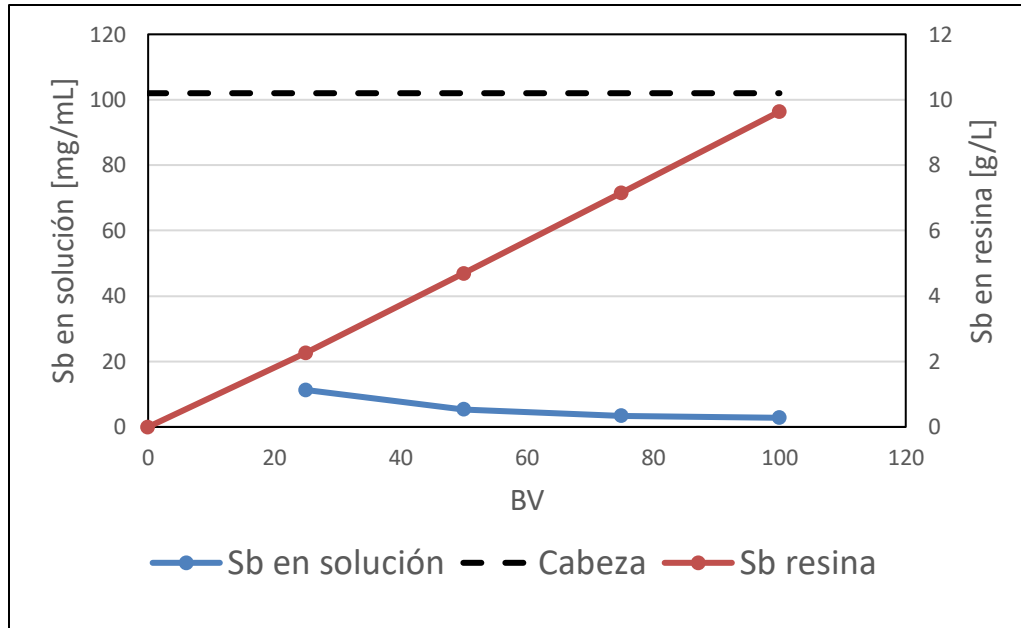


Figura 9: Gráfico de carga prueba 2.

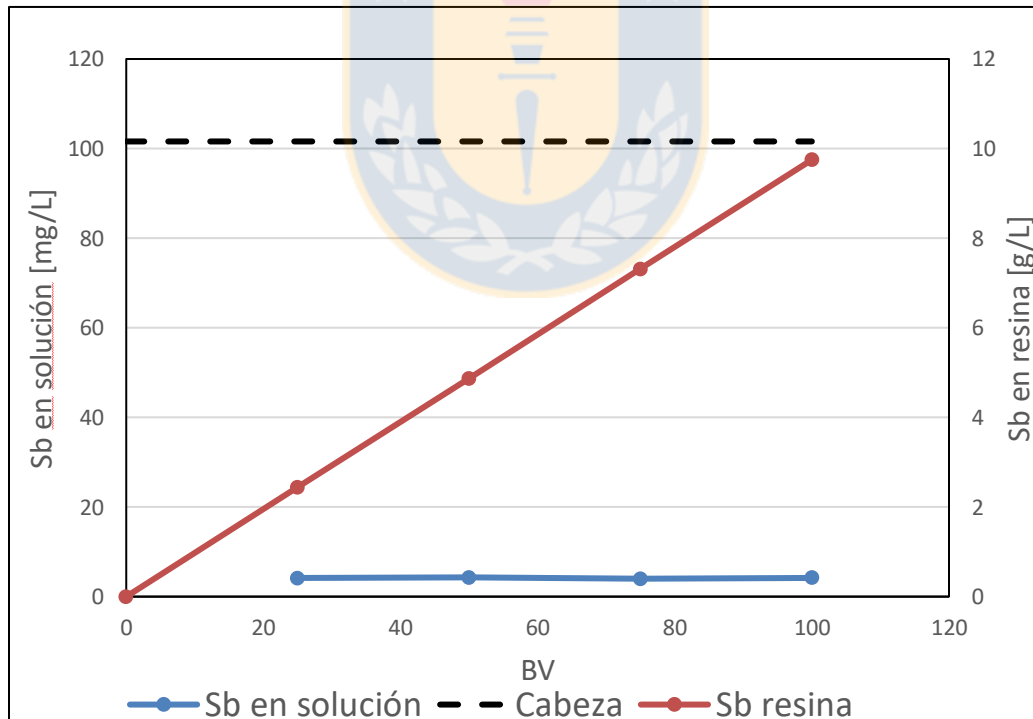


Figura 10: Gráfico de carga prueba 3.

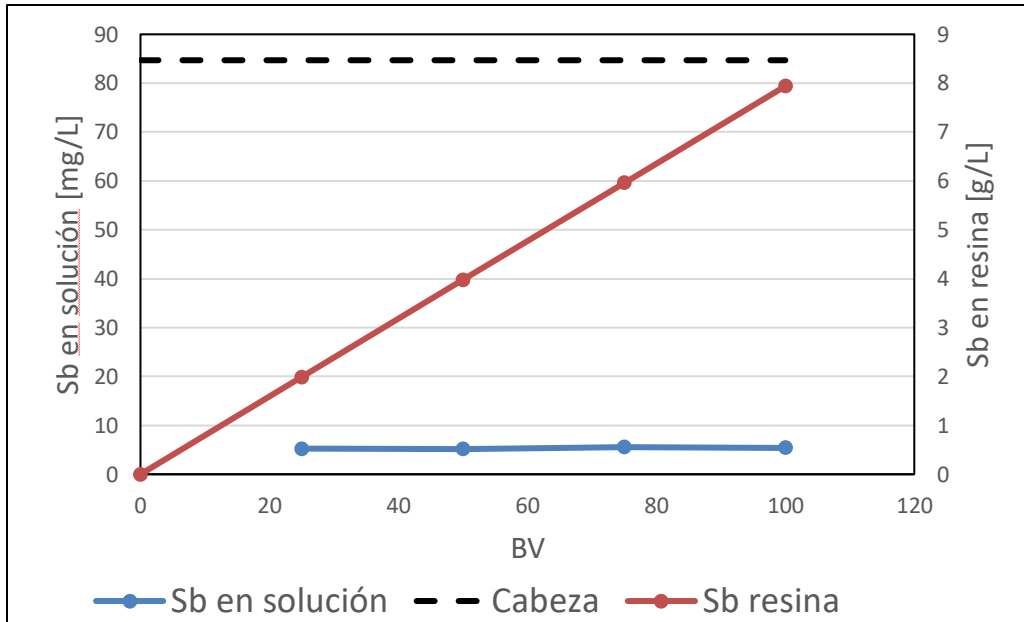


Figura 11: Gráfico de carga prueba 4.

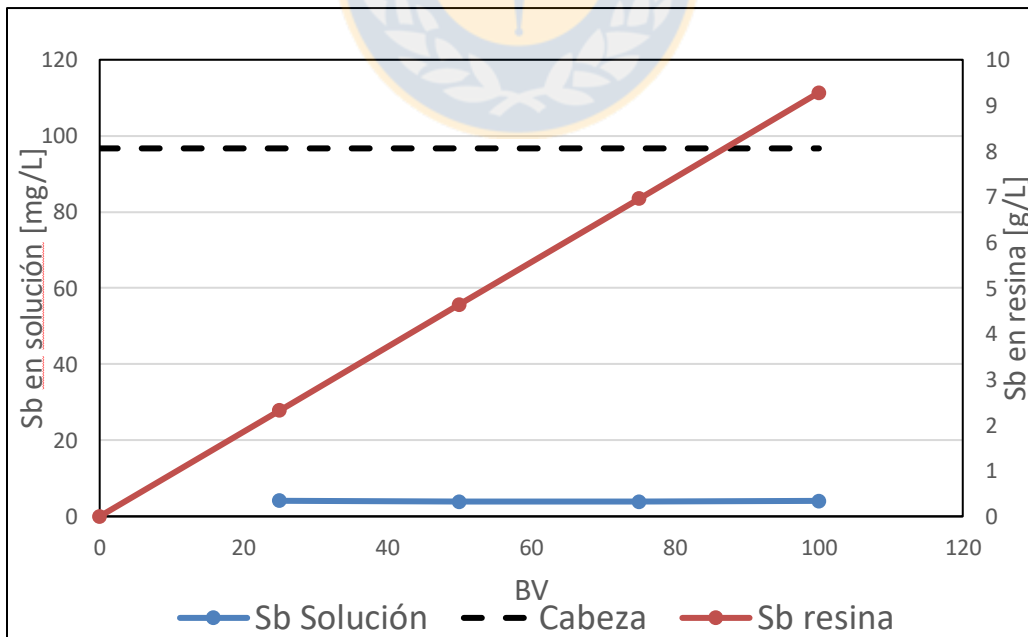


Figura 12: Gráfico de carga prueba 5.

En la Figura 13 se observa el comportamiento del arsénico, cobre y hierro que se encuentran en solución .

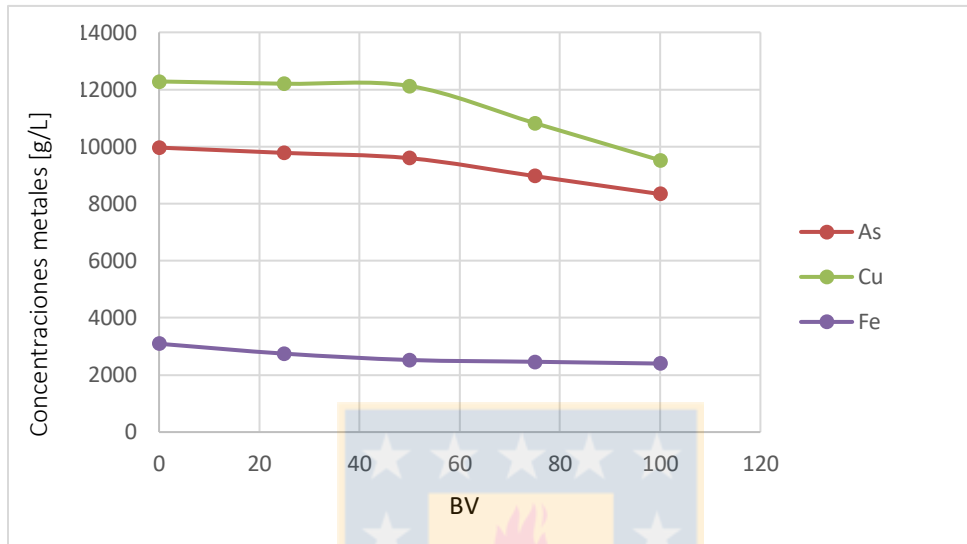


Figura 13: Concentraciones de Arsénico, Cobre y Hierro en solución Prueba 3 en columna.

En el siguiente gráfico se puede observar la afinidad que tiene la resina por el antimonio con respecto a las otras especies en solución. En la tabla A2 del anexo están los datos de estas pruebas.

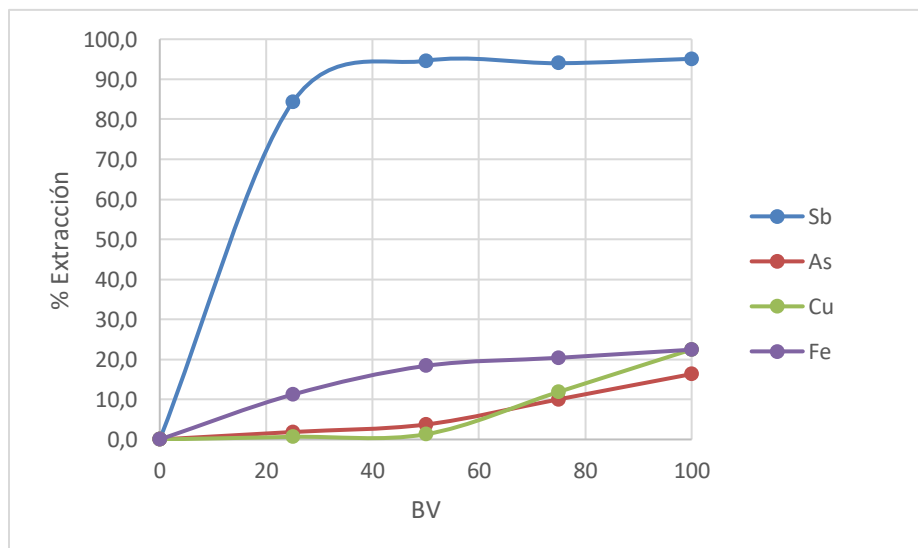


Figura 14: Porcentajes de extracción para distintos elementos en solución para la Prueba 3 en columna.

5.3 Pruebas de elución

Una muestra de resina UR3300S previamente cargada en las pruebas de columna, se contactó con soluciones de ácido clorhídrico a distintas concentraciones en pruebas tipo batch. Estas concentraciones usadas fueron 1M, 4M, 6M y 8M. La resina se cargó con un PLS con 100 mg/L de Sb. Cada prueba de elución se realizó agitando la resina cargada con ácido clorhídrico durante 3 horas en una proporción 10/1 (ml /g de resina), para luego sacar el ácido e ingresar ácido fresco a la misma concentración. En la Figura 15 se presentan los resultados de esta prueba. En la Tabla A1 del anexo están los análisis químicos respectivos.

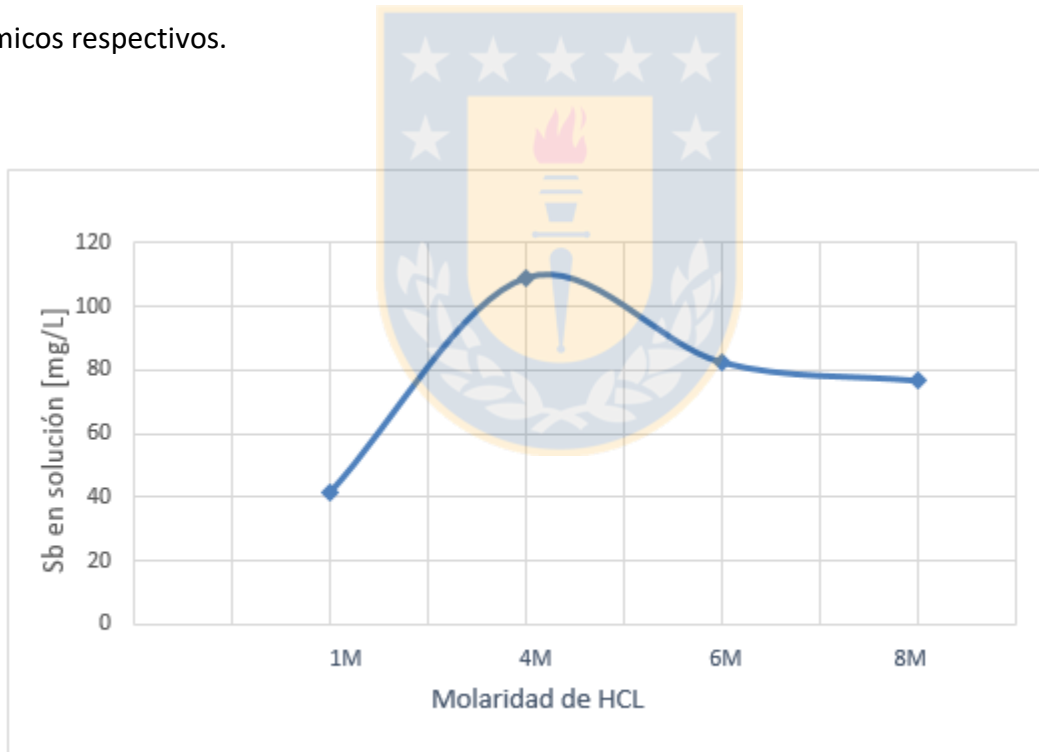


Figura 15: Elución de resina realizadas mediante pruebas batch a diferentes concentraciones de ácido clorhídrico.

Se puede apreciar que la concentración de ácido clorhídrico que más re extrae Sb es la 4 molar llegando a un valor de 110 [mg/L]. Además, la concentración que menos favorece la elución es la concentración de 1 M con valores cercanos a 40 [mg/L].

El porcentaje de re extracción con 4 Molar de HCl será un 36,6% aproximadamente.

En la siguiente tabla se pueden observar los diferentes porcentajes de re-extracción para las distintas molaridades de ácido clorhídrico utilizadas en esta prueba de elución.

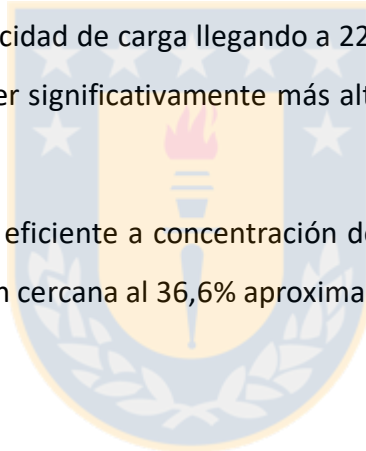
Tabla 7: Porcentajes de re extracción para diferentes molaridades

Molaridad de HCL	% de Re extracción
1M	13,2%
4M	36,6%
6M	28,2%
8M	26,5%

6 Conclusiones.

Las conclusiones obtenidas del análisis experimental son:

- La resina presenta capacidad de carga y selectividad al antimonio presente en los polvos de Fundición alcanzando extracciones del orden del 95% del Sb en solución, mientras que las otras especies (As, Cu, Fe) solo alcanzan extracciones menores al 20%.
- La resina posee una buena capacidad de carga llegando a 22,99 g/L de Sb con el PLS de 250 mg/L de antimonio, valor que puede ser significativamente más alto debido a que en las pruebas no se llegó al punto de quiebre.
- La re extracción del Sb es más eficiente a concentración de HCl 4M en solución de elución, en donde se alcanza una reextracción cercana al 36,6% aproximadamente.



7 Bibliografía

1. <https://www.coursehero.com/file/41704592/Antimoniopdf/>
2. <http://www.materialesde.com/estibina/>
3. <https://www.lenntech.es/periodica/elementos/sb.htm>
4. <http://www.aldrett.mx/antimonio.php>
5. <https://www.ecured.cu/Antimonio>
6. Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ATSDR). 1992. Reseña toxicológica del antimonio. Atlanta, GA: Departamento de Salud y Servicios Humanos de los EE.UU.
7. Servicio Geológico de los Estados Unidos USGS:
<https://prd-wret.s3-us-west-2.amazonaws.com/assets/palladium/production/s3fs-public/atoms/files/mcs-2019-antim.pdf>
8. <https://es.ripleybelieves.com/world-s-largest-exporters-of-antimony-9232>
9. C.L. Mantell, Electrochemical Engineering (4⁰ Edition), 1994. Pag 227-229.
10. Procedimiento para la separación del antimonio de soluciones ácidas que lo contengan. Nuova Samin S.p.A. Patente de Inversión ES 2010077.
11. POURBAIX, M J N. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions, 1966. Pág 524-531.
12. <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/22193/Capitulo3.pdf>
13. MUÑOZ VALDEVENTO, M. Recuperación de antimonio desde residuo arsenical y polvos de fundición mediante intercambio iónico, Dimet UdeC, 2018.
14. <http://dardel.info/IX/AllResins> Información del fabricante.

8 Anexos

Tabla A1: Análisis químico pruebas de elución.

Concentración de acido	Sb en Solucion de elucion (mg/L)	Sb en solucion (mg)
1MA	56,5	5,65
1MB	40,2	4,02
1MC	28,6	2,86
4MA	258,75	25,875
4MB	54,5	5,45
4MC	13,65	1,365
6MA	216,25	21,625
6MB	26,2	2,62
6MC	4,89	0,489
8MA	217,25	21,725
8MB	9,58	0,958
8MC	3,01	0,301

Tabla A2: Datos grafico porcentaje de extracción (figura 14).

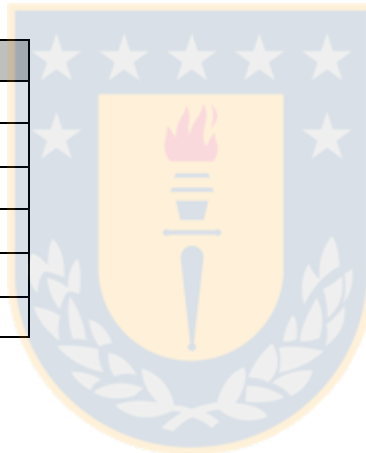
BV	Sb [mg/L]	As [mg/L]	Cu [mg/L]	Fe [mg/L]
0	0,0	0,0	0,0	0,0
25	88	1,9	0,7	11,2
50	95,6	3,7	1,3	18,4
75	95,7	10,0	11,9	20,4
100	95,8	16,3	22,5	22,4

Tabla A3 : Datos grafico otras especies (figura 13).

BV	Sb [mg/L]	As [mg/L]	Cu [mg/L]	Fe [mg/L]
0	62,5	9964	12280	3093,75
25	43,47	9778	12200	2746,87
50	24,44	9592	12120	2525
75	21,92	8964	10820	2462,5
100	19,4	8336	9520	2400

Tabla A4: Datos grafico isoterma de extracción (Figura 7).

sb resina [g/L]	sb solución [g/L]
1	5,6
3,5	11,2
5	16
7	40
8,4	83
9,1	95



Hoja Resumen Memoria de Título

Título: Recuperación de antimonio desde polvos de fundición mediante intercambio iónico en columna
Nombre Memorista: Patricio Valencia Molina

Modalidad		Profesor(es) Patrocinante(s): Fernando Parada
Concepto		
Calificación		
Fecha		
Prof. Eugenia Araneda		Prof: Fernando Parada
		Ingeniero Supervisor: Sr.
		Institución:

Comisión (Nombre y Firma)	
Prof. Froilán Vergara	Prof. Eduardo Balladares

Resumen
<p>La presente memoria de título informa 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 una mezcla de polvos de fundición, mediante intercambio iónico en un sistema en columna utilizando la resina catiónica UR3300S.</p> <p>La resina UR3300S generó una extracción cercana al 90% del Sb en solución y se comprobó la selectividad de la resina por sobre los otros elementos estudiados como Fe, As y Cu.</p> <p>Además, los resultados muestran que es favorable llevar a cabo un proceso de elución de la resina, lo cual permite separar impurezas que fueron captadas en la etapa de extracción y así mejorar la selectividad global del proceso. La reextracción del Sb es más eficiente con soluciones de elución a concentraciones a 4M de HCl, alcanzando 36,6% de reextracción.</p>