



Universidad Nacional
SAN LUIS GONZAGA



Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional

Esta licencia es la más restrictiva de las seis licencias principales Creative Commons, permitiendo a otras solo descargar sus obras y compartirlas con otras siempre y cuando den crédito, pero no pueden cambiarlas de forma alguna ni usarlas de forma comercial.

<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0>



CONSTANCIA

El que suscribe, deja constancia que se ha realizado el análisis con el software de verificación de similitud de **Tesis** cuyo título es:

"INFLUENCIA DE LA CONCENTRACION DE ACIDO SULFURICO EN LA LIXIVIACION DE LA BORNITA EN PRESENCIA DE COMPUESTOS DE HIERRO"

Presentado por:

JARANDILLA ROMUCHO JIMMY RAUL

Estudiante del nivel PREGRADO de la **Facultad de Ingeniería de Minas y Metalurgia**. El resultado obtenido es 13% por el cual se otorga el calificativo de:

(APROBADO, Según Reglamento de Evaluación de la Originalidad)

Se adjunta al presente el reporte de evaluación con el software de verificación de originalidad.

Observaciones:

APROBADO OBTUVO EL 13% (MENOR O IGUAL AL 20% REQUERIDO)

Ica, 24 de enero de 2024

.....
DR. VICTOR MANUEL FLORES MARCHAN
DIRECTOR DE UNIDAD DE INVESTIGACION
FACULTAD DE INGENIERIA DE MINAS Y METALURGIA

UNIVERSIDAD NACIONAL “SAN LUÍS GONZAGA”

VICERRECTORADO DE INVESTIGACIÓN

Facultad de Ingeniería de Ingeniería de Minas y Metalurgia



Tesis:

**Influencia de la concentración de ácido sulfúrico en la
lixiviación de la bornita en presencia de compuestos de hierro**
Para optar el Título Profesional de Ingeniero Metalúrgico

Línea de investigación: Metalurgia extractiva

Autor: JARANDILLA ROMUCHO, JIMMY RAUL

NASCA – PERÚ

2023

DEDICATORIA

AGRADECIMIENTOS

INDICE DE CONTENIDOS

	Pág.
PORTADA	01
DEDICATORIA	02
AGRADECIMIENTO	03
ÍNDICE DE CONTENIDOS	04
ÍNDICE DE TABLAS	05
ÍNDICE DE FIGURAS	06
RESUMEN	07
ABSTRACT	08
I. INTRODUCCIÓN	09
II. ESTRATEGIA METODOLOGICA	11
2.1. Antecedentes.	11
2.2. Marco teórico.	12
2.3. Marco conceptual.	28
2.4. Estrategia metodológica.	28
2.5. Procedimiento experimental.	29
III. RESULTADOS	35
IV. DISCUSIÓN.	58
V. CONCLUSIONES	59
VI. RECOMENDACIONES.	60
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	61
VIII. ANEXOS.	62

INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 2.1. Datos de los tamices empleado, según la escala Tyler.	34
Tabla 3.1. Composición mineralógica de la muestra.	35
Tabla 3.2. Distribución volumétrica porcentual de cada mineral.	36
Tabla 3.3. Composición química del mineral empleado.	37
Tabla 3.4. Composición porcentual de la bornita empleada.	38
Tabla 3.5. Composición química cuantitativa de la bornita.	39
Tabla 3.6. Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante con H ₂ SO ₄ al 10%	40
Tabla 3.7. Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante con H ₂ SO ₄ al 15%	41
Tabla 3.8. Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante con H ₂ SO ₄ al 20%	42
Tabla 3.9. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 10% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%.	43
Tabla 3.10. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 10% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 4%	44
Tabla 3.11. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 10% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 6%	45
Tabla 3.12. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 10% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 8%	46
Tabla 3.13. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 10% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 10%	47
Tabla 3.14. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 15% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	48
Tabla 3.15. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 15% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 4%	49
Tabla 3.16. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 15% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 6%	50
Tabla 3.17. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 15% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 8%	51
Tabla 3.18. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 15% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 10%	52
Tabla 3.19. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 20% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	53
Tabla 3.20. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 20% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	54
Tabla 3.21. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 20% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	55
Tabla 3.22. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 20% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	56
Tabla 3.23. Tiempo de lixiviación con H ₂ SO ₄ 20% y oxidante Fe ₂ (SO ₄) ₃ al 2%	57

INDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1. Esquema de la lixiviación de minerales a nivel micro.	12
Figura 2.2. Tratamiento físico del mineral. Chancado en chancadora de quiјadas.	13
Figura 2.3. Mecanismo de molienda del mineral en molino de bolas.	14
Figura 2.4. Molino de bolas.	14
Figura 2.5. Lixiviación en pilas.	15
Figura 2.6. Lixiviación agitada o dinámica.	15
Figura 2.7. Malaquita.	17
Figura 2.8. Azurita.	18
Figura 2.9. Cuprita.	18
Figura 2.10. Mineral de hierro (hematita)	23
Figura 2.11. Bornita.	27

RESUMEN

La presente investigación titulada “**Influencia de la concentración de ácido sulfúrico en la lixiviación de la bornita en presencia de compuestos de hierro**”, es de tipo aplicada, de nivel explicativa y de diseño experimental, siendo su objetivo determinar la influencia de la concentración del ácido sulfúrico en la lixiviación de la bornita en presencia del sulfato férrico en concentraciones variadas. Los ensayos realizados han establecido que la lixiviación en este caso es sumamente lenta, aún cuando la concentración del ácido sulfúrico es alta. Los resultados indican que en treinta días de lixiviación de la bornita con el ácido sulfúrico de 20% de concentración sin el empleo de oxidante, se recuperó solamente 89,5 mg de cobre de los 658,6 mg que contenía la muestra. Con la adición de un 10% del oxidante sulfato de hierro (III) bajo las mismas condiciones de proceso, se recuperó 321,2 mg de cobre, lo que conlleva a la conclusión de que la lixiviación de la bornita aún en presencia de un oxidante es lenta y su eficiencia es baja.

PALABRAS CLAVES: Sulfato Férrico, lixiviación, bornita.

ABSTRACT

The present investigation entitled "Influence of the concentration of sulfuric acid on the leaching of bornite in the presence of iron compounds", is of an applied type, of explanatory level and of experimental design, its objective being to determine the influence of the concentration of the acid sulfuric in the leaching of bornite in the presence of ferric sulfate in varied concentrations. The tests carried out have established that leaching in this case is extremely slow, even when the concentration of sulfuric acid is high. The results indicate that in thirty days of leaching of bornite with sulfuric acid of 20% concentration without the use of oxidant, only 89.5 mg of copper was recovered of the 658.6 mg contained in the sample. With the addition of 10% of the oxidant iron (III) sulfate under the same process conditions, 321.2 mg of copper was recovered, which leads to the conclusion that the leaching of bornite even in the presence of an oxidant It is slow and its efficiency is low.

KEYWORDS: Ferric Sulfate, leaching, bornite.

I. INTRODUCCIÓN

La bornita es un sulfuro secundario, vale decir un sulfuro que está en proceso de oxidación, que técnicamente es más fácil someterlo a un proceso de oxidación y por lo tanto más fácil someterlo a lixiviación empleando un compuesto de hierro que actúe como catalizador de las reacciones, el cual puede ser el sulfato de férrico. Se plantea la lixiviación de la bornita en principio porque es un mineral que contiene 63,31% de cobre, lo que significa que este mineral es una mena importantísima en la recuperación del cobre y porque actualmente se busca que reemplazar los procesos pirometalúrgicos altamente contaminantes y sobre todo con un consumo excesivo de energía que encarece los procesos, en este sentido la lixiviación, método hidrometalúrgico de extracción en el cual se emplea el ácido sulfúrico como reactivo lixivante y se puede llevar a cabo a temperatura ambiente.

Situación problemática.

Uno de los problemas actuales de la industria minera es la enorme contaminación que se genera en los procesos pirometalúrgicos que se realizan para recuperar cobre de minerales sulfurosos, entre ellos, la tostación oxidante que permite obtener óxidos de cobre y hierro a partir de la pirita, generándose una enorme cantidad de dióxido de azufre que debe ser empleado en la producción de ácido sulfúrico, este inconveniente, tecnológicamente se trata de solucionar mediante el empleo de otras tecnologías menos dañinas para el medio ambiente como por ejemplo la lixiviación ácida de sulfuros secundarios empleando una sal de hierro como catalizador a fin de optimizar la recuperación del cobre; sin embargo, las sales oxidadas de hierro también son solubles en ácido sulfúrico y por lo tanto va ser consumido en parte por la sal férrica pudiendo no ser recuperado todo el cobre durante la lixiviación. Debido a esto en la presente tesis se evalúa el gasto de ácido sulfúrico en el proceso de lixiviación de la bornita en presencia del compuesto de hierro.

Problema general.

¿La concentración del ácido sulfúrico influye en la lixiviación de la bornita en presencia de compuestos de hierro?

Problemas específicos.

- a. ¿Bajo qué condiciones se puede llevar a cabo la lixiviación de la bornita?
- b. ¿Cómo influye la presencia de hierro o compuestos de hierro en la lixiviación de la bornita?

Objetivo General.

Determinar la influencia de la concentración de ácido sulfúrico en la lixiviación de la bornita en presencia de compuestos de hierro

Objetivos específicos.

- a. Determinar bajo qué condiciones se puede llevar a cabo la lixiviación de la bornita.
- b. Determinar cómo influye la presencia de hierro o compuestos de hierro en la lixiviación de la bornita.

Hipótesis general.

La concentración de ácido sulfúrico influye directamente en la lixiviación de la bornita en presencia de compuestos de hierro

Hipótesis específicas.

- a. La lixiviación de la bornita se puede llevar a cabo bajo condiciones de exceso de ácido sulfúrico.
- b. La presencia de hierro o compuestos de hierro influye en la lixiviación de la bornita permitiendo un mayor consumo de ácido.

Variables.**Variable independiente:**

Concentración de ácido sulfúrico

Variable dependiente.

Lixiviación de la bornita

Justificación e importancia.**Justificación teórica:**

Desde el punto de vista teórico en la presente investigación se incidirá en los temas relacionados con los minerales sulfurados secundarios a los que pertenece la bornita. Se estudiará sus propiedades, y características a fin de poder establecer el método experimental más adecuado para su tratamiento.

Justificación metodológica:

Desde el punto de vista metodológico, se desarrollará una investigación aplicada, de diseño experimental en la que se aplicará el método científico.

Justificación social:

Desde el punto de vista social la presente investigación busca que ampliar la capacidad de la industria metalurgia para tratar minerales refractarios o en su conjunto minerales sulfurados, con la mínima contaminación del medio ambiente lo que favorece a las poblaciones cercanas a los centros mineros y las plantas hidrometalúrgicas.

Justificación práctica ó ambiental:

Desde el punto de vista práctico, los resultados de una investigación permitirán aplicar el método propuesto a la industria metalúrgica del sur del país.

II. ESTRATEGIA METODOLÓGICA

2.1. Antecedentes.

A nivel internacional:

En el año 2017, Armijo, R., presentó su tesis titulada “Caracterización de la cinética de reacción y desactivación del proceso de lixiviación no oxidativa de calcopirita a 70°C”, a la Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología de la Universidad de Chile, cuyo objetivo fue caracterizar la cinética del proceso de pasivación del mineral de calcopirita en condiciones de no se produzca su oxidación, para lo cual se empleó una atmósfera modificada que no incluye oxígeno y además se empleó en los ensayos temperaturas elevadas de 70°C. La lixiviación se llevó a cabo con concentraciones de ácido sulfúrico que van desde 50 g por litro hasta 100 g por litro, por tiempos de 5 horas. Las reacciones que se llevaron a cabo formaron covelina y calcosina, además de sulfuro de hidrógeno y azufre elemental. La calcosina y covelina son fáciles de lixiviar.

En el año 2017, la Comisión Chilena del cobre, publicó la investigación titulada “Sulfuros primarios: desafíos y oportunidades, en la revista COCHILCO del Ministerio de Minería del Gobierno de Chile, cuyo objetivo es plantear ciertas posibilidades de tratamiento de los sulfuros primarios, debido a la cada vez más escasa presencia de yacimiento oxidados de minerales de cobre. En el trabajo se plantea la utilización de ácido a fin de sulfatar los sulfuros, los cloruros para el pretratamiento de este tipo de minerales empleando el agua de mar, etc, En el estudio también se hace mención del empleo de hierro como catalizador de las reacciones que permitan obtener compuestos lixiviables.

A nivel nacional:

En el año 2017, Galdós, L., presentó su tesis titulada “Estudio de aplicación de proceso no convencional a sulfuros refractarios primarios de cobre a presión atmosférica”, a la Universidad Nacional San Agustín de Arequipa, cuyo objetivo fue hacer una revisión teórica de los métodos industriales y experimentales empleados para el tratamiento de los sulfuros primarios, métodos que proponen un pre tratamiento de los sulfuros con el fin de transformarlos en sustancias más manejables capaces de lixiviarse directamente o no recurrir a la pirometalurgia, lo cual exige una gran cantidad de energía y una gran cantidad de vapores y gases contaminantes. En el trabajo se empleó como un compuesto catalizador el cloruro de cobre, el cual permitió la lixiviación de la calcopirita y de otros sulfuros presentes en el mineral.

En el año 2019, Estrada, J., presentó su tesis titulada “Evaluación de la lixiviación bacteriana de minerales mixtos de la mina Utcush para la recuperación del cobre - Huánuco – 2018, a la Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión, cuyo objetivo fue

emplear la lixiviación bacteriana para tratar minerales de cobre con un alto contenido de óxidos carbonatos y sulfuros, estos últimos una vez lixiviados con las bacterias, se sulfataron. Después de este tratamiento el mineral fue lixiviado con ácido sulfúrico. Finalmente, el sulfato de cobre obtenido se trató con chatarra de hierro para obtener el cemento de cobre. Una particularidad del proceso es el hecho de que se requiere un mineral micro pulverizado a malla -400 para lograr el máximo de recuperación del metal.

A nivel local.

No existe registro alguno sobre investigaciones relacionadas con el tema que se desarrolla en el presente proyecto en las Universidades locales.

2.2. Marco teórico.

2.2.1. Lixiviación de minerales oxidados.

Concepto y tipos de lixiviación.

La lixiviación o extracción sólido-líquido es un procedimiento en el cual un solvente líquido se pone en contacto con un sólido pulverizado con el fin de disolver uno de los componentes del sólido. En el ámbito geológico, la lixiviación se refiere al lavado de una capa de tierra o estrato geológico por medio del agua, así como a la acción corrosiva de placas ácidas presentes en sales que tienen la capacidad de disolver una amplia gama de materiales sólidos. Además, el término lixiviación se aplica al tratamiento de minerales concentrados y otros materiales que contienen metales, donde se lleva a cabo mediante un proceso húmedo con ácido para disolver los minerales solubles, recuperándolos en una solución cargada de lixiviación. Este proceso también se emplea en la metalurgia para trabajar principalmente minerales oxidados.

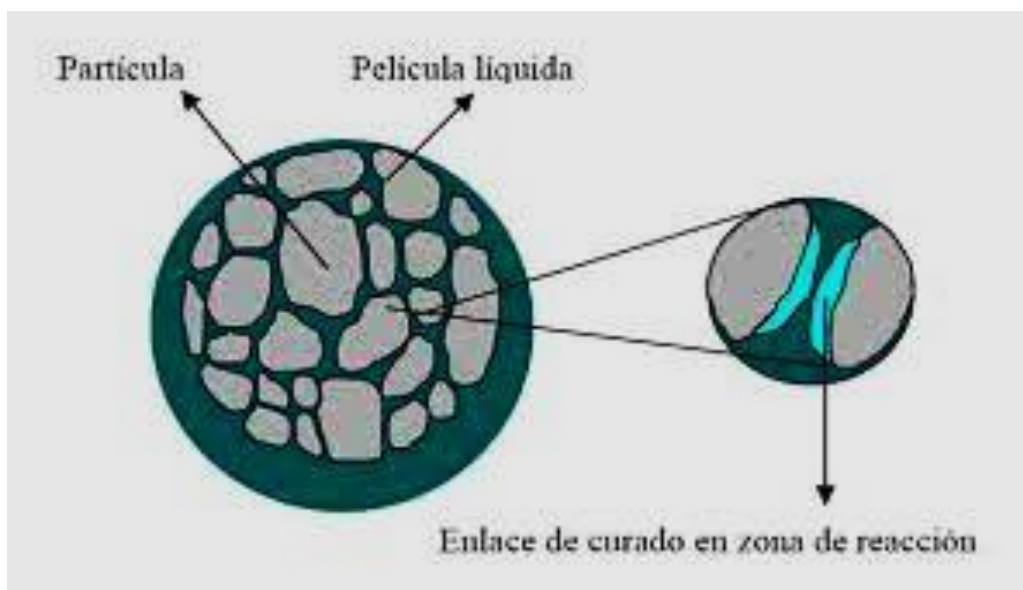


Fig.2.1. Esquema de la lixiviación de minerales a nivel micro.

La lixiviación consiste en un procedimiento hidrometalúrgico donde se separa una sustancia soluble de otra insoluble, empleando un solvente, ya sea inorgánico u orgánico, comúnmente acuoso, bajo condiciones de temperatura y presión variables.

El desarrollo de la lixiviación de minerales oxidados requiere de varias etapas, las cuales son:

1. Tratamiento físico del mineral (Acondicionamiento)
2. Lixiviación
3. Separación Sólido - Líquido
4. Purificación y Extracción
5. Recuperación final del metal o compuesto valioso.



Fig. 2.2. Tratamiento físico del mineral. Chancado en chancadora de quijadas.

Acondicionamiento

Para llevar a cabo la lixiviación de un mineral de manera eficiente, es esencial elegir el diámetro apropiado de las partículas y la densidad de la pulpa. En algunas situaciones, se puede mejorar la eficacia del proceso al modificar la estructura de las sustancias a extraer mediante reacciones químicas específicas.

Lixiviación

Se trata de un procedimiento en el cual los elementos metálicos presentes en un mineral se transfieren de manera selectiva y completa, en la medida de lo posible, desde el estado sólido al líquido, manteniendo la ganga en forma sólida para la posterior separación. La

solución líquida utilizada para la lixiviación suele ser una solución acuosa de un reactivo que interactúa fácilmente con el mineral, pero no con la ganga.

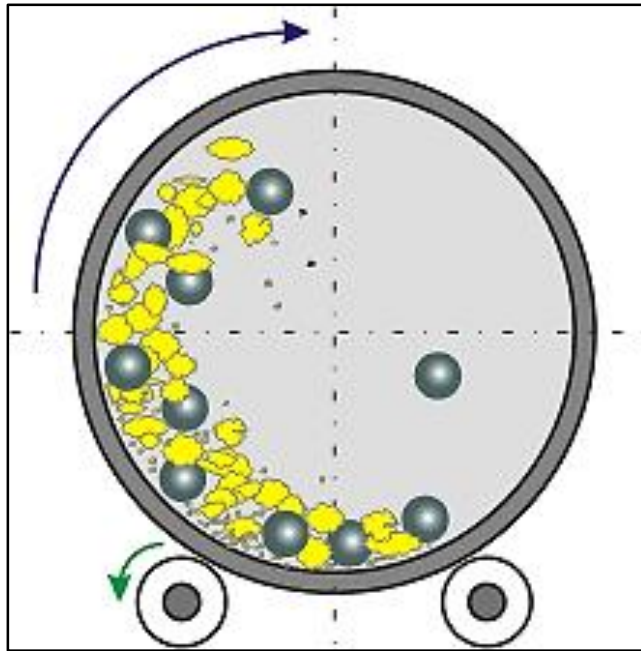


Fig. 2.3. Mecanismo de molienda del mineral en molino de bolas.

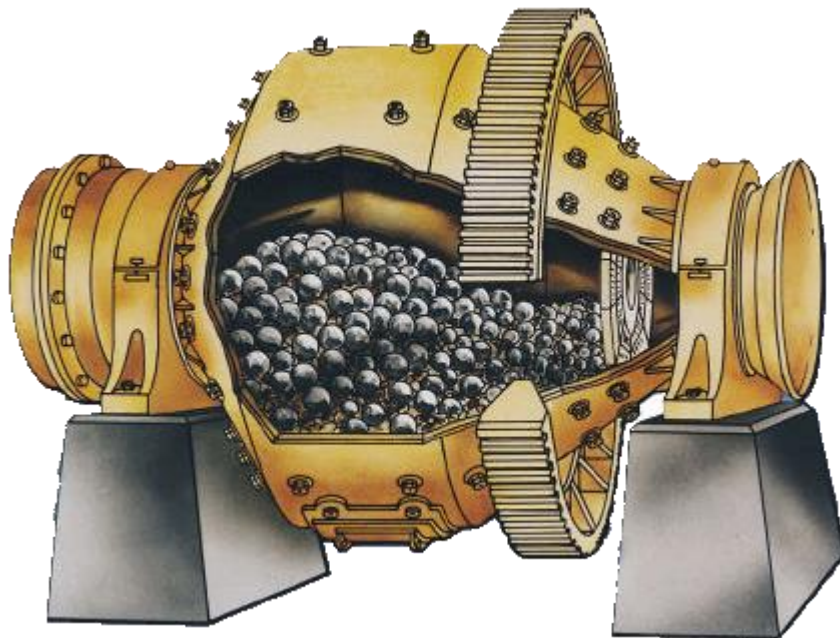


Fig. 2.4. Molino de bolas.

La elección del reactivo utilizado en la lixiviación se rige principalmente por consideraciones de selectividad y costos. Aunque las condiciones óptimas para lixiviar un mineral se establecen mediante experimentación, hay factores comunes que influyen en la lixiviación bajo condiciones normales de presión, tales como el tamaño de partícula,

composición y concentración del solvente, tiempo de contacto, temperatura, agitación, entre otros.

Se conocen ciertos tipos de lixiviación, entre los que están:

- Lixiviación in situ.
- Lixiviación en pilas.
- Lixiviación por precolación.
- Lixiviación por agitación.
- Lixiviación a presión.

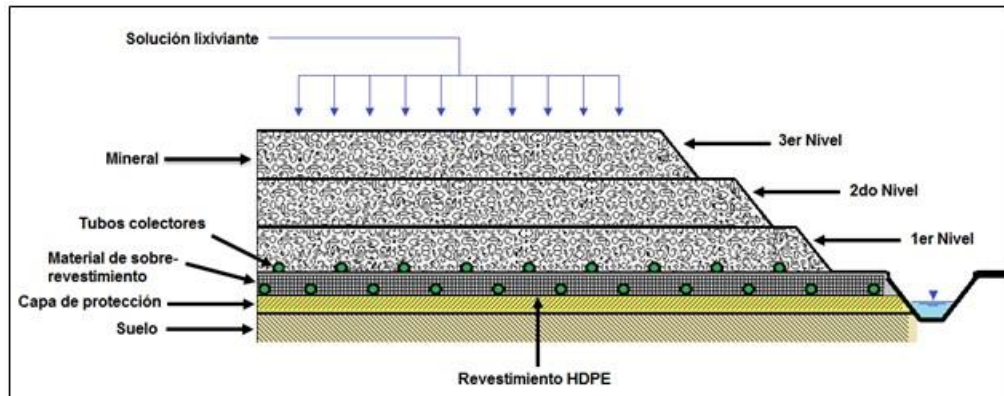


Fig. 2.5. Lixiviación en pilas.

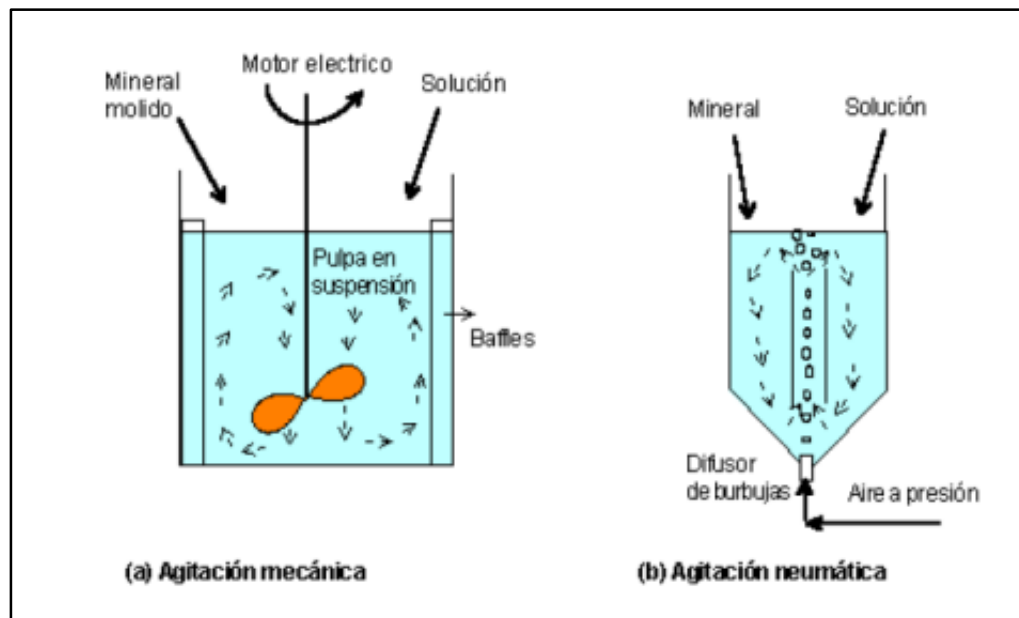


Fig. 2.6. Lixiviación agitada o dinámica.

Separación Sólido - Líquido

En numerosas ocasiones, para lograr la separación entre el líquido y los sólidos, se requiere pasar por las fases de sedimentación, espesamiento y filtración. Los requisitos y

costos asociados con la planta y el equipo para estas etapas suelen ser considerablemente mayores en comparación con la etapa de lixiviación.

Purificación o Extracción

En numerosas situaciones, la solución madre, una vez separada de los sólidos, que generalmente son relaves o ganga, no está apta para avanzar directamente a la fase final de recuperación de valores. Esto se debe a que la solución madre contiene diversas impurezas que podrían precipitarse junto con el producto final deseado, comprometiendo su pureza y calidad. Por esta razón, la solución debe someterse a una etapa de purificación, que, en la mayoría de los casos, implica:

- A) Cambio de pH
- B) Agregado de reactivos
- C) Uso del Intercambio Iónico
- D) Extracción por Solventes
- E) Membranas permeables

Recuperación Final de Valores

La recuperación de valores de la solución purificada se puede hacer en general de dos maneras:

- a) Por precipitación o reducción química con diversos agentes reductores a condiciones normales o bajo presión,
- b) Por Reducción Electrolítica.

a. Por precipitación y reducción química.

La precipitación o cementación es una reacción conocida desde hace siglos, siendo un ejemplo clásico la cementación de cobre con hierro. Continuando con el caso del cobre, entre las diversas posibilidades, es necesario mencionar las siguientes:

- Precipitación como cloruro cuproso.
- Precipitaciones como soluciones amoniacales por descomposición y volatilización del solvente.
- Precipitación con anhídrido sulfuroso de soluciones en forma de sulfatos.
- Precipitación con Hidrógeno sulfurado

b. Por Reducción Electrolítica.

El uso de corriente eléctrica posibilita la obtención del metal con una pureza del 99.999%. En la electrorefinación, se trata de ánodos solubles de un metal desde una solución acuosa que contiene dicho metal en estado iónico. Para que un proceso de electro-refinación resulte económico, es crucial lograr un depósito catódico de alta calidad mediante una operación con una eficiencia de corriente lo más elevada posible.

2.2.3. Lixiviación de minerales de cobre.

Los minerales de cobre se encuentran naturalmente asociados entre sí y con otras especies mineralógicas en diversas menas, dispersas en una matriz rocosa junto con la correspondiente ganga. Para desarrollar un proyecto de lixiviación, es esencial contar con un conocimiento profundo de las características tanto del yacimiento como de la mena, así como comprender los factores que impactan en el proceso de lixiviación.

En relación con las características del yacimiento, se destacan los siguientes aspectos de importancia:

- Composición mineralógica: Considerando las interferencias que diversas especies, ya sea con o sin contenido de cobre, puedan tener en el proceso de lixiviación.
- Diseminación de las especies: Evaluando la frecuencia y tamaños de los granos para entender la distribución de los minerales en la roca.
- Carácter de la ganga: Dado que algunos minerales pueden encontrarse en una ganga carbonatada, consumiendo ácido y volviendo inviable el proyecto desde el punto de vista económico.
- Características físicas de la mena: Incluyendo la cantidad de finos o lamas, así como propiedades de porosidad y permeabilidad, que son cruciales en la lixiviación estática.
- Comportamiento de la roca en el chancado: Considerando su capacidad para crear o aumentar la fracturación, lo que expone una mayor superficie al ataque químico durante el proceso de lixiviación.



Fig. 2.7. Malaquita



Fig. 2.8. Azurita.



Fig. 2.9. Cuprita

Selección del reactivo.

Considerando las características del mineral, las reservas y el valor potencial del yacimiento, se eligen los agentes lixiviantes más adecuados. Esto implica realizar caracterizaciones mineralógicas simples para determinar valores iniciales, seguidas de pruebas de laboratorio de lixiviación en columnas unitarias.

Idealmente, se busca seleccionar un único agente químico, económico y recuperable, con un ciclo de lixiviación lo más breve posible para extraer la máxima cantidad de cobre con el mínimo de impurezas. Sin embargo, esto suele ser desafiante en la mayoría de los casos.

En la elección del proceso, es esencial comprender la cinética de las reacciones químicas involucradas mediante fases de investigación en laboratorio. Se realizan análisis preliminares en botellas rotatorias y en columnas o vasijas, dependiendo de si el mineral es apto para la lixiviación estática o dinámica.

Finalmente, al seleccionar el agente lixiviante, se debe considerar el proceso posterior de recuperación del cobre a partir de la solución madre. Por ejemplo, si el lixiviante es sulfato férrico, se deben tener en cuenta los efectos perjudiciales del aumento de iones férricos en la solución para futuros procesos como la cementación (alto consumo de chatarra),

electrodeposición (mala eficiencia de corriente en electrólisis) o extracción por disolventes (purificación de hierro).

En la lixiviación de minerales de cobre, los reactivos normales suelen ser ácido sulfúrico para minerales oxidados y sulfato férrico acidificado en medio oxidante, para minerales sulfurados. Se distinguen dos casos:

- a. **Lixivante natural:** Las aguas de lluvia que percolan en el yacimiento, al entrar en contacto con las superficies expuestas, generan un lixivante con niveles variables de ácido, hierro e incluso cobre. Estos contenidos fluctúan según la estación del año y las áreas de producción, siendo conocidas como las aguas de desagüe de minas. En ocasiones, se puede controlar la acidez mezclando aguas de diversas fuentes con suficiente sulfato férrico. Se regula específicamente el pH bajo, añadiendo ácido sulfúrico, para evitar la precipitación del hierro trivalente como hidróxido, lo cual podría causar complicaciones en el proceso de lixiviación. En situaciones de escasez de agua, se recircula parte de la solución estéril o se incorporan aguas más frescas de otras fuentes.
- b. **Lixivante preparado:** En el proceso, se utiliza hierro trivalente en forma de sal ácida, comúnmente sulfato férrico. La concentración de Fe^{3+} y ácido se ajusta de acuerdo con la investigación y la experiencia práctica. Por lo general, las soluciones utilizadas no son muy concentradas, con niveles de ácido fluctuando entre 4% y 10%, y el contenido de hierro alrededor del 1%. En algunos casos, se lleva a cabo la regeneración del lixivante como parte integral del propio proceso.

Las soluciones estériles pueden ser recirculadas o descartadas, ya sea con o sin previa depuración. La recirculación implica un aumento en la concentración de compuestos como hierro, sulfatos, arsénico, cloro, ácidos, entre otros. Este incremento, especialmente en sustancias perjudiciales como arsénico, cloro, ácidos, etc., puede afectar negativamente al proceso en sí mismo o en etapas posteriores. Por lo tanto, es necesario realizar depuraciones o sangrías periódicas para mantener los niveles adecuados.

Entre los agentes lixiviantes en la minería del cobre se cuentan agentes lixiviantes ácidos y básicos.

El ácido sulfúrico es el agente lixivante más comúnmente utilizado para minerales oxidados. Por lo tanto, las soluciones que se introducen en el proceso de electroobtención generalmente contienen $CuSO_4$, H_2SO_4 e impurezas, principalmente compuestas por iones de Cu^{+2} , H^+ , SO_4^{-2} y SO_3^{-2} .

La elección del agente químico de lixiviación se basará en consideraciones como su costo, disponibilidad, estabilidad química, selectividad y capacidad para generar soluciones

ricas en mineral. De esta manera, se busca que sea una opción económica y fácil de manejar en el proceso.

Agentes lixiviantes más usados.

Tipo de agente	Ejemplos
Ácidos inorgánicos	ácido sulfúrico
ácido clorhídrico	
ácido nítrico	
Bases	Hidróxido de amonio
Agentes oxidantes	oxígeno
ión férrico	
ión cúprico	
Agentes complejantes	amoníaco
sales de amonio	
cianuros	
carbonatos	
cloruros	

En términos generales, los minerales de cobre suelen necesitar una etapa previa de oxidación para facilitar la disolución posterior del metal. En el caso de carbonatos y óxidos de cobre, suele ser suficiente utilizar ácido sulfúrico como disolvente. En cambio, para los sulfuros, se requiere un agente oxidante cuya fuerza dependerá del tipo de sulfuro.

Al considerar el agente lixiviante, que a menudo representa un costo significativo en el proceso, es crucial evaluar su disponibilidad (transporte), precio en planta, consumo y la posibilidad de recuperación. Además, se deben tener en cuenta las características corrosivas, ya que pueden influir en los materiales de la planta industrial. Sin embargo, el aspecto más importante radica en que el agente lixiviante debe ser efectivo y lo más selectivo posible para disolver el cobre del mineral tratado. Dada la amplia variabilidad en las características de los minerales, incluso dentro de una misma zona, los principios químicos establecidos sirven como guía para la selección del lixiviante.

Al elegir el agente lixiviante, es esencial considerar la composición mineralógica del material, el tipo de ganga, los tamaños de grano y la diseminación, el contenido de azufre, y la presencia de carbonato, cloruros u otros constituyentes. La investigación y la experiencia operativa son fundamentales para seleccionar el lixiviante adecuado y recopilar los datos necesarios para prever el comportamiento del proceso de lixiviación.

Aplicación de la solución lixiviante.

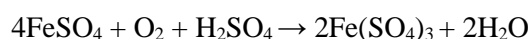
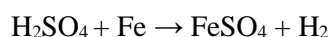
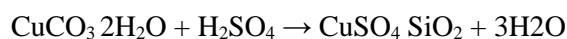
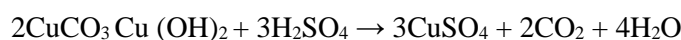
La fase de lixiviación comienza con la aplicación de la solución a través de riego por aspersión o goteo. Diferentes sistemas de irrigación, con variaciones en la aplicación de la solución, velocidades y efectos en operaciones de lixiviación en vertederos, pueden ser adaptados al sistema de lixiviación en pilas, donde se logra un mayor control operativo para obtener resultados más eficientes.

Para alcanzar un resultado exitoso, es crucial asegurar una distribución adecuada de la solución lixivante sobre la mayor área posible mediante un sistema de aspersión, ajustando la velocidad de aplicación según la adaptación (permeabilidad) de la pila.

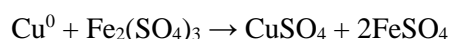
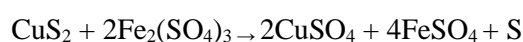
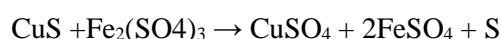
Si la solución lixivante se aplica de manera que aumenta la cantidad de líquido alrededor de las partículas, se trata de un sistema de riego no inundado o trickle-leaching. En este enfoque, al excederse los límites de líquido correspondientes al estado capilar, se produce una suspensión sólido/líquido. En este punto, no hay suficientes fuerzas para mantener las partículas en su lugar, lo que provoca el desplazamiento de los finos, ocupando los espacios entre las partículas más grandes. Si hay presencia de arcillas, ambos factores pueden actuar como agentes sellantes, conduciendo a la formación de un lecho inundado. Esta situación debe evitarse, ya que para una operación eficaz es esencial mantener una permeabilidad adecuada.

2.2.4. Química de la lixiviación.

La chalcantita y brochantita se disuelven en agua; la azurita, malaquita y crisocola se disuelven en ácido sulfúrico:



El sulfato férrico es lixivante de la covelina, calcosina y Cu^0 :



En la industria se requiere de 1.5 a 3 veces más del consumo estequiométrico requerido, este consumo se distribuye en:

- a) Ácido para neutralizar la pulpa.
- b) Ácido libre: 1-2 kg de ácido/TMM.
- c) Ácido para lixiviar el mineral de cobre oxidado.

Variables importantes

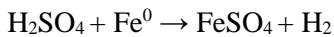
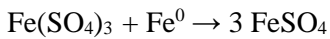
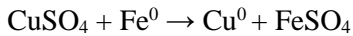
1. Granulometría.
2. Concentración de ácido.
3. Tiempo de contacto.
4. Velocidad de difusión: agitación y T°.

Reacciones secundarias

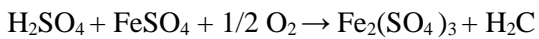
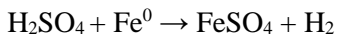
1 unidad de Cu metálico requiere 0.878 unidades de Fe metálico en la práctica.

El consumo de hierro es: 1.3 a 2.5 por 1 cobre, la reacción es rápida: 10 - 30 minutos.

El Fe es consumido por:



El ácido sulfúrico es consumido por:



La presencia de ácido durante la precipitación es necesaria para mantener las sales de hierro en solución.

pH = 3.0 equivale a 0.25 g/L ácido libre

Es necesario mantener un exceso de hierro metálico para evitar la redisolución de cobre.

2.2.5. Hierro.

Generalidades.

El hierro, con número atómico 26 y símbolo Fe, pertenece al grupo 8 en la tabla periódica. Este metal de transición ocupa el cuarto lugar en abundancia en la corteza terrestre, representando aproximadamente el 5%, siendo superado solo por el aluminio entre los metales. Además, desempeña un papel crucial en el Universo, ya que el núcleo de la Tierra, compuesto principalmente de hierro y níquel, genera un campo magnético al moverse. A lo largo de la historia, el hierro ha sido de gran importancia, tanto es así que un período histórico se conoce como la "Edad de Hierro".

Características

Es un metal de tonalidad gris plateada, maleable, tenaz y con propiedades magnéticas, mostrando ferromagnetismo a temperatura ambiente. Se encuentra en la naturaleza formando parte de diversos minerales, mayormente en forma de óxidos, y rara vez se halla en estado libre. La obtención del hierro elemental implica la reducción de los óxidos con carbono, seguido de un proceso de refinamiento para eliminar impurezas.

Principalmente, se utiliza en la fabricación de aceros, que son aleaciones de hierro con otros elementos, ya sean metálicos o no, otorgando diversas propiedades al material. Se

considera que una aleación de hierro es acero si contiene menos del 2% de carbono; si el porcentaje es mayor, se denomina fundición.

Destaca como el elemento más pesado producido mediante fusión exotérmica y, simultáneamente, el más ligero producido a través de fisión. Esto se debe a que su núcleo posee la energía de enlace por nucleón más alta, siendo el hierro-56 el núcleo más estable.



Fig. 2.10. Mineral de hierro (hematita)

Estados alotrópicos

El hierro exhibe distintas estructuras dependiendo de la temperatura:

- Hierro α : Se encuentra a temperatura ambiente hasta los 788°C. Su sistema cristalino es una red cúbica centrada en el cuerpo y muestra propiedades ferromagnéticas.
- Hierro β : En el rango de 788°C a 910°C, comparte el mismo sistema cristalino que la α , pero su temperatura de Curie es de 770°C, convirtiéndose en paramagnético.
- Hierro γ : En el intervalo de 910°C a 1400°C, presenta una red cúbica centrada en las caras.
- Hierro δ : Se encuentra entre 1400°C y 1539°C, volviendo a exhibir una red cúbica centrada en el cuerpo.

Aplicaciones

El hierro es el metal más ampliamente utilizado, representando el 95% en peso de la producción global de metales. Su esencialidad se debe a su asequibilidad y resistencia, especialmente en la fabricación de automóviles, barcos y componentes estructurales de edificaciones. El acero, una aleación de hierro y carbono con otros elementos, destaca como la aleación de hierro más reconocida y es su aplicación más común. Estas aleaciones exhiben una amplia gama de propiedades mecánicas según su composición o el tratamiento al que se someten. Se distinguen diferentes tipos de acero en función del contenido de carbono:

- Acero bajo en carbono (menos del 0,25% de C en peso): Suavidad y ductilidad, empleados en vehículos, tuberías y elementos estructurales. También existen aceros de alta resistencia y baja aleación, con hasta un 10% de elementos aleados, que ofrecen mayor resistencia mecánica y facilidad para su trabajo.
- Acero medio en carbono (entre un 0,25% y un 0,6% de C en peso): Tratados térmicamente para mejorar propiedades, son más resistentes pero menos dúctiles. Utilizados en piezas de ingeniería con alta resistencia mecánica y al desgaste.
- Acero alto en carbono (entre un 0,60% y un 1,4% de C en peso): Aún más resistentes pero menos dúctiles. La adición de elementos forma carburos, como el carburo de wolframio con wolframio, WC, utilizado principalmente en herramientas.

El hierro, sin embargo, tiende a oxidarse fácilmente, y se abordan este problema mediante la incorporación de elementos aleantes, principalmente cromo, en aceros inoxidable. Cuando el contenido de carbono supera el 2,1%, la aleación se denomina fundición, con tipos como fundiciones gris, esferoidal, blanca y maleable, utilizadas en diversas aplicaciones como motores, válvulas y engranajes.

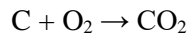
Adicionalmente, los óxidos de hierro tienen múltiples aplicaciones, incluyendo su uso en pinturas, obtención de hierro y aplicaciones magnéticas con la magnetita (Fe_3O_4) y el óxido de hierro III.

Abundancia y obtención.

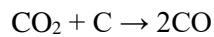
El hierro es el metal de transición más prevalente en la corteza terrestre y ocupa el cuarto lugar en abundancia entre todos los elementos. Su presencia se extiende por todo el Universo, y se ha identificado en meteoritos. Se encuentra en diversos minerales, como

la hematita (Fe_2O_3), la magnetita (Fe_3O_4), la limonita ($\text{FeO}(\text{OH})$), la siderita (FeCO_3), la pirita (FeS_2), la ilmenita (FeTiO_3), entre otros.

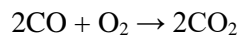
La obtención de hierro a partir de sus óxidos se realiza mediante un proceso de reducción en un horno conocido como alto horno. En este horno, se añaden minerales de hierro junto con coque y carbonato de calcio (CaCO_3), que actúa como escorificante. Durante el proceso, los gases experimentan diversas reacciones, donde el coque puede reaccionar con el oxígeno para formar dióxido de carbono:



A su vez el dióxido de carbono puede reducirse para dar monóxido de carbono:

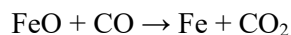
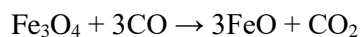


Aunque también se puede dar el proceso contrario al oxidarse el monóxido con oxígeno para volver a dar dióxido de carbono:

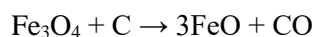


El proceso de oxidación de coque con oxígeno libera energía y se utiliza para calentar (llegándose hasta unos 1900°C en la parte inferior del horno).

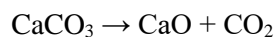
En primer lugar, los óxidos de hierro pueden reducirse, parcial o totalmente, con el monóxido de carbono, CO; por ejemplo:



Después, conforme se baja en el horno y la temperatura aumenta, reaccionan con el coque (carbono en su mayor parte), reduciéndose los óxidos. Por ejemplo:

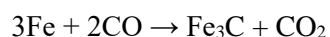


El carbonato de calcio (caliza) se descompone:



Y el dióxido de carbono es reducido con el coque a monóxido de carbono como se ha visto antes.

Más abajo se producen procesos de carburación:



La fase final del proceso implica la combustión y desulfuración (eliminación del azufre) mediante la introducción de aire. Posteriormente, se lleva a cabo la separación en dos fracciones: la escoria y el arrabio (hierro fundido), que constituye la materia prima utilizada en la industria.

El arrabio tiende a contener varias impurezas no deseadas, por lo que es esencial someterlo a un proceso de refinamiento en hornos conocidos como convertidores.

En el año 2000, los cinco principales productores de hierro fueron China, Brasil, Australia, Rusia e India, contribuyendo con el 70% de la producción mundial.

Los estados de oxidación más frecuentes para el hierro son +2 y +3. Entre los óxidos de hierro más conocidos se encuentran el óxido de hierro (II), FeO, el óxido de hierro (III), Fe₂O₃, y el óxido mixto Fe₃O₄. El hierro también forma numerosas sales y complejos en estos estados de oxidación. Un ejemplo es el hexacianoferrato (II) de hierro (III), utilizado en pinturas y conocido como azul de Prusia o azul de Turnbull, aunque anteriormente se creía que eran sustancias distintas.

Compuestos.

Aunque se conocen compuestos de hierro en los estados de oxidación +4, +5 y +6, estos son poco comunes, y en el caso del +5, su caracterización no está bien establecida. Un ejemplo de un compuesto con hierro en estado de oxidación +6 es el ferrato de potasio, K₂FeO₄, utilizado como oxidante. El estado de oxidación +4 se encuentra en unos pocos compuestos y también está presente en ciertos procesos enzimáticos, como en la peroxidasa.

El Fe₃C se conoce como cementita, que contiene un 6,67 % de carbono. Al hierro α se le denomina ferrita, y la mezcla de ferrita y cementita recibe el nombre de perlita o ledeburita, dependiendo del contenido de carbono. La austenita es el hierro γ.

2.2.6. Lixiviación de sulfuros.

Los minerales sulfurados de cobre, que contienen azufre en forma de sulfuro, son sometidos a procesos pirometalúrgicos para su tratamiento. Aunque estos procesos presentan ventajas como una rápida velocidad de reacción, la capacidad de ajustar el equilibrio mediante variaciones de temperatura y la idoneidad para minerales de concentraciones elevadas, también conllevan desventajas importantes. Entre ellas se encuentran los elevados costos asociados con el consumo de combustibles, la emisión de gases tóxicos como el dióxido de azufre (SO₂), que impacta negativamente en el medio ambiente, y la necesidad de emplear mano de obra altamente calificada, lo cual resulta costoso.

Frente a estas limitaciones, los procesos hidrometalúrgicos, especialmente la lixiviación, se presentan como alternativas más sostenibles y eficientes para el tratamiento de minerales sulfurados de cobre. Estos procesos ofrecen ciertas características beneficiosas, como su idoneidad para minerales de baja ley que no pueden ser tratados eficientemente mediante procesos pirometalúrgicos debido a los altos costos asociados. Además, permiten un control más preciso en las operaciones unitarias durante el tratamiento de

minerales sulfurados y pueden reducir algunas etapas del proceso, mejorando así la eficiencia en la obtención de cobre.

Comportamiento de minerales sulfurados

En la naturaleza, los minerales sulfurados se encuentran en diferentes tipos como:

- Minerales sulfurados secundarios
 - Calcosita Cu_2S
 - Bornita Cu_5FeS_4
- Minerales sulfurados primarios
 - Calcopirita CuFeS_2
 - La pirita FeS_2

Los minerales sulfurados primarios de cobre, debido a su naturaleza, son refractarios a la acción de los reactivos químicos. Entre ellos, la calcopirita destaca por su estabilidad frente al ataque químico. Para superar esta resistencia, se emplean agentes oxidantes fuertes o combinaciones de los mismos con el objetivo de romper los enlaces entre el metal y el sulfuro.

2.2.7. Bornita.

La bornita es un sulfuro secundario de cobre y hierro, físicamente es un sólido que presente un color púrpura con iridiscencias azules, rojas y verdes, debido a ella se le llama también pecho de paloma.



Fig. 2.11. Bornita.

El mineral que se denomina “bornita” tiene una dureza de 3 en la escala de Mohs, con una densidad de 4,9 a 5,3, esta variación de la densidad se debe a la presencia de impurezas incluidas en el mineral, entre estas impurezas están los metales plata, bismuto y plomo. Se forma en el sistema cúbico y posee exfoliación imperfecta (111), con una fractura concoidea parecida a la del cuarzo, cuando se raya una superficie dura y blanca, la bornita deja una marca gris oscura. Describir el color de la bornita es difícil ya que este es cambiante, en el yacimiento sepultado bajo tierra tiene un color bronce, con un color parecido al bronce o al cobre rojo. Presenta una transparencia opaca y su brillo es de semi metálico a metálico.

De la morfología de la bornita, se puede afirmar que raramente se presenta como cristales, si como agregados masivos, granulares o reiformes. Los cristales de bornita pueden ser hexaedros, dodecaedros, raramente octaedros, los mismos que suelen ser imperfectos.

Dentro de las propiedades químicas de la bornita está su solubilidad en ácido nítrico y ácido clorhídrico, cuando se lleva a altas temperaturas se funde generando una perla magnética. Su composición química porcentual indica que posee un alto contenido de cobre (63,33 %), mientras que el hierro está en menor proporción, que alcanza solo el 11,12%, por otro lado, el porcentaje de azufre es de 25,55%.

La bornita se encuentra asociada a la covelina, calcopirita, calcosina, cuprita, magnetita, piritita, entre otros minerales sulfurados.

2.3. Marco conceptual.

Minerales oxidados

Son aquellos minerales compuestos por especies mineralógicas que contienen oxígeno en su constitución (fórmula) tales como los carbonatos, sulfatos, hidróxidos, nitratos y óxidos.

Sulfuros secundarios.

Son sulfuros que se forman como resultado de la descomposición de otros sulfuros llamados primarios, en niveles superiores de la corteza terrestre como resultado de su contacto con el oxígeno, el agua o por la acción de microorganismos.

Óxidos lixiviables

Óxidos que son capaces de reaccionar con el ácido sulfúrico para extraer el mineral los compuestos metálicos.

Lixiviación.

Proceso de extracción sólido líquido en el cual mediante un reactivo se extrae un componente del material sólido, que resulta soluble o que reacciona con el reactivo de lixiviación.

2.4. Estrategia metodológica.

Tipo, Nivel y Diseño de la Investigación.

Según el tipo esta investigación es aplicada, ya que busca que solucionar un problema técnico de la lixiviación que consiste en procesar un mineral que no es precisamente un óxido de cobre sino un sulfuro secundario el cual será lixiviado en presencia de un compuesto de hierro y se deberá establecer la influencia del ácido sulfúrico en este proceso. Por su nivel es una investigación explicativa, ya que busca que relacionar la variable concentración del ácido sulfúrico con la variable lixiviación de la bornita en presencia de hierro. Por su diseño la presente investigación es experimental ya que se manipulará la variable independiente.

Población y muestra.

Población.

La población del estudio estuvo conformada por el mineral sulfurado de cobre con un alto contenido de bornita.

Muestra:

La muestra estuvo conformada por 20 kg de mineral conteniendo bornita principalmente y en pequeñas cantidades sulfuros de cobre.

Técnicas de recolección de información.

Las técnicas empleadas fueron: las marchas analíticas para establecer las cantidades óptimas de compuesto de hierro (III) en la calcopirita lixiviada.

Instrumentos de recolección de información.

Los instrumentos fueron, los análisis de laboratorio y las corridas experimentales para verificar los valores de los parámetros del proceso.

Técnicas de análisis e interpretación de datos.

Se hizo el análisis estadístico de datos, con las respectivas tabulaciones e interpretación y discusión de resultados.

2.5.1. Procedimiento experimental.

Toma de muestras.

En los almacenes de minerales (canchas de minerales) de las plantas dedicadas a la flotación de minerales sulfurados de cobre, se recolectó las muestras, en las cuales se tuvo el cuidado suficiente para no incluir en ellas óxidos de cobre y de hierro, así como otros sulfuros de estos metales en cantidades excesivas. Las muestras tuvieron un contenido de bornita superior al 90 %.

Se recolectó un total de 20 Kg de muestra, empleando para ello el método de muestreo denominado Grab Sampling para ello se emplea una pala, de acuerdo con un esquema fijo o aleatorio, desde la superficie del mineral apilado a granel en las canchas de

recepción, luego se mezclan las muestras tomadas para conformar una sola. Este método es muy usado en las diferentes plantas hidrometalúrgicas.

Preparación de las muestras para el análisis.

El mineral recolectado se llevó al laboratorio donde se sometió primeramente a un chancado donde se obtuvo un material de tamaño de partícula no mayor a $\frac{1}{2}$ ", posteriormente se llevó a cabo la molienda en un molino de bolas de laboratorio donde se obtuvo un diámetro correspondiente a la Malla # 230, con la cual se llevó a cabo la lixiviación dinámica. La cantidad de agua empleada para preparar la pulpa se agregó de tal forma que se obtenga una densidad entre 1,250 a 1,300 g/mL lo que asegura tener un 31% de sólidos y que permite realizar la molienda en los tiempos establecidos.

Obtención de la muestra representativa.

Se tomó un kilogramo de muestra para seleccionar la muestra representativa por cuarteo el procedimiento utilizado fue el habitual llamado de cono y cuarteo el cual se realiza de la siguiente manera: La cantidad de mineral seleccionado se mezcla bien en una manta plástica rolándola repetidamente moviendo los extremos de la manta alternativamente para que la mezcla sea homogénea, luego se apila formando un cono, que seguidamente se achata para darle forma de una torta y se luego se divide con una espátula trazando dos líneas en forma de cruz la cual divide la torta en cuatro partes iguales. Se retiran 2 cuartos opuestos y los otros 2 restantes, que forman la nueva muestra, se vuelven a mezclar y el proceso se repite varias veces hasta obtener el tamaño apropiado de muestra de un peso aproximado de 100 g, el cual tendrá la misma composición química que la muestra madre (la muestra tomada en la cancha de minerales). Esta muestra sirvió para los análisis respectivos.

Análisis del mineral.

El mineral de bornita previamente a los ensayos de lixiviación fue caracterizado mediante el análisis clásico, volumétrico y gravimétrico, de acuerdo con los métodos que a continuación en resumen se describen:

a) Determinación de FeO.

7 g de muestra reacciona con 200 mL de ácido sulfúrico 1N en un matraz aforado de 250 mL, se enrasa y homogeniza, de esta solución se toma 25 mL se agrega 25 mL de ácido sulfúrico 1N y se titula con permanganato de potasio 0,1N hasta rosa permanente. Se calcula el óxido de hierro según la fórmula:

$$1 \text{ mL de KMnO}_4 \text{ 0,1N} = 0,05884 \text{ g de FeO}$$

b) Determinación del cobre.

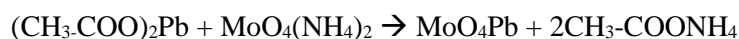
El cobre se precipita en forma de tiocianato de cobre, se filtra y descompone con sulfito de sodio caliente al 8% y se lava el filtro con agua caliente, la solución se acidifica con H_2SO_4 (1:1) y se titula con solución valorada de permanganato de

potasio hasta color rosa permanente. El porcentaje de cobre se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{Cu} = \frac{\text{Gasto} \times \text{factor de la solución} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

c. Plomo - método del molibdato de amonio.

El plomo es precipitado mediante una solución de molibdato de amonio. La conclusión de la reacción se identifica al probar una gota del líquido con una gota de solución de ácido tánico (indicador externo), que muestra un color amarillo tan pronto como hay un exceso de molibdato de amonio. La reacción es:



Calcular el % de Pb.

$$\% \text{Pb} = \frac{\text{Gasto} \times \text{factor de la solución} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

d. Plata- método de escorificación y copelación.

30 gramos de muestra se funde con un flux en crisol de arcilla a 1100°C por una hora, después se saca de la mufla se vierte en la lingotera, se deja enfriar y se separa la parte metálica que se coloca en la copela y se lleva a la mufla a 900°C, por 30 minutos, sacar las copelas de la mufla, dejarlas enfriar y pesar los botones de plata. Reportar en onzas por toneladas (ó en la forma que indique).

Cuando se pesa el mineral en Assay Ton, el peso de los botones de plata en miligramos, da directamente el resultado en onzas por toneladas.

$$1.0 \text{ Assay Ton da onz/Ton}$$

e. Oro – método de la mufla eléctrica.

El ensayo se lleva a cabo de la misma manera que para la plata, después de la copelación se realiza la encartación atacando el botón de oro y plata con ácido nítrico 1:1, luego se pesa el oro y se calcula de la misma manera que la plata.

f. Azufre en minerales.

0.5 gramos de la muestra se tratan con 0.01 gramos de clorato de potasio, 25 mL de agua bromada y 15 mL de ácido nítrico, calentando hasta la sequedad. Luego, se añaden 5 mL de HCl y se ataca lentamente hasta la sequedad. Retirar del calentamiento. Posteriormente, se incorporan 70 mL de una solución de carbonato de sodio al 10% y se hierve durante 15 minutos. Después, se filtra y se neutraliza la solución con ácido clorhídrico utilizando Methyl Orange como indicador, añadiendo 5 mL en exceso. La mezcla se hierve con cloruro de bario

al 10% durante 5-10 minutos. Se deja reposar, se filtra, se calcina a 800°C, se enfría y se pesa.

$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4) \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

g. Sílice.

1,0 gramos de muestra mezclar con 8-10 gramos de fundente Na₂O₂ - NaOH y cubrir con una pequeña capa del fundente. Fundir a 700 °C por 5 minutos disolver la masa fundida en ácido clorhídrico y filtrar, el residuo sólido se funde a 1500°C por 2 horas y se calcula el porcentaje de sílice:

$$\% \text{ SiO}_2 = \frac{\text{Peso residuo calcinado} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Colocar el filtrado que se reservó en un frasco volumétrico de 200 mL y diluir a la marca con agua destilada, agitar bien y tomar 100 mL para Fe, Ca y Mg los otros 100 mL para la determinación del aluminio.

h. Hierro.

A la solución filtrada se le trata con 3 gramos de cloruro de amonio y 30 mL de hidróxido de amonio y hervir durante 8 minutos.

Se filtra y el filtrado se trata con HCl diluido, luego se calienta hasta ebullición con cloruro estanoso

Diluir a 200 mL con agua fría y enfriar después agregar 15 mL de solución fosfo-sulfúrica, 10 mL de solución de cloruro mercúrico y 3 gotas de digenilamina como indicador. Titular con solución valorada de bicromato de potasio. Hacer los cálculos para Fe₂O₃.

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Fe} \times 1.4298$$

i. Oxido de calcio.

El filtrado que contiene hierro se calienta con 25 mL de oxalato de amonio al 5%. Se permite que el filtrado se asiente, luego se filtra y se trata con ácido sulfúrico caliente. La solución caliente se titula con una solución valorada de KMnO₄ (donde 1 mL equivale a 0.005 g de CaO). Se descuenta el valor obtenido en la prueba en blanco.

Calcular el % de CaO o hacer los cálculos correspondientes si se desea reportar como Ca.

$$\% \text{CaO} = \frac{\text{mL de KMnO}_4 \text{ gastados} \times 0.005 \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

$$\% \text{Ca} = \frac{\text{mL de KMnO}_4 \text{ gastados} \times f \text{ de Ca} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

j. Aluminio.

La solución de A se calienta con la introducción de H₂S durante 20 minutos. El precipitado resultante se filtra y lava con agua caliente. Se lleva a ebullición, se le añade HNO₃ y se evapora hasta alcanzar un volumen de 60 mL. Luego, se diluye con hidróxido de amonio y se agrega HCl, tiosulfato de sodio (al 10%), 20 mL de ácido acético (1:1), y se diluye con agua hasta alcanzar 400 mL. La mezcla se hierve durante 30 minutos. El residuo sólido se somete a calcinación durante 1 hora, se pesa y se realizan los cálculos, informándolo como Al₂O₄ (AlPO₄ x 0,4178 = Al₂O₃) si se presenta como Al, será (AlPO₄ x 0,22195 = Al).

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Peso AlPO}_4 \times 0,4178 \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Desarrollo experimental de la lixiviación.

Generalidades.

Las pruebas experimentales de lixiviación se hicieron empleando el método de lixiviación dinámica o agitada, para lo cual se empleó un tanque agitado que consistió en un vaso de

precipitados de 2 litros de capacidad al cual se le adaptó una tapa perforada para colocar el eje del agitador de eje flexible.

Determinación de los parámetros óptimos para la lixiviación.

a. Concentración del ácido sulfúrico.

Para determinar el porcentaje de ácido sulfúrico que es necesario utilizar para recuperar el cobre presente en la muestra tratada, previamente se consideró la cantidad (%) de compuesto de hierro que se requiere para catalizar la reacción de oxidación de la bornita, teniendo en cuenta que el hierro es también un acidificante. Los porcentajes de ácido que se emplearon fueron superiores al 8% y se determinó mediante pruebas experimentales y no estequiométricamente (mediante cálculo) ya que en mineral tratado hay diversas especies mineralógicas que entra en reacción con el ácido formando los respectivos sulfatos, de esta manera se consume el ácido con metales activos quedando en la muestra o carga una cierta cantidad de cobre.

El cálculo del volumen de ácido que se requiere para preparar la solución lixivante se empleó la siguiente ecuación:

$$V_{ac.} = (C_1 \times V \times \rho_1) / (\rho_2 \times C_2) = \text{mL}$$

Donde:

$V_{ac.}$ - Volumen de ácido necesario para preparar la solución, en mL

C_1 - Concentración (porcentaje) que se pide, en %

V - Volumen de la solución a preparar, mL

ρ_1 - Densidad de la solución al porcentaje que se pide, g/mL (se obtiene de las tablas)

ρ_2 - Densidad del ácido concentrado, g/mL

C_2 - Concentración del ácido concentrado, en %

b. Granulometría.

Para llevar a cabo la lixiviación dinámica, es necesario contar con un mineral reducido a una malla #230, lo cual facilitará un proceso eficiente y rápido. La selección de los sólidos de tamaño pequeño se realiza mediante tamizado. El análisis granulométrico experimental se ejecuta colocando una muestra de mineral molido sobre el tamiz de mayor apertura de malla en una serie de tamices. Los tamices restantes de la serie se disponen debajo en orden decreciente de tamaño de mallas. Después de colocar la columna de tamices con la muestra en el tamiz superior en un sacudidor universal, se agita durante 20 minutos. Posteriormente, se recoge y pesa el material retenido en cada tamiz de la serie.

Para este ensayo, se seleccionaron mallas con números en la escala Tyler que van desde 6 hasta 200, con sus respectivos datos:

Tabla 2.1

Datos de los tamices empleado, según la escala tyler

Número de malla, serie Tyler	Apertura de malla en micrones	Tamaño medio de la partícula, micrones
6	3,327	3,657
8	2,362	2,845
10	1,651	2,006
14	1,168	1,410
20	833	1,000
28	589	711
35	417	503
48	295	356
65	208	252
100	147	178
150	104	126
200	74	89

c. Velocidad de agitación.

Una vez colocada la solución ácida de ácido sulfúrico que se va a emplear para realizar la lixiviación se pone en funcionamiento el agitador de eje flexible y se inicia la agitación a unos 400 rpm, en este momento se inicia el agregado del mineral pulverizado que se echa al tanque agitado poco a poco de tal forma que conforme cae a la solución se va dispersando en ella. Conforme aumenta la cantidad de mineral en el tanque agitado se va incrementando la velocidad de agitación, de esta manera las dos fases se moverán como si fueran una.

d. Tiempo de lixiviación.

Este es un parámetro muy importante ya que la recuperación del cobre durante la lixiviación dinámica está en función al tiempo en el cual se logre una mayor recuperación. Para estos ensayos se consideraron tiempos desde los 30 minutos, hasta los 120 minutos.

CAPÍTULO III RESULTADOS

3.1. Resultados obtenidos.

3.1.1. Del análisis de la muestra.

Tabla 3.1

Composición mineralógica de la muestra

Especie mineralógica	Observación
Calcopirita	-
Pirita	-
Covelina	+
Calcosina	+
Bornita	+++
Galena	-
Esfarelita	-

Fuente. Datos experimentales.

La tabla 3.1 muestra los resultados del análisis mineralógico cualitativo de la muestra, en ella se observa que esta contiene principalmente bornita y otros minerales a los cuales siempre está asociada: la covelina y la calcosina en pequeñas cantidades.

Tabla 3.2

Distribución volumétrica porcentual de cada mineral

Especie mineralógica	Porcentaje
Bornita	93,64
Covelina	1,47
Calcosina	1,12

Fuente. Datos experimentales.

En la tabla 3.2 se muestra los resultados de la distribución volumétrica porcentual del mineral empleado en los ensayos, como se puede observar el mayor porcentaje es de la bornita (93,64%), seguido de la covelina (1,47%) y la calcosina (1,12%)

Tabla 3.3

Composición química del mineral empleado

Componente	Concentración, %
Cobre (Cu)	65,86
Hierro (fe)	12,16
Azufre (S)	25,39
Plomo (Pb)	-
Zinc (Zn)	-

Fuente. Datos experimentales.

En la tabla 3.3 se muestra los resultados de la composición química del mineral empleado en los ensayos, como se observa hay un 65,86% de cobre, 12,16% de hierro y azufre un 25,39%.

3.1.2. De la calcopirita usada en los ensayos.

Tabla 3.4

Composición porcentual de la bornita empleada

Características	Unidades	Cantidades
Fórmula	Cu_5FeS_4	
Peso molecular	g/mol	501,8350
Composición:		
Cobre (Cu)	%	63,33
Hierro (Fe)	%	11,12
Azufre (S)	%	25,55

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 3.4 muestra los resultados del análisis de la bornita empleada en los ensayos, ella contiene 63,33% de cobre, 11,12% de hierro y 25,55% de azufre.

Tabla 3.5

Composición química cuantitativa de la bornita

Características	Porcentaje	Cantidad, g
Fórmula	Cu_5FeS_4	
Peso molecular	100,00	501,84
Composición:		
Cobre (Cu)	63,33	317,81
Hierro (Fe)	11,12	55,80
Azufre (S)	25,55	128,22

Fuente: Datos experimentales.

La tabla 3.5 muestra los resultados del análisis cuantitativo de la calcopirita estudiada, la cual contiene 63,33% de cobre lo que equivale a 317,81 g de este elemento, 11,12% de hierro lo que corresponde a 55,80 g del elemento y 25,55% de azufre que corresponde a 128,22 g de ese elemento.

3.1.3. Ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico.

Tabla 3.6

Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante con H₂SO₄ al 10%

H ₂ SO ₄ , %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
10	1	7,4
10	3	12,1
10	6	19,7
10	9	25,4
10	12	32,1
10	15	39,2
10	30	55,6

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.6 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 55,6 mg

Tabla 3.7

Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante Con H₂SO₄ al 15%

H ₂ SO ₄ , %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	1	9,2
15	3	15,6
15	6	21,3
15	9	27,7
15	12	36,4
15	15	41,8
15	30	78,3

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.7 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 78,3 mg.

Tabla 3.8

Determinación del tiempo de lixiviación sin oxidante Con H₂SO₄ al 20%

H ₂ SO ₄ , %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	1	12,3
20	3	19,8
20	6	26,4
20	9	34,9
20	12	39,7
20	15	47,1
20	30	89,5

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.8 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 89,5 mg.

Tabla 3.9

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 10% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 2%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
10	2	1	23,1
10	2	3	34,7
10	2	6	47,3
10	2	9	53,6
10	2	12	59,3
10	2	15	70,5
10	2	30	97,3

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.9 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% y en presencia de un 2% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 97,3 mg

Tabla 3.10

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 10% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 4%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, Mg
10	4	1	35,2
10	4	3	43,9
10	4	6	51,4
10	4	9	58,3
10	4	12	67,2
10	4	15	78,5
10	4	30	104,8

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.10 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% y en presencia de un 4% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 104,8 mg

Tabla 3.11

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 10% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 6%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, Mg
10	6	1	46,4
10	6	3	58,3
10	6	6	71,5
10	6	9	83,9
10	6	12	97,3
10	6	15	108,6
10	6	30	135,2

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.11 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% y en presencia de un 6% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 135,2 mg

Tabla 3.12

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 10% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 8%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, Mg
10	8	1	53,4
10	8	3	65,8
10	8	6	74,1
10	8	9	87,4
10	8	12	105,6
10	8	15	116,5
10	8	30	141,3

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.12 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% y en presencia de un 8% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 141,3 mg

Tabla 3.13

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 10% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 10%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, Mg
10	10	1	58,5
10	10	3	68,4
10	10	6	79,1
10	10	9	92,8
10	10	12	109,5
10	10	15	120,3
10	10	30	154,7

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.13 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 10% y en presencia de un 10% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 154,7 mg

Tabla 3.14

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 15% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 2%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	2	1	36,9
15	2	3	48,2
15	2	6	60,7
15	2	9	73,1
15	2	12	89,3
15	2	15	95,8
15	2	30	121,4

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.14 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% y en presencia de un 2% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 121,4 mg

Tabla 3.15

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 15% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 4%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	4	1	45,8
15	4	3	57,3
15	4	6	66,1
15	4	9	81,5
15	4	12	95,7
15	4	15	111,6
15	4	30	143,2

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.15 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% y en presencia de un 4% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 143,2 mg

Tabla 3.16

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 15% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 6%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	6	1	52,2
15	6	3	63,4
15	6	6	77,7
15	6	9	89,4
15	6	12	101,8
15	6	15	115,3
15	6	30	156,7

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.16 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% y en presencia de un 6% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 156,7 mg

Tabla 3.17

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 15% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 8%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	8	1	64,2
15	8	3	78,7
15	8	6	92,4
15	8	9	109,2
15	8	12	116,1
15	8	15	128,3
15	8	30	167,5

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.17 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% y en presencia de un 8% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 167,5 mg

Tabla 3.18

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 15% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 10%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
15	10	1	81,8
15	10	3	97,4
15	10	6	110,6
15	10	9	125,1
15	10	12	142,5
15	10	15	165,3
15	10	30	216,7

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.18 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 15% y en presencia de un 10% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 216,7 mg

Tabla 3.19

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 20% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 2%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	2	1	52,8
20	2	3	63,5
20	2	6	87,7
20	2	9	99,4
20	2	12	125,2
20	2	15	138,5
20	2	30	186,6

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.19 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% y en presencia de un 2% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 186,6 mg

Tabla 3.20

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 20% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 4%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	4	1	64,3
20	4	3	79,5
20	4	6	98,7
20	4	9	119,2
20	4	12	137,9
20	4	15	166,2
20	4	30	203,8

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.20 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% y en presencia de un 4% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 203,8 mg

Tabla 3.21

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 20% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 6%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	6	1	78,6
20	6	3	97,2
20	6	6	112,5
20	6	9	129,3
20	6	12	147,6
20	6	15	166,2
20	6	30	220,5

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.21 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% y en presencia de un 6% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 220,5 mg

Tabla 3.22

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 20% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 8%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	8	1	102,1
20	8	3	124,4
20	8	6	141,7
20	8	9	167,1
20	8	12	183,4
20	8	15	211,5
20	8	30	249,3

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.22 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% y en presencia de un 8% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 249,3 mg

Tabla 3.23

Tiempo de lixiviación con H₂SO₄ 20% y oxidante Fe₂(SO₄)₃ al 10%

H ₂ SO ₄ , %	Fe ₂ (SO ₄) ₃ %	Tiempo de lixiviación, Días	Cobre recuperado, mg
20	10	1	130,3
20	10	3	155,6
20	10	6	176,4
20	10	9	205,4
20	10	12	248,2
20	10	15	275,6
20	10	30	321,2

Fuente: Datos de laboratorio.

Concentración de cobre en la muestra: 658,6 mg

Muestra tratada: 1000 g

Temperatura de ensayo: 25°C

Velocidad de agitación: 1 000 rpm

La tabla 3.18 muestra los resultados de los ensayos de lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico al 20% y en presencia de un 10% de sulfato de hierro como oxidante en diferente tiempo considerados en días, como se observa los resultados indican que la cantidad de cobre recuperado en 30 días es de 321,2 mg

IV. DISCUSIÓN

La presente investigación se ha realizado con el fin de estudiar las posibilidades de lixiviación de la bornita que es un sulfuro secundario de cobre y hierro, el cual se encuentra en yacimientos menos profundos y en un estado de transición hacia la oxidación. Las pruebas realizadas con este fin se programaron de manera que en primer lugar se llevaron a cabo la lixiviación de la bornita con el ácido sulfúrico sin la presencia de un oxidante, como resultado de estos estudios se ha podido comprobar que la lixiviación de la bornita con el ácido sulfúrico es muy lenta, y por tanto la recuperación del cobre requiere de un tiempo prolongado por lo que la lixiviación dinámica que se planteó en un primer momento se tuvo que modificar cambiando la agitación continua por una agitación periódica cada hora por 20 minutos de tal forma que se consiga una mezcla homogénea de la pulpa con la solución de ácido sulfúrico. Los ensayos se llevaron a cabo con una muestra de 1000 gramos y una proporción de solución ácida de 3 litros, esto ha permitido tener una densidad de la pulpa entre 1,30 y 1,35 g/mL. El resultado de estas experiencias ha permitido concluir que la lixiviación de la bornita sin la utilización de un oxidante es extremadamente lenta aun con la lixiviación dinámica, la cual pone el mineral en contacto con porciones nuevas de solvente para agilizar las reacciones y la extracción del compuesto requerido. Se ha establecido en este caso que se requiere de una alta concentración del ácido para aumentar la recuperación del cobre. Se emplearon concentraciones de 10, 15 y 20% para lograr un mínimo de cobre recuperado. No se han empleado concentraciones mayores de ácido sulfúrico porque resulta caro y muy contaminante para el medio ambiente. En los ensayos de lixiviación ácida sin oxidante, tratando la bornita con una solución de ácido sulfúrico al 10%, durante 30 días se recuperó 55,6 mg de cobre, tratándola con una solución al 15% se recupera 78,3 mg del metal y con una solución al 20% en un mes de lixiviación se recupera 89,5 mg de cobre.

Los ensayos con la solución ácida y la presencia de un oxidante que en este caso fue el sulfato de hierro (III), la lixiviación no dejó de ser lenta, pero las reacciones de lixiviación se dan con mayor frecuencia acelerando la recuperación del metal. Se pudo establecer que cuando es mayor el porcentaje del oxidante y más ácida la solución la recuperación del metal es mayor, así cuando se trabajó con la solución lixivante a una concentración del 10% y se empleó 100% de sulfato de hierro, la recuperación del cobre fue de 154,7 mg, mucho mayor que en el caso anterior. La lixiviación con solución ácida al 15% en 30 días dio como resultado una recuperación de 216,7

mg de cobre y la lixiviación con solución ácida al 20% y con 10% de oxidante férrico permitió recuperar 321,2 mg de cobre.

V. CONCLUSIONES

1. Experimentalmente se ha demostrado que la lixiviación de la bornita con el ácido sulfúrico sin el empleo de un oxidante como el sulfato férrico es sumamente lenta a condiciones normales aún, cuando se empleen altas concentraciones de ácido.
2. La lixiviación de la bornita con ácido sulfúrico en presencia de sulfato de hierro (III) en solución de concentraciones bajas, es más eficiente en la recuperación del cobre, sin embargo, persiste la lentitud del proceso incluso cuando se emplea una solución lixivante al 20% de concentración.
3. La recuperación del cobre en un tiempo de 30 días fue la siguiente: Sin oxidante: con una concentración de ácido sulfúrico al 20% se recuperó 89,5mg de cobre de un total de 658,6 mg que hubo en la muestra. Con la misma concentración de ácido y en el mismo tiempo la lixiviación de la bornita en presencia de un 10% de oxidante sulfato de hierro (III) se recuperó 321,2 mg de cobre.

VI. RECOMENDACIONES

1. Se recomienda, llevar a cabo la lixiviación de la bornita bajo las mismas condiciones que las empleadas en esta tesis, pero variando la temperatura a fin de estudiar el comportamiento de la lixiviación conforme aumenta el calor.
2. Se recomienda emplear otro oxidante para establecer comparativamente su rendimiento en la recuperación del cobre, bajo las mismas condiciones a las cuales se ha llevado el estudio experimental en la presente tesis.

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] J. Vivanco, “Lixiviación de sulfuros de cobre de baja ley en un medio sulfato -cloruro pretratados químicamente con NaCl- FeSO₄ y ácido sulfúrico”, Tesis, Chile, Universidad Técnica Federico Santa María de Valparaíso, 2019
- [2] F. Flaquer, “Lixiviación de sulfuros de cobre empleando hierro como catalizador”, Tesis, Chile, Universidad de Santiago, Chile, 2019
- [3] M. Espiritu, “Obtención del cemento de cobre mediante la descomposición de chatarra de hierro para la recuperación del cobre en volcán Compañía minera Unidad PARAGSHA”, Tesis, Perú, Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión, de Huacho, 2018
- [4] H. Huamán, “Lixiviación ácida con ion férrico de minerales mixtos de cobre en la planta de beneficio ANANAE”, Tesis, Perú, Universidad Nacional del Callao, 2018
- [5] R. Bustamante, “Tratamiento pirometalúrgico de minerales sulfurados mediante tostación oxidante”, Tesis, Colombia, Universidad Nacional de Colombia, de Medellín, 2019
- [6] S. García, “Obtención de óxidos a partir de sulfuros de cobre mediante la aplicación de la tostación oxidante a temperaturas reguladas”, Tesis, España, Universidad de Oviedo, 2017
- [7] M. Cabrejos, “Recuperación de oro a partir de un mineral refractario de pirrotita por tostación oxidante”, Tesis, Perú, Universidad Nacional Daniel Alcides Carrión de Huacho, 2018
- [8] E. Fernández, “Recuperación de cobre mediante lixiviación ácida a partir de sulfuros tratados por tostación oxidante”, Tesis, Perú, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, 2020
- [9] Wells, J “Consideraciones importantes en el diseño de plantas de lixiviación de minerales de cobre, extracción por solventes y electrodeposición”, Texto, México, Revista de Minería, 2017
- [10] Lorosch, J. y otros “Optimización del proceso químico de lixiviación en pilas. Impulso Minero” N° 5 año 1, 2018

- [11] Calzado, L y Ponciano, J. “Estudio del comportamiento a la lixiviación de un mineral marginal sulfurado de cobre conteniendo plata”, Texto, Perú, - Dpto. Investigaciones Centromin Perú SA. 2017
- [12] Navarro, P. y Cornely B. “Mecanismos de disolución de calcopirita en medio oxidante”- Texto, Perú, XXII In ingenieros de Minas del Perú. Arequipa. 2019

VIII. ANEXOS

Determinación de FeO.

PROCEDIMIENTO:

De la muestra representativa seleccionada, se pesa 7 g con una aproximación de 0,0001 g, se disuelve el mineral pesado en 200 mL de ácido sulfúrico N (195 mL de agua y 5 mL de ácido sulfúrico concentrado) en un matraz aforado de 250 mL, se lleva a volumen con agua destilada y se homogeniza.

Se toma 25 mL de la solución, mediante pipeta y se pasa a un frasco cónico de 250 mL, se agrega 25 mL de ácido sulfúrico N y se titula con solución de permanganato de potasio 0,1N hasta obtener coloración rosa pálida permanente.

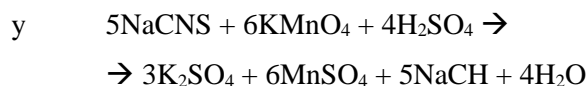
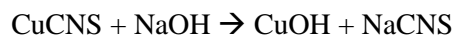
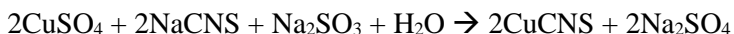
- Se repite con otras dos porciones de 25 mL de la solución preparada.
- Las titulaciones efectuadas deben concordar en 0,1 mL.
- Se calcula el tanto por ciento de óxido de hierro en la muestra analizada teniendo en cuenta que:

$$1 \text{ mL de KMnO}_4 \text{ 0,1N} = 0,05884 \text{ g de FeO}$$

Determinación del cobre.

Este método se basa en la precipitación del cobre como tiocianato cuproso, el cual se descompone después de filtrar con sulfito de sodio al 7-8% hirviendo y después de lavar el filtro con agua caliente, la solución se hace ácida con H₂SO₄ (1:1) y se titula con solución valorada de permanganato de potasio hasta color rosa permanente.

Durante el desarrollo del método se producen las siguientes reacciones químicas:



La solución del sulfocianuro cuproso en la manipulación de este método es posible que sufra una oxidación incompleta.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar de 0,5 a 2,0 gramos de muestra preparada a malla -100, y ponerla en un Erlenmeyer de 300 mL.
2. Agregar 10-15 mL de ácido nítrico y atacar a bajo calor, cuando ha cesado de desprender vapores nitrosos, agregar 0,1 g de clorato de potasio y seguir atacando a bajo calor, hasta que el volumen de la solución se reduzca a unos 7 mL aproximadamente.
3. Agregar 5-10 mL de ácido clorhídrico y continuar el ataque hasta que quede 7 mL aproximadamente.

4. Agregar 5 mL de ácido sulfúrico, seguir atacando hasta que comience a desprenderse vapores blancos, mantener en la plancha caliente hasta que se obtenga una masa pastosa, bajar y enfriar.
5. Agregar cuidadosamente 30 mL de agua y calentar hasta ebullición, hervir por 5 minutos, bajar.
6. Filtrar en caliente, usando filtro N° 2 ó 4, recibiendo el filtrado en un Erlenmeyer de 300 mL. Lavar bien el recipiente usado para el ataque, limpiándolo si es preciso con una vagueta con protector de goma en su extremo para arrastrar todo el sólido que pudiera quedar en él. Lavar el precipitado 5 veces con pequeñas porciones de agua caliente, descartar el residuo del filtro.
7. Neutralizar la solución con hidróxido de amonio, hasta que aparezca precipitado de hierro, agregar HCl gota a gota hasta que desaparezca el precipitado, agregar dos gotas de exceso, lavar las paredes del frasco con agua caliente.
8. Agregar 10-20 mL de solución de sulfito de sodio al 10 % y calentar.
9. Agregar 5-10 mL de solución de sulfito de sodio al 10% y hervir unos minutos más. Agregar más sulfito si el color rojo persiste. El precipitado debe ser blanco lechoso.
10. Filtrar la solución en caliente, usando papel filtro N° 5 (o doble papel filtro N° 2 ó N° 4). Pasar todo el precipitado con agua caliente a un Erlenmeyer de 300 mL. Descartar el filtrado.
11. Colocar debajo del embudo el frasco de 300 mL. Disolver el precipitado de CuCNS, con solución caliente de NaOH al 7% lavando dos veces, removiendo bien el precipitado.
12. Lavar 6 veces con pequeñas porciones de agua caliente. Descartar el residuo que queda en el papel filtro.
13. Dejar enfriar la solución. Agregar 25 mL de ácido sulfúrico (1:1) al frasco y titular con solución valorada de permanganato de potasio.
14. Hacer una prueba en blanco usando los mismos reactivos. Descontar el blanco de la titulación.

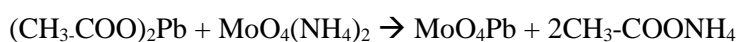
$$\% \text{Cu} = \frac{\text{Gasto} \times \text{factor de la solución} \times 100}{\text{Peso de la muestra}}$$

Plomo - método del molibdato de amonio.

FUNDAMENTO.

El plomo al estado de acetato, se precipita con una solución estándar de molibdato de amonio. El final de la reacción se reconoce ensayando una gota del líquido con una gota de solución de ácido tánico (Indicador externo) que da un color amarillo en cuanto hay exceso de molibdato de amonio.

REACCION:



PROCEDIMIENTO.

1. Pesar de 0,5 a 2,5 gramos de muestra pulverizada a malla -100, en vaso de 250 mL ó 400 mL.
2. Agregar de 10 a 15 mL de ácido nítrico y atacar en la plancha a bajo calor, hasta que cese al desprendimiento de vapores nitrosos; después agregar aproximadamente 0,01 gramos de clorato de potasio y continuar atacando a bajo calor, hasta que quede aproximadamente en unos 7 mL.
3. Agregar 10 mL de ácido clorhídrico y seguir atacando en la plancha a bajo calor hasta que quede en unos 7 mL aproximadamente. Bajar y dejar enfriar ligeramente.
4. Agregar de 10 a 15 mL de ácido sulfúrico y colocar nuevamente en la plancha, primero a calor lento para que no salpique y después a calor fuerte esfumar hasta fuerte desprendimiento de humos blancos, durante 15 - 20 minutos. Bajar. Enfriar.
5. Diluir a 100 mL con agua destilada. Hervir durante 10 minutos. Bajar, enfriar en la bandeja de refrigeración, durante 45 minutos.
6. Filtrar en papel filtro Whatman N° 40 de 11 ó 12 cm. (según la cantidad de precipitado) que contenga pulpa de papel. Pasar todo el precipitado del vaso al filtro, lavando dos veces al vaso con agua fría. Lavar el precipitado del filtro 5 veces con agua fría, sin llenar el embudo. Descartar el precipitado.
7. Colocar el papel filtro con el precipitado en vaso de 400 mL (en el vaso original). Agregar después 200 mL de agua destilada caliente y seguir hirviendo durante 15 minutos.
8. Titular en caliente con solución valorada de Molibdato de Amonio, usando solución de ácido tánico al 0,5% como indicador externo.
9. Calcular el % de Pb.

$$\% \text{ Pb} = \frac{\text{Gasto x factor de la solución x 100}}{\text{Peso de muestra}}$$

Plata- método de escorificación y copelación.

1. Pesar 0,1 A.T. (Assay Ton) de muestra preparada a malla -100 en escorificador de 2,5 que contenga 25 g de plomo granulado.
2. Agregar 2-3 g de bórax y mezclar bien con espátula.
3. Cubrir con unos 15 g de plomo granulado y encima cubrir con 4-5 gramos de Bórax.
4. Escorificar en la mufla eléctrica a 1100 °C. Primero con la puerta cerrada. Tan pronto se funda el plomo, se abre la puerta de la mufla para admitir aire a medida que la oxidación avanza, se forma alrededor del plomo un anillo de escoria. Se cierra la puerta unos minutos más para que toda la escoria quede líquida con el aumento del calor. Todo este proceso dura aproximadamente 30 minutos.

5. Vaciar el contenido de los escorificadores a los moldes. Dejarlo enfriar. Romper la escoria con un martillo y limpiar el botón por martilleo, dándole la forma de un cubo.
6. Los cubos deben tener un aproximado de 20-25 g, si posee mayor peso es necesario volver a escorificar. Cuando las muestras poseen mucho cobre, también es necesario hacer doble escorificación.

COPELACION.

1. Se calientan las copelas previamente enumeradas, unos 20 minutos antes de introducir los cubos de plomo (a unos 900°C)
2. Colocar los cubos de plomo con la pinza apropiada.
3. Tan pronto como se ha terminado de colocar los botones, se cierra la puerta de la mufla manteniendo la temperatura. (Unos 5 minutos).
4. Después que ha fundido se abre la puerta de la mufla y se deja bajar la temperatura hasta 800°C cuidando que el litargirio que se forma no se solidifique sobre la Ag.
5. El Pb es absorbido por la copela y parte volatilizado y a veces es necesario colocar corriente de aire.
6. Alrededor del botón de plata debe quedar unas plumillas de litargirio, lo que demuestra una buena copelación.
7. El tiempo de copelación es también aproximadamente 30 minutos.
8. Sacar las copelas de la mufla, dejarlas enfriar y pesar los botones de plata.
9. Reportar en onzas por toneladas (ó en la forma que indique).

CALCULO.

Cuando se pesa el mineral en Assay Ton, el peso de los botones de plata en miligramos, da directamente el resultado en onzas por toneladas.

1.0 Assay Ton da onz/Ton

0.5 Assay Ton x 2 da onz/Ton

0.2 Assay Ton x 5 da onz/Ton

0.1 Assay Ton x 10 da onz/Ton

Oro – método de la mufla eléctrica.

PROCEDIMIENTO

1. Pesar 0,5 A.T. para concentrados de Pb, Zn, y Cu y 1,0 A.T. para cabezas y colas, de muestra preparada a malla -100 en crisol de 30 gramos, que contenga 65 gramos de flux (Usar de 85 - 90 g de flux para 1,0 A.T)
2. Agregar un poquito de nitrato de plata y mezcla bien con ayuda de una espátula, poner un clavo de 5" y cubrir con 25 g de flux. Si no se usa clavo, usar 10 g de nitrato de potasio. Para mineral paco no usar clavos ni nitrato, si no usar 5 gramos de harina.

3. Colocar el crisol en la mufla eléctrica a 900°C, ir subiendo la temperatura hasta 1100°C. proceso que dura de 50 - 60 minutos (se conoce que ya ha fundido el mineral cuando el crisol se ve transparente).
4. Sacar de la mufla y vaciar al molde de forma cónica y dejarlo enfriar (calentar previamente el molde en la parte de la mufla 2-3 minutos para que no salte la escoria al vaciar).
5. Separar la escoria del metal, valiéndose de un martillo, moldear el metal dándole forma cúbica.
6. Escorificar y vaciar etc. como en el caso anterior (cuando hay Bi ó As es recomendable escorificar dos veces).
7. Colocar el cubo de metal en una copela que de antemano ha sido calentada durante 15 a 20 minutos a 1000°C.
8. Proceder a la copelación como en caso anterior.
9. Sacar la copela de la mufla y enfriar totalmente (cuando es solo para plata, pesar el botón después de frío, reportar en onz/Ton cuando no tiene nitrato de plata).
10. El botón de plata que también contiene el oro, limpiarlo con una brocha especial y colocarlo en un crisol de porcelana, agregar ácido nítrico (1:7) si el botón es grande, ó (1:5) si es pequeño y calentar lentamente hasta que no haya mayor ataque a la plata. Bajarlo.
11. Descartar con bastante cuidado la solución, agregar ácido nítrico (1:1) y seguir atacando a calor lento, hasta que toda la plata haya reaccionado, si es necesario se puede decantar y echar ácido 1:1 y seguir el mismo proceso. Tener cuidado de no atacar a calor fuerte por que el oro se sedimenta en pequeñas partículas que al lavar o decantar se pierden y los resultados salen errados.
12. Decantar la solución cuidadosamente. Lavar el oro 3 veces por decantación como agua amoniacal caliente (1:7).
13. Agregar más o menos 5 cc de amoniaco y calentar suavemente. Bajarlo y decantar y lavar dos veces con agua caliente por decantación.
14. Secar el crisol en la plancha y después llevarlo al horno por 20".
15. Enfriar, pesar el botón de oro y expresar el resultado en onzas por toneladas o por la forma que soliciten.

Azufre en minerales.

PROCEDIMIENTO

1. Pesar 0.5 gramos de muestra en un vaso de 400 mL.
2. Agregar 0,01 g de clorato de potasio, 25 mL de agua de bromo y 15 mL de ácido nítrico y atacar lentamente en plancha con asbesto y llevar sequedad.
3. Agregar 5 mL de HCl y atacar lentamente hasta la sequedad y retirar de la plancha.

4. Agregar 70 mL de solución de carbonato de sodio al 10% y hervir por 15 minutos. Bajarlo.
5. Filtrar en vaso de 600 mL usando papel filtro N°2 de 12,5 cm (ó N° 40 de 12,5 cm)
6. Neutralizar la solución con ácido clorhídrico usando Methyl Orange como indicador y agregar 5 mL en exceso.
7. Llevar a ebullición. Agregar 25 mL de solución caliente de cloruro de bario al 10 % y hervir durante 5-10 minutos. Bajarlos y dejarlos en reposo toda la noche (para precipitar es recomendable que ambas soluciones estén a la misma temperatura de lo contrario salta el precipitado).
8. Filtrar en papel filtro N° 42 usando un poco de pulpa de papel y lavar 10-12 veces con agua caliente.
9. Pasar el papel con el precipitado a un crisol de arcilla, secar y calcinar a 800°C durante 2 horas.
10. Enfriar y pesar como BaSO₄

CALCULO:

$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

g. Sílice.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar 1,0 gramos de muestra en un crisol de níquel, mezclar con 8-10 gramos de fundente Na₂O₂ - NaOH y cubrir con una pequeña capa del fundente.
2. Fundir en el horno al rojo oscuro (700 °C) cerca de 5 minutos.
3. Vaciar la masa fundida un molde de Hierro apropiado o en una cápsula de níquel o cápsula apropiada expresamente.
4. Lavar el crisol de níquel en una cacerola, con agua caliente o con HCl (1:1) alternando con agua caliente procurando sacar todas las partículas adheridas al crisol con una varilla de goma.
5. Pasar la masa del molde de fierro a la cacerola y disolverlo todo, agregando agua si es necesario. Cuando todo se ha disuelto, agregar HCl hasta que la solución se ponga clara.
6. Evaporar a sequedad. Después de seco dejar unos 10-15 minutos más en la plancha (para que oxide el hierro).
7. Enfriar agregar 5 mL de HCl 30 mL de agua caliente y calentar hasta disolver todas las sales solubles.
8. Filtrar la solución caliente a través de un papel filtro N° 40, lavando bien la cacerola y recibiendo el filtrado en vaso de 400 mL, lavar el precipitado 2 veces con HCl (1:1) caliente y 8 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO.

9. Colocar el papel filtro que contiene el precipitado, en un crisol de arcilla y secar en la plancha. Calcinar en la mufla eléctrica al rojo brillante 1500 °C por 1 ó 2 horas.
10. Enfriar y pesar el residuo como sílice.
11. Hacer una prueba en blanco, usando los mismos reactivos.

$$\% \text{ SiO}_2 = \frac{\text{Peso residuo calcinado} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Colocar el filtrado que se reservó en un frasco volumétrico de 200 mL y diluir a la marca con agua destilada, agitar bien y tomar 100 mL para Fe, Ca y Mg los otros 100 mL para la determinación del aluminio.

Si se quiere evitar diluciones tomar otra muestra exclusivamente para Al y trabajar de idéntica manera, separando el SiO₂ y continuando para el Al.

Hierro.

PROCEDIMIENTO.

1. La solución que se pipetea de la dilución (100 mL) ó (la solución contenida en el vaso si el proceso es directo) agregar 3 gramos de cloruro de amonio y 30 mL de hidróxido de amonio y hervir durante 8 minutos.
2. Filtrar en caliente a través de papel filtro N °4 recibiendo el filtrado en vaso de 600 mL. Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente. **RESERVAR EL FILTRADO PARA EL ENSAYO DE Ca y Mg.**
3. Pasar el precipitado de Fe al vaso original extendiendo el papel en el filo del vaso y lavar con un chorro fino de agua y con solución caliente de HCl (1:1) 3 veces y lavar con agua 3 veces. Disolver todo el precipitado con HCl (no usar mucha agua para el lavado).
4. Calentar a ebullición y agregar cloruro estañoso gota a gota hasta reducir todo el Fe. (hasta que la solución quede clara) agregar 2 gotas de exceso).
5. Diluir a 200 mL con agua fría y enfriar después agregar 15 mL de solución fosfo-sulfúrica, 10 mL de solución de cloruro mercuríco y 3 gotas de digenilamina como indicador.
6. Titular con solución valorada de bicromato de potasio. Hacer los cálculos para Fe₂O₃.
 $\% \text{ Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{ Fe} \times 1.4298$

9. Pasar el papel con el precipitado a un crisol de arcilla, secar y calcinar a 800°C durante 2 horas.
10. Enfriar y pesar como BaSO₄

CALCULO:

$$\%S = \frac{\text{Peso (BaSO}_4\text{)} \times 0.13735 \times 100}{\text{Peso de muestra.}}$$

Sílice.

PROCEDIMIENTO.

1. Pesar 1,0 gramos de muestra en un crisol de níquel, mezclar con 8-10 gramos de fundente Na₂O₂ - NaOH y cubrir con una pequeña capa del fundente.
2. Fundir en el horno al rojo oscuro (700 °C) cerca de 5 minutos.
3. Vaciar la masa fundida un molde de Hierro apropiado o en una cápsula de níquel o cápsula apropiada expresamente.
4. Lavar el crisol de níquel en una cacerola, con agua caliente o con HCl (1:1) alternando con agua caliente procurando sacar todas las partículas adheridas al crisol con una varilla de goma.
5. Pasar la masa del molde de fierro a la cacerola y disolverlo todo, agregando agua si es necesario. Cuando todo se ha disuelto, agregar HCl hasta que la solución se ponga clara.
6. Evaporar a sequedad. Después de seco dejar unos 10-15 minutos más en la plancha (para que oxide el hierro).
7. Enfriar agregar 5 mL de HCl 30 mL de agua caliente y calentar hasta disolver todas las sales solubles.
8. Filtrar la solución caliente a través de un papel filtro N° 40, lavando bien la cacerola y recibiendo el filtrado en vaso de 400 mL, lavar el precipitado 2 veces con HCl (1:1) caliente y 8 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO.
9. Colocar el papel filtro que contiene el precipitado, en un crisol de arcilla y secar en la plancha. Calcinar en la mufla eléctrica al rojo brillante 1500 °C por 1 ó 2 horas.
10. Enfriar y pesar el residuo como sílice.
11. Hacer una prueba en blanco, usando los mismos reactivos.

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{Peso residuo calcinado} \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Colocar el filtrado que se reservó en un frasco volumétrico de 200 mL y diluir a la marca con agua destilada, agitar bien y tomar 100 mL para Fe, Ca y Mg los otros 100 mL para la determinación del aluminio.

Si se quiere evitar diluciones tomar otra muestra exclusivamente para Al y trabajar de idéntica manera, separando el SiO₂ y continuando para el Al.

Hierro.

PROCEDIMIENTO.

1. La solución que se pipetea de la dilución (100 mL) ó (la solución contenida en el vaso si el proceso es directo) agregar 3 gramos de cloruro de amonio y 30 mL de hidróxido de amonio y hervir durante 8 minutos.
2. Filtrar en caliente a través de papel filtro N °4 recibiendo el filtrado en vaso de 600 mL. Lavar el precipitado 5 veces con agua caliente. RESERVAR EL FILTRADO PARA EL ENSAYO DE Ca y Mg.
3. Pasar el precipitado de Fe al vaso original extendiendo el papel en el filo del vaso y lavar con un chorro fino de agua y con solución caliente de HCl (1:1) 3 veces y lavar con agua 3 veces. Disolver todo el precipitado con HCl (no usar mucha agua para el lavado).
4. Calentar a ebullición y agregar cloruro estañoso gota a gota hasta reducir todo el Fe. (hasta que la solución quede clara) agregar 2 gotas de exceso).
5. Diluir a 200 mL con agua fría y enfriar después agregar 15 mL de solución fosfo-sulfúrica, 10 mL de solución de cloruro mercúrico y 3 gotas de digenilamina como indicador.
6. Titular con solución valorada de bicromato de potasio. Hacer los cálculos para Fe₂O₃.
$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{Fe} \times 1.4298$$