

Influencia de la temperatura, concentración de ácido y agitación en la lixiviación con ácido sulfúrico de concentrados de calcopirita previa tostación

El informe que sigue es un extracto de las memorias de trabajo que verifican la ejecución de la Meta 4 del Subproyecto No. 2 del Proyecto Especial de Desarrollo Tecnológico en el Sector del Cobre (Programa de Colombia), desarrollada en el CENTRO DE INVESTIGACION DEL COBRE de la Facultad Nal. de Minas de la Universidad Nacional de Colombia Seccional Medellín, bajo el auspicio del PROYECTO ESPECIAL DE TECNOLOGIAS METALURGICAS DE LA OEA (Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico) y COLCIENCIAS.

Por
Javier González¹, Betty Ortega² y Ana María Jaramillo²

RESUMEN

Se estudia la lixiviación con ácido sulfúrico, de una calcina, obtenida de la tostación en presencia de aire, con adición de CaO, en horno monosolera batch, de un concentrado de calcopirita rico en pirita. La calcina es de la siguiente composición: 15,91% de cobre, 38,06% de hierro, 11,45% de azufre y 3,55% de insolubles.

Se estudian las variables: concentración de ácido sulfúrico, entre 4,6 y 11,4%; temperatura entre 63 y 96°C; y velocidad de agitación, entre 678 y 1.182 rpm. Rangos establecidos con base en la literatura y las experiencias conocidas.

Se concluye que la concentración del ácido sulfúrico es el factor que más influye en el proceso, luego la temperatura y en menor proporción la agitación.

INTRODUCCION

La tostación-lixiviación es un método ampliamente extendido, para lograr la disolución del cobre; sin embargo, los estudios más recientes en el área de la Hidrometalurgia se están haciendo sobre la lixiviación directa a alta presión debido a que las leyes anticontaminantes cada vez más estrictas por parte de los Estados exigen un proceso que elimine completamente la polución causada por el desprendimiento de contaminantes como el SO₂ en el proceso de tostación.

La lixiviación directa, si bien elimina el problema de la contaminación puede resultar menos económica que la tostación-lixiviación debido a que requiere un medio fuertemente oxidante con reactivos muy costosos y demasiado corrosivos. De otro lado, para el procesamiento de bajos volúmenes de mineral, como es el caso de la actual minería

colombiana del cobre, es posible que la lixiviación a bajas presiones con ácidos diluidos se presente como el sistema de tratamiento más factible tecnológica y económicamente.

Es pues el objeto de este trabajo, determinar la influencia de la concentración de ácido, temperatura y agitación, en la lixiviación con H₂SO₄ de calcinas obtenidas por tostación, en presencia de aire y cal viva, de concentrados de calcopirita ricos en pirita.

La selección de variables objeto de estudio y de los rangos de operación se hizo con base en la revisión y análisis de la información disponible en la literatura y con base en las experiencias de la práctica general.

MATERIALES Y EQUIPOS

El material utilizado en este estudio es de la siguiente composición: 15,91% de cobre, 38,06% de hierro, 11,4% de azufre, 3,55% de insolubles, y 0,5% de aluminio. El 80% del material tiene un tamaño inferior a malla 200.

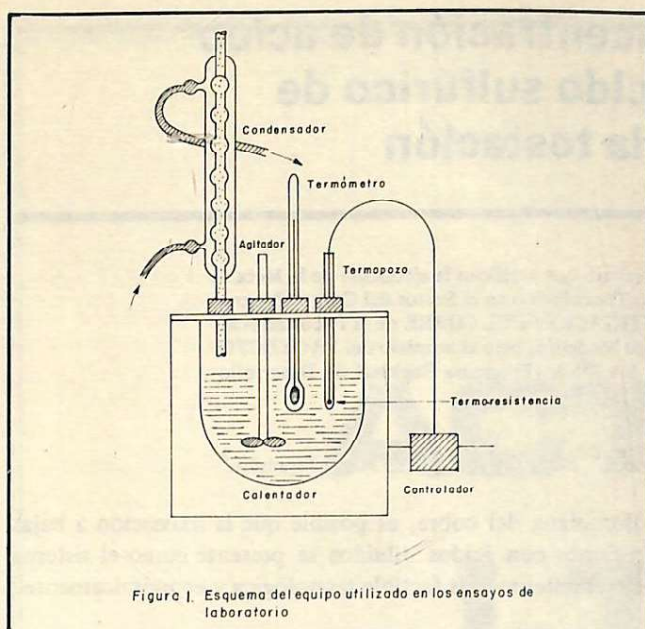
La preparación del tostado se hizo con cal viva según la ecuación¹:



El equipo de laboratorio utilizado se muestra en la Figura 1. Está conformado por: una concha de calentamiento de material aislante, de forma cúbica, con resistencia eléctrica en el fondo y alrededor de ella, que permite una carga de 1.200 vatios; un controlador eléctrico tipo proporcional para regular la temperatura con una exactitud de $\pm 0,5^\circ\text{C}$ que actúa sobre la resistencia eléctrica de dicha concha de calentamiento; un elemento sensor del controlador que es una termo-resistencia, la cual se introduce en un termopozo de acero inoxidable en glicerina con el fin de evitar la corrosión de aquella; un rotor, para la agitación, movido por un motor eléctrico de 0,25 HP, con un agitador de álabes curvados que permite producir un flujo axial, y un tacómetro

¹ Ingeniero Químico, Inv. CENTRO DEL COBRE Fac. Nal. de Minas U. Nal. Secc. de Medellín.

² Ingeniera Química.



acoplado de rango 550–2.400 rpm; un recipiente para la lixiviación consistente en un vaso de vidrio pyrex de fondo semielíptico de 5 litros de capacidad.

PROCEDIMIENTO

Con el fin de minimizar el número de ensayos necesarios a efectuar en el bloque experimental principal, se fijó un

TABLA 1. Diseño de experimentos en valores reales.

Ensayo	X ₁	X ₂	X ₃
1	70	6	780
2	90	6	780
3	70	10	780
4	90	10	780
5	70	6	1.080
6	90	6	1.080
7	70	10	1.080
8	90	10	1.080
9	63	8	930
10	97	8	930
11	80	4,6	930
12	80	11,4	930
13	80	8	678
14	80	8	1.182
15	80	8	930
16	80	8	930
17	80	8	930
18	80	8	930
19	80	8	930
20	80	8	930

X₁ : Temperatura °C

X₂ : Concentración de ácido %

X₃ : grado de agitación rpm

valor para la variable tiempo mediante la ejecución de 5 pruebas preliminares bajo condiciones desfavorables para los otros parámetros en consideración. Las condiciones bajo las cuales se realizaron dichas pruebas son las siguientes: concentración de ácido sulfúrico 8%, velocidad de agitación 567 rpm, temperatura 40°C, relación sólido/líquido 1:4 (definida con base en la revisión bibliográfica). De estas pruebas se concluyó que para un tiempo mayor de 1 h no hay un aumento apreciable en el porcentaje de recuperación de cobre.

En la ejecución de los ensayos se procedió de la siguiente forma:

Se agrega el material tostado al recipiente de vidrio, junto con el ácido sulfúrico a una concentración variable de acuerdo a las condiciones de cada prueba. La velocidad de agitación se controla por medio del tacómetro. Se mantiene el recipiente cerrado con el fin de evitar cambios en la relación sólido/líquido. Terminada la prueba, se decanta la solución y luego se lava el residuo. Posteriormente se realizaron los controles químicos de cobre.

DISEÑO EXPERIMENTAL

Se estableció un bloque de 20 ensayos según un arreglo central compuesto rotacional* para tres variables: tempera-

* Ver Anexo al final de la edición.

TABLA 2. Resultados obtenidos para extracción de cobre.

X_1	X_2	X_3	y
70	6	780	62,85
90	6	780	60,40
70	10	780	80,51
90	10	780	79,57
70	6	1.080	67,82
90	6	1.080	59,08
70	10	1.080	82,96
90	10	1.080	83,22
63	8	930	70,83
97	8	930	75,42
80	4,6	930	53,05
80	11,4	930	82,27
80	8	678	78,44
80	8	1.182	74,73
80	8	930	77,50
80	8	930	77,18
80	8	930	78,56
80	8	930	75,42
80	8	930	75,17
80	8	930	73,41

X_1 : Temperatura °C

X_3 : Grado de agitación (rpm)

X_2 : Concentración de ácido

y: Respuesta (% recuperación de cobre)

tura en °C(X_1) concentración de ácido sulfúrico en %(X_2), y velocidad de agitación en r.p.m. (X_3). En la Tabla 1 se muestran las combinaciones de las variables, en valores reales, de los ensayos ejecutados.

La ecuación que correlaciona las variables estudiadas tiene la siguiente forma:

$$\hat{Y} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{11} X_1 + \beta_{22} X_2^2 + \beta_{33} X_3^2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + E \quad (2)$$

Donde Y es la respuesta analizada (extracción de cobre) y E el error experimental.

RESULTADOS

Los resultados de las pruebas de lixiviación se evaluaron con base en los controles químicos de cobre del material tostado antes de lixiviarlo y del licor de lixiviación. En la Tabla 2 se da la información pertinente.

TABLA 3. ANAVA (Análisis de Variancia)

Fuente de Variación	S.C.	g.l.	C.M.	Prueba F		
				F_c	$F_t(95\%)$	$F_t(97,5\%)$
Regresión lineal	1.150,79	3	383,6	108,67	5,41	7,76
Regresión cuadrática	152,23	6	25,37	7,18	4,95	6,93
Fal ajuste	67,85	5	13,57	3,84	5,05	7,15
Error	17,67	5	3,53			
Total	1.388,79	19				

S.C.: Suma de cuadrados

F_c : "F" calculada = C.M./Error

g.l.: Grados de libertad

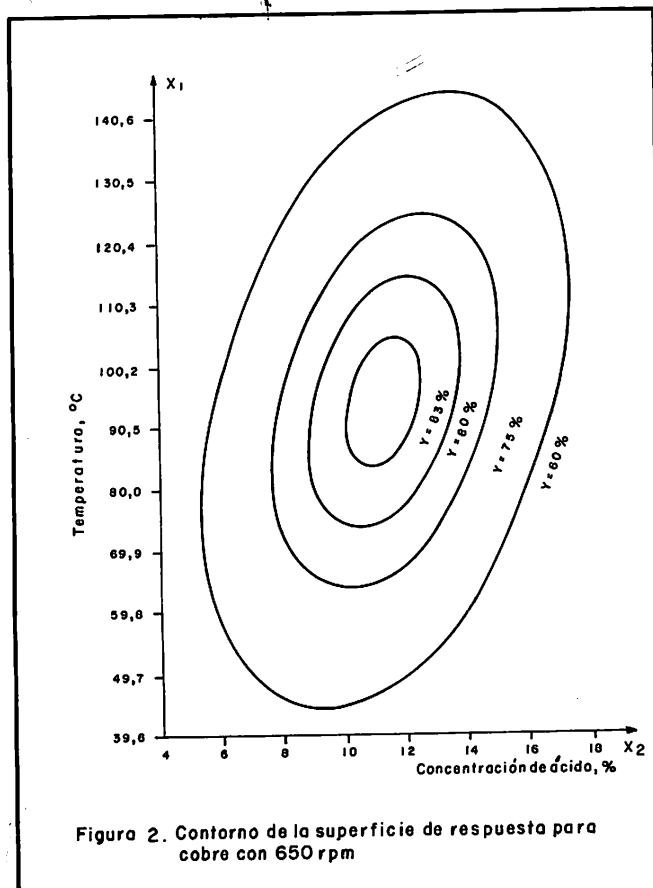
F_t : "F" teórica

C.M.: Cuadrado medio = S.C/g.l

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

El análisis de variancia (Tabla 3) indica que los resultados experimentales se ajustan al modelo propuesto, ya que para la Falta de Ajuste, con un nivel de confianza del 95% el valor de F_c es menor que el de F_t .

Igualmente del análisis de la variancia para cada variable y sus interacciones, se concluye: El efecto debido a la temperatura y la agitación no es significativo, pero sí lo es la interacción entre temperatura y concentración de ácido, para un nivel de confianza del 90%. El efecto de la concentración de ácido sí es bastante significativo, lo mismo que el efecto de su cuadrado. Es decir, en los rangos estudiados el

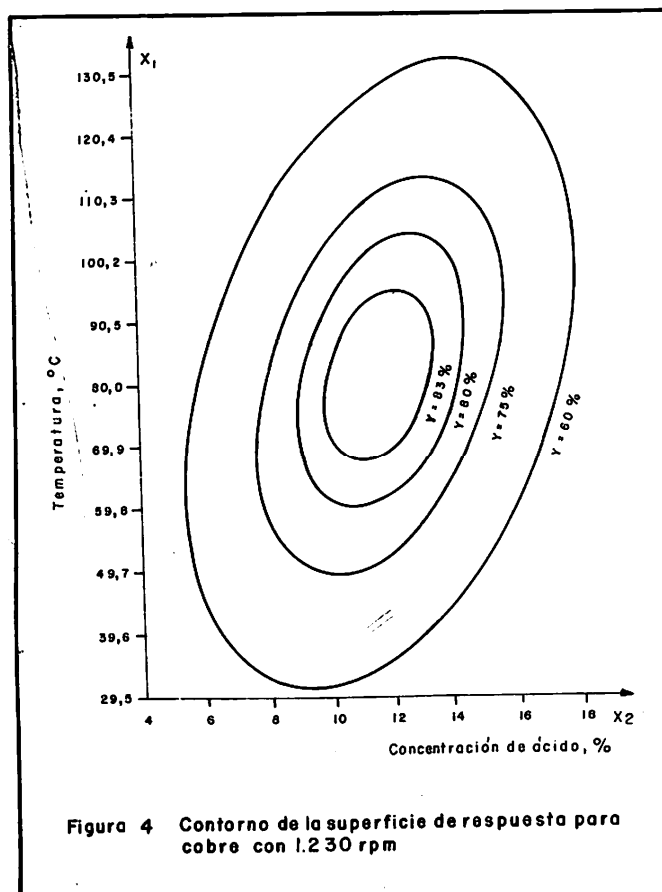
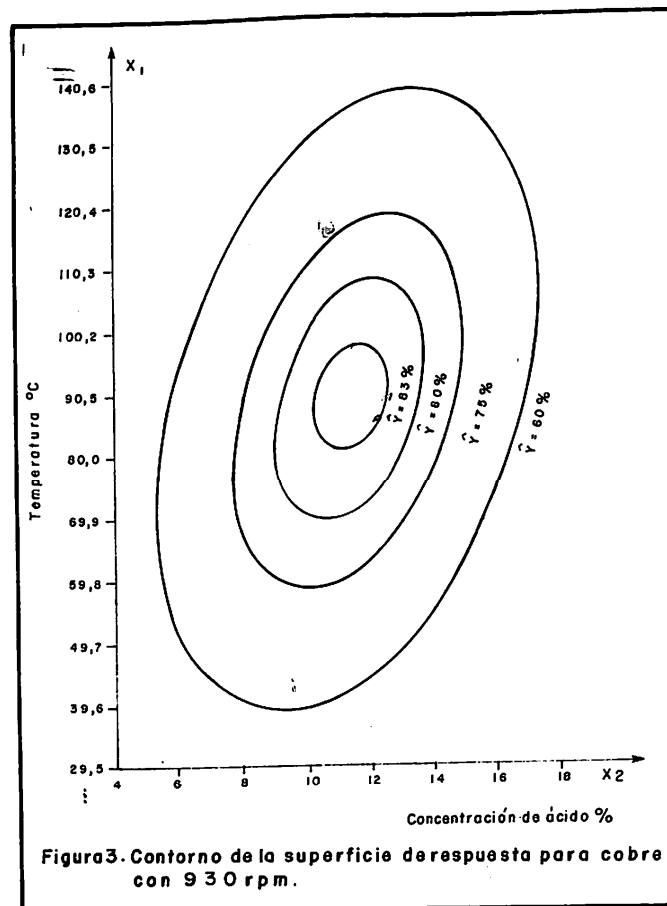


proceso está controlado fundamentalmente por la concentración del ácido sulfúrico y en segundo lugar por la temperatura, no siendo importante el efecto de la agitación.

Con base en los criterios anteriores y en la ecuación de correlación de la respuesta \hat{Y} (porcentaje de cobre en el licor) con las variables estudiadas:

$$\hat{Y} = 76,19 - 0,3X_1 + 9,17X_2 + 0,26X_3 - 1,12X_1^2 - 3,05X_2^2 + 0,1X_3^2 + 1,31X_1X_2 - 0,64X_1X_3 + 0,31X_2X_3 \quad (3)$$

Se construyeron los isogramas que se muestran en las Figuras 2, 3 y 4 para agitaciones fijas, dado que esta es la varia-



ble de menor efecto. Se observan extracciones de cobre entre 60 y 83%. Notándose que para los rangos estudiados las máximas extracciones se obtienen si se opera entre 70–96°C; ácido sulfúrico a concentraciones entre 10–13%, y 800–1000 r.p.m.

Un análisis de cordillera indicó luego que las condiciones bajo la cuales se obtiene la máxima extracción de cobre corresponden a: 83,4°C, ácido sulfúrico al 10,89%, y 1.064 r.p.m. Una lixiviación posterior, bajo las anteriores condiciones, de una calcina obtenida en horno monosolera batch, bajo condiciones convencionales (sin aditivos), del orden 19,10% de Cu, y que mostraba una composición de fases más favorable a la lixiviación con ácido diluido que la calcina obtenida con adición de CaO (50% de cobre sulfatado, la primera, 32% la segunda), permitió extracciones por encima del 90%.

Bajo las condiciones de máxima extracción para los rangos estudiados de las variables, se evaluó el efecto del tiempo, ajustando los resultados a una expresión del tipo:

$$Y = -12,324t^{-0,6486} + 21,46$$

En donde Y es el porcentaje de cobre disuelto y t es el tiempo en minutos. El comportamiento se puede observar en la Figura 5, de la que se desprende que después de 35-40 min la extracción no se incrementa significativamente.

CONCLUSIONES

Bajo condiciones de concentración de ácido sulfúrico próximas a las usuales en la práctica general y con pulpas a temperaturas entre 63 y 96°C, ya sea porque se calienten o por contribución del calor sensible del material a lixiviar, la lixiviación de calcinas, obtenidas de la tostación con aire

de concentrados de calcopirita en hornos monosolera batch, está controlada fundamentalmente por la concentración del ácido. La temperatura, al contrario de la lixiviación directa de concentrados, no muestra un efecto tan importante. Así mismo entre 678 y 1.182 r.p.m., la agitación no es un factor de influencia significativa en el proceso; lo que permite pensar que, por lo menos en los rangos aquí estudiados de las variables, la lixiviación está controlada químicamente.

De otro lado, en los rangos considerados de las variables, hay condiciones operacionales de concentración de ácido, temperatura, agitación, y tiempo que permiten extracciones comparables a las reportadas en otros estudios y aquellas obtenidas en la práctica industrial universal, siendo tales condiciones operacionales similares también a las normalmente aplicadas.

Los resultados muestran también que la tostación de concentrados de calcopirita, ricos en piritas, en horno monosolera batch, en presencia de aire, resulta en transformaciones de fases, que no corresponden a una sulfatación total, acordes con los patrones establecidos que han de esperarse para este tipo de hornos.

REFERENCIAS

1. SUBRAMANIAN, K. N. Recent developments in sulfide hydrometallurgy. Canadian Chem. Eng. Conference, Toronto, pp 11-14, Oct. 1976.
2. MYERS, Raymond H., Extractive metallurgy of copper; the influence of grain size and mineralogical composition on the leachability of copper concentrates. Vol 1 capítulo 35, Ed. J. C. Yannopoulos and J. C. Ager Well. And International Symposium the Metallurgical Society of AIME pp 691-705.
3. PEREZ, Juan Fernando y ZAPATA, Daniel. Tostación oxidante de concentrados de calcopirita. Tesis, Ingeniería de Minas y Metalurgia, Medellín. 145 p.

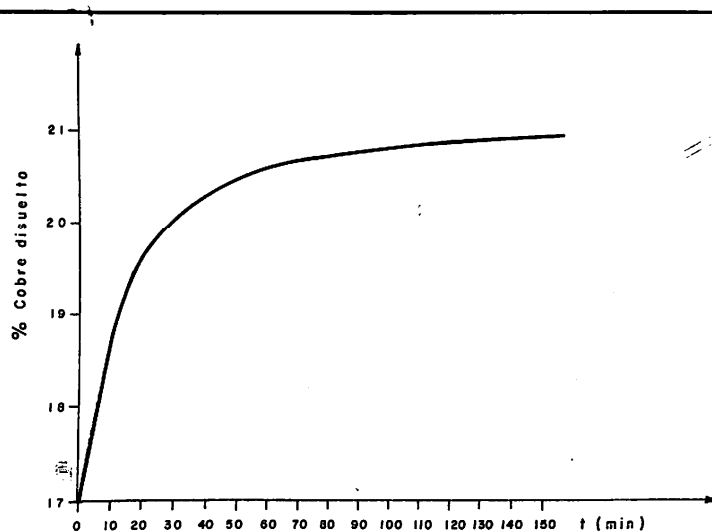


Figura 5. Porcentaje de cobre en función del tiempo para la determinación del tiempo óptimo