

**UNIVERSIDAD TÉCNICA FEDERICO SANTA MARÍA
SEDE VIÑA DEL MAR – JOSÉ MIGUEL CARRERA**

**IMPLEMENTACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN POR
SOLVENTES EN EL LABORATORIO DE METALÚRGIA.**

Trabajo de Titulación para optar al Título
De Técnico Universitario en MINERÍA
Y METALURGIA.

Alumno:

Fernanda de la Paz Prado Bruna.

Profesor Guía:

Ing. Luis Gutiérrez Meneses.

2017

RESUMEN

KEYWORDS: HIDROMETALURGIA-PROCEDIMIENTO-EXTRACCIÓN POR SOLVENTES.

Este trabajo de título se origina a partir de la necesidad de ampliar las etapas operacionales correspondientes a la Hidrometalurgia, que se llevan a cabo en el laboratorio del ramo Procesos Mineros Metalúrgicos tres. Históricamente sólo se ha efectuado la primera etapa que conforma esta rama de la metalurgia extractiva correspondiente a la Lixiviación, ahí nace la idea de aumentar las experiencias que se realizan en el laboratorio, incluyendo la segunda etapa de purificación y concentración, en el formato de extracción por solventes, así se establece el objetivo general de este trabajo de título: el realizar una propuesta de procedimiento de trabajo para la concentración de PLS, mediante la extracción por solventes en el laboratorio de metalurgia. Para llevar a cabo este cometido, se plantearon tres capítulos de la forma que sigue a continuación.

En el primer capítulo se describe la importancia de la extracción por solventes en hidrometalurgia, mediante recopilación bibliográfica y además la definición de los conceptos asociados y reactivos que en ella participan. Se comienza con lo más amplio, la metalurgia extractiva, diferenciando sus tres grandes áreas de operación: Hidrometalurgia, Pirometalurgia y Electrometalurgia, para luego adentrarse en la Hidrometalurgia donde se distinguen y separan sus etapas secuenciales en las que destaca la extracción por solventes, por conectar el primer paso de disolución selectiva y entregar un producto óptimo para realizar la recuperación final del metal.

Luego en el capítulo número dos, se explican con detalle los primeros procedimientos realizados en el laboratorio, que obedecen al segundo objetivo específico de: ejecutar procedimientos de extracción por solvente, para la generación de la pauta de trabajo mediante ensayos de laboratorio. Aquí se detallan los instrumentos y materiales de laboratorio utilizados, los reactivos de extracción por solventes y el equipo de protección personal. Se evalúan dos concentraciones de reactivo extractante, a la vez de realizar extracciones con diferentes proporciones de fases acuosa y orgánica. Por último se intervino la temperatura de ambas fases en una extracción con el fin de poder determinar si esta variable es un factor a considerar en un proceso de extracción por solventes.

En correlación con el último objetivo específico, se define la pauta de trabajo de laboratorio y se analizan los resultados de los análisis químicos, realizados a las muestras que se obtuvieron a partir de las experimentaciones, los acuosos y refino de estas fueron enviadas a la PUCV para su lectura de Cobre. Los datos entregados en el informe indican una mayor efectividad cuando la concentración de reactivo extractante es de un 25% y se utilizan mismos volúmenes de fase acuosa y fase orgánica. Por otra parte no se aprecia mayor eficiencia cuando se aumenta la temperatura a 45° C de ambas fases, en una de las extracciones. De hecho la efectividad en esta ocasión es sutilmente menor a la obtenida con las fases a temperatura ambiente. Se desprende, desde estos resultados, evaluar diferentes temperaturas a las estudiadas en este trabajo.

ÍNDICE

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| RESUMEN | |
| ÍNDICE | |
| ÍNDICE DE FIGURAS | |
| ÍNDICE DE TABLAS | |
| IMPLEMENTACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTES EN EL LABORATORIO DE METALÚRGIA. | 1 |
| RESUMEN..... | 3 |
| ÍNDICE DE FIGURAS..... | 7 |
| ÍNDICE DE TABLAS | 8 |
| INTRODUCCIÓN. | 1 |
| OBJETIVOS. | 3 |
| OBJETIVO GENERAL..... | 3 |
| OBJETIVOS ESPECÍFICOS..... | 3 |
| CAPÍTULO 1: FUNDAMENTOS TEÓRICOS. | 4 |
| 1. CAPÍTULO 1: FUNDAMENTOS TEÓRICOS | 5 |
| 1.1 METALURGIA EXTRACTIVA..... | 5 |
| 1.2 LA HIDROMETALURGIA RECUPERA METALES USANDO SOLUCIONES LÍQUIDAS, ACUOSAS Y ORGÁNICAS..... | 6 |
| 1.3 LIXIVIACIÓN..... | 8 |
| 1.4 EXTRACCIÓN POR SOLVENTES..... | 10 |
| 1.4.1 CONCEPTOS IMPORTANTES A CONSIDERAR..... | 14 |
| 1.5 REACTIVO EXTRACTANTE ORGÁNICO..... | 19 |
| 1.6 DILUYENTE..... | 20 |
| 1.7 MODIFICADORES..... | 22 |
| CAPÍTULO 2: PRIMEROS PROCEDIMIENTOS. | 23 |
| 2. CAPÍTULO 2: PRIMEROS PROCEDIMIENTOS. | 24 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.1 PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTES LLEVADO A CABO EN LABORATORIO. | 25 |
| 2.2 PROCEDIMIENTO #1 EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE REACTIVO ORGÁNICO Y PROPORCIÓN DE FASES MÁS FAVORABLE PARA LA EXTRACCIÓN. | 26 |
| 2.2.1 PREPARACIÓN DE FASE ORGÁNICA Y FASE ACUOSA. | 26 |
| 2.2.2 EJECUCIÓN DE LA EXTRACCIÓN POR SOLVENTES CON DIFERENTES PROPORCIONES DE FASE ACUOSA Y FASE ORGÁNICA. | 33 |
| 2.2.3 OBTENCIÓN DE MUESTRAS DE REFINO. | 34 |
| 2.3 PROCEDIMIENTO #2 EVALUACIÓN DE LA TEMPERATURA COMO VARIABLE DE CONTROL. | 34 |
| 2.3.1 PREPARACIÓN DE FASE ORGÁNICA Y FASE ACUOSA. | 35 |
| 2.3.2 PREPARACIÓN PARA LA EVALUACIÓN DE LA TEMPERATURA. | 39 |
| 2.3.3 EJECUCIÓN DE LA EXTRACCIÓN POR SOLVENTES CON PROPORCIÓN 1/1 DE FASE ACUOSA Y FASE ORGÁNICA. | 41 |
| 2.3.4 OBTENCIÓN DE MUESTRAS DE REFINO. | 42 |
| 3. PAUTA DE TRABAJO. | 44 |
| 3.1 PAUTA DE TRABAJO #1: EXTRACCIÓN POR SOLVENTES | 44 |
| 3.1.1 ANTECEDENTES GENERALES..... | 44 |
| 3.1.2 OBJETIVO DEL LABORATORIO:..... | 46 |
| 3.1.3 REQUERIMIENTOS | 46 |
| 3.1.4 PROCEDIMIENTO: | 47 |
| 3.1.5 RESULTADOS DE LA LECTURA QUÍMICA POR COBRE. | 48 |
| 3.1.6 CÁLCULO DE MG/L CU QUE CONTIENE EL ORGÁNICO CARGADO. | 49 |
| 3.1.7 CÁLCULO DE EFICIENCIA..... | 50 |
| 3.1.8 ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS. | 51 |
| 3.2 PAUTA DE TRABAJO #2: EVALUACIÓN DE LA TEMPERATURA COMO FACTOR DETERMINANTE EN EXTRACCIÓN POR SOLVENTES | 52 |
| 3.2.1 ANTECEDENTES GENERALES:..... | 52 |
| 3.2.2 OBJETIVO DEL LABORATORIO:..... | 52 |
| 3.2.3 REQUERIMIENTOS | 52 |
| 3.2.4 PROCEDIMIENTO..... | 54 |

| | |
|------------------------------------------------------------|----|
| 3.2.5 RESULTADOS DE LA LECTURA QUÍMICA POR COBRE. | 55 |
| 3.3.6 CÁLCULO DE MG/L CU QUE CONTIENE EL ORGÁNICO CARGADO. | 56 |
| 3.3.7 CÁLCULO DE EFICIENCIA..... | 56 |
| 3.3.8 ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS. | 57 |
| BIBLIOGRAFÍA | 61 |
| ANEXOS. | 63 |
| ANEXO A: INFORME ENSAYO EXTERNO, PUCV. | 64 |

ÍNDICE DE FIGURAS.

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| FIGURA 1-1: REPRESENTACIÓN ESQUEMÁTICA DE LAS PRINCIPALES ETAPAS DE PROCESO DE LA METALURGIA EXTRACTIVA..... | 8 |
| FIGURA 1-2: ESQUEMA DE UNA PILA DE LIXIVIACIÓN ESTÁTICA Y SUS PRINCIPALES ELEMENTOS..... | 10 |
| FIGURA 1-3: CADENA INTEGRADA DE PROCESOS UNITARIOS EN SERIE, PARA LA RECUPERACIÓN DE UN METAL DESDE UN MINERAL. | 11 |
| FIGURA 1-4: PLANTA DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTES..... | 13 |
| FIGURA 1-5: PARTES ESENCIALES DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTES Y NOMENCLATURA MÁS CORRIENTE ASOCIADA A LOS FLUJOS QUE PARTICIPAN..... | 14 |
| FIGURA 1-6: EFECTO DEL PH SOBRE EL COEFICIENTE DE DISTRIBUCIÓN, D, Y POR ENDE SOBRE LA FRACCIÓN DEL METAL QUE SE HA EXTRAÍDO. | 15 |
| FIGURA 1-7: REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA CAPACIDAD DE CARGA OPERACIONAL EFECTIVA QUE ES POSIBLE OBTENER EN LA PRÁCTICA CON UN REACTIVO DETERMINADO. | 16 |
| FIGURA 1- 8: CURVAS INDIVIDUALES DE EXTRACCIÓN PARA EL URANIO CON ÉTER DI-BUTÍLICO Y CON ÉTER DI-CLORO-DI-ETÍLICO. | 18 |
| FIGURA 2-1: DOSIFICACIÓN REACTIVOS DE FASE ORGÁNICA 1..... | 27 |
| FIGURA 2-2: DOSIFICACIÓN REACTIVOS DE FASE ORGÁNICA 2..... | 28 |
| FIGURA 2-3: AGITACIÓN FASES ORGÁNICAS SOBRE AGITADOR MAGNÉTICO..... | 29 |
| FIGURA 2-4: SULFATO DE COBRE PENTAHIDRATADO MASADO EN BALANZA..... | 31 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| FIGURA 2-5: DOSIFICACIÓN AGUA DESTILADA. | 31 |
| FIGURA 2-6: TOMA DE MUESTRA DE SOLUCIÓN ACUOSA. | 32 |
| FIGURA 2-7: FASES ACUOSA Y ORGÁNICA SEPARADAS COMPLETAMENTE LUEGO DE LA AGITACIÓN. | 34 |
| FIGURA 2-8: SULFATO DE COBRE PENTAHIDRATADO MASADO EN LA BALANZA. | 36 |
| FIGURA 2-9: SOLUCIÓN ACUOSA SENTADA SOBRE AGITADOR MAGNÉTICO Y SOBRE ÉL, LA BURETA CARGADA CON ÁCIDO SULFÚRICO. | 37 |
| FIGURA 2-10: DOSIFICACIÓN DE EXTRACTANTE Y DILUYENTE. | 38 |
| FIGURA 2-11: FASE ORGÁNICA SOBRE AGITADOR MAGNÉTICO. | 39 |
| FIGURA 2-12: ULTRASONIC CLEANER CONFIGURADO EN FUNCIÓN BAÑO MARÍA A 80° C. | 40 |
| FIGURA 2-13: MEDICIÓN DE TEMPERATURA A FASE ORGÁNICA CON AYUDA DE TERMOCUPLA. | 40 |
| FIGURA 2-14: EMBUDO DE DECANTACIÓN ENVUELTO EN PAPEL ALUMINIO POSICIONADO EN SOPORTE UNIVERSAL, LUEGO DE LA AGITACIÓN. | 41 |
| FIGURA 2-15: MEDICIÓN DE TEMPERATURA A FASES A TEMPERATURA AMBIENTE. | 42 |
| FIGURA 2-16: FASES ACUOSA Y ORGÁNICA SEPARADAS LUEGO DE AGITACIÓN. | 42 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| TABLA 2-1: G/L DE COBRE EN PLS DE PLANTA CHILENA CON IDENTIDAD RESGUARDADA. | 24 |
| TABLA 2-2: VOLÚMENES DE ORGÁNICO Y ACUOSO UTILIZADOS EN PROPORCIÓN 3/1, 1/1 Y 1/6. | 33 |
| TABLA 2-3: VOLÚMEN DE ORGÁNICO Y ACUOSO UTILIZADOS EN PROPORCIÓN 1/1. | 34 |
| TABLA 3-1: VOLÚMENES DE ORGÁNICO Y ACUOSO UTILIZADOS EN PROPORCIÓN 3/1, 1/1 Y 1/6. | 48 |
| TABLA 3-2: RESULTADOS DE MUESTRAS OBTENIDAS CON FASE ORGÁNICA DE CONCENTRACIÓN 8%. | 49 |
| TABLA 3-3: RESULTADOS DE MUESTRAS OBTENIDAS CON FASE ORGÁNICA DE CONCENTRACIÓN 25%. | 49 |

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| TABLA 3-4: DIFERENCIA DE MG/L DE COBRE DE LA FASE ACUOSA CON RESPECTO A LA SOLUCIÓN DE REFINO PARA LA EXTRACCIÓN CON FASE ORGÁNICA CON CONCENTRACIÓN 8%..... | 50 |
| TABLA 3-5: DIFERENCIA DE MG/L DE COBRE DE LA FASE ACUOSA CON RESPECTO A LA SOLUCIÓN DE REFINO PARA LA EXTRACCIÓN CON FASE ORGÁNICA CON CONCENTRACIÓN 25%..... | 50 |
| TABLA 3- 6: EFICIENCIA DE LA EXTRACCIÓN, CALCULADO A PARTIR DE LOS MG/L DE CU CONTENIDOS EN EL ORGÁNICO CARGADO..... | 51 |
| TABLA 3- 7: EFICIENCIA DE LA EXTRACCIÓN, CALCULADO A PARTIR DE LOS MG/L DE CU CONTENIDOS EN EL ORGÁNICO CARGADO..... | 51 |
| TABLA 3- 8: VOLUMEN DE ORGÁNICO Y ACUOSO UTILIZADOS EN PROPORCIÓN 1/1. | 54 |
| TABLA 3- 9: VOLÚMEN DE ORGÁNICO Y ACUOSO UTILIZADOS EN PROPORCIÓN 1/1. | 55 |
| TABLA 3- 10: RESULTADOS MUESTRAS OBTENIDAS CON FASE ORGÁNICA DE CONCENTRACIÓN 25% A TEMPERATURA 18° C Y 45° C..... | 55 |
| TABLA 3- 11: DIFERENCIA DE MG/L DE COBRE DE LA FASE ACUOSA CON RESPECTO A LA SOLUCIÓN DE REFINO PARA LA EXTRACCIÓN CON FASE ORGÁNICA CON CONCENTRACIÓN 25% A TEMPERATURA 18° C Y A 25° C. | 56 |
| TABLA 3- 12: EFICIENCIA DE LA EXTRACCIÓN, CALCULADO A PARTIR DE LOS MG/L DE CU CONTENIDOS EN EL ORGÁNICO CARGADO..... | 56 |

SIGLAS Y SIMBOLOGÍA

A. SIGLAS

G: gramos

L: Litros

LX: Lixiviación

mG: mili Gramos

mL: mili Litros

PLS: Solución de lixiviación cargada

PMM: Peso molecular

SX: Extracción por Solventes

Org; Orgánico

B. SIMBOLOGÍA

°C: Grados Celcius

%: Porcentaje

#: Número

INTRODUCCIÓN.

Durante el curso de la carrera, se debe aprobar en conjunto con la cátedra del ramo Procesos Mineros Metalúrgicos el laboratorio asociado, donde es posible familiarizarnos con las máquinas, operaciones y procesos que se desarrollan a diversas escalas en la Industria Metalúrgica. En Procesos Mineros Metalúrgicos tres, la asignatura se enfoca netamente en la Hidrometalurgia, sus fundamentos básicos y parámetros de operación, los principios de funcionamiento, características de diseño y su impacto ambiental. Sin embargo, históricamente sólo se ha ejecutado en el laboratorio la primera etapa de Hidrometalurgia correspondiente a la Lixiviación, un tercio del proceso productivo completo quedando en desconocimiento práctico y operacional, las etapas de purificación y concentración, además de una última etapa de recuperación final.

Ahí es donde radica la necesidad de aumentar las actividades prácticas que se desarrollan a lo largo del ramo Procesos Mineros Metalúrgicos tres, comenzando con la implementación de la etapa de purificación y concentración, en al menos una de las variadas formas que existen, siendo en esta ocasión en forma de Extracción por Solventes, de este modo al momento de enfrentarnos laboralmente a este tipo de procesos, se tengan las competencias necesarias para poder abordarlos de la manera más adecuada.

Desde esta necesidad, se crea el siguiente trabajo de título, donde se busca ampliar el abanico de actividades del laboratorio metalúrgico, a través de la implementación de un proceso de purificación de las soluciones enriquecidas, provenientes de la Lixiviación correspondiente a la segunda etapa en Hidrometalurgia, en este caso se realizó, a través de Extracción por Solventes.

OBJETIVOS.

OBJETIVO GENERAL.

Realizar una propuesta de procedimiento de trabajo para la concentración de PLS, mediante la extracción por solventes en el laboratorio de metalurgia.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS.

1. Describir la importancia de la Extracción por Solventes en Hidrometalurgia, mediante recopilación bibliográfica para la definición de los conceptos asociados y reactivos que en ella participan.
2. Ejecutar procedimientos de extracción por solventes, para la generación de la pauta de trabajo, a través de ensayos en el laboratorio.
3. Definir la pauta de trabajo de laboratorio para la evaluación de las variables de control, mediante recuperación metalúrgica.

CAPÍTULO 1: FUNDAMENTOS TEÓRICOS.

1. CAPÍTULO 1: FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 METALURGIA EXTRACTIVA.

El arte y la ciencia de extracción de metales desde sus minerales y otros materiales que los contienen, corresponde a la definición más acertada de Metalurgia Extractiva; la cual mediante métodos físicos y químicos consigue separar aquel metal valioso desde el mineral en que está contenido. Existen fundamentalmente tres campos de actividad en la que ésta se divide y corresponden a la Hidrometalurgia, la Pirometalurgia y finalmente la Electrometalurgia.

Cuando el proceso de extracción de metales es llevado a cabo mediante métodos físico-químicos acuosos, se trata de procesos Hidrometalúrgicos, y al contrario de éste, la Pirometalurgia lo realiza mediante métodos físico-químicos secos a altas temperaturas. Finalmente hablaremos de Electrometalurgia cuando el proceso se realiza a través de métodos electrolíticos. Comúnmente la Electrometalurgia es estudiada a la vez y de manera integrada a la Hidrometalurgia, cuando la electrólisis se realiza a partir de medios acuosos y a la Pirometalurgia cuando la electrólisis se realiza a partir de medios fundidos.[1]

La metalurgia extractiva también se apoya en métodos físicos para lograr mejoras en la concentración y separación de los metales. Por ejemplo:

- Los métodos de conminución, como son el chancado y la molienda;
- Los métodos de concentración física, como la concentración magnética, gravitacional y electrostática y los métodos de concentración físico-químico, como es la flotación; y
- Los métodos de separación sólido-líquido, como son la decantación y espesamiento, el filtrado, las técnicas de lavado –usualmente efectuado en contracorriente- y el secado.

1.2 LA HIDROMETALURGIA RECUPERA METALES USANDO SOLUCIONES LÍQUIDAS, ACUOSAS Y ORGÁNICAS.

Etimológicamente, la palabra “hidrometalurgia” nace de la raíz “hidro”, indicando con claridad que esta disciplina de la metalurgia extractiva utiliza medios acuosos para conseguir la extracción de los metales, desde sus minerales o materiales de reciclaje que lo contienen.

Fundamentalmente la hidrometalurgia se lleva a cabo gracias a la siguiente secuencia de etapas físico-químicas distintivas y secuenciales:

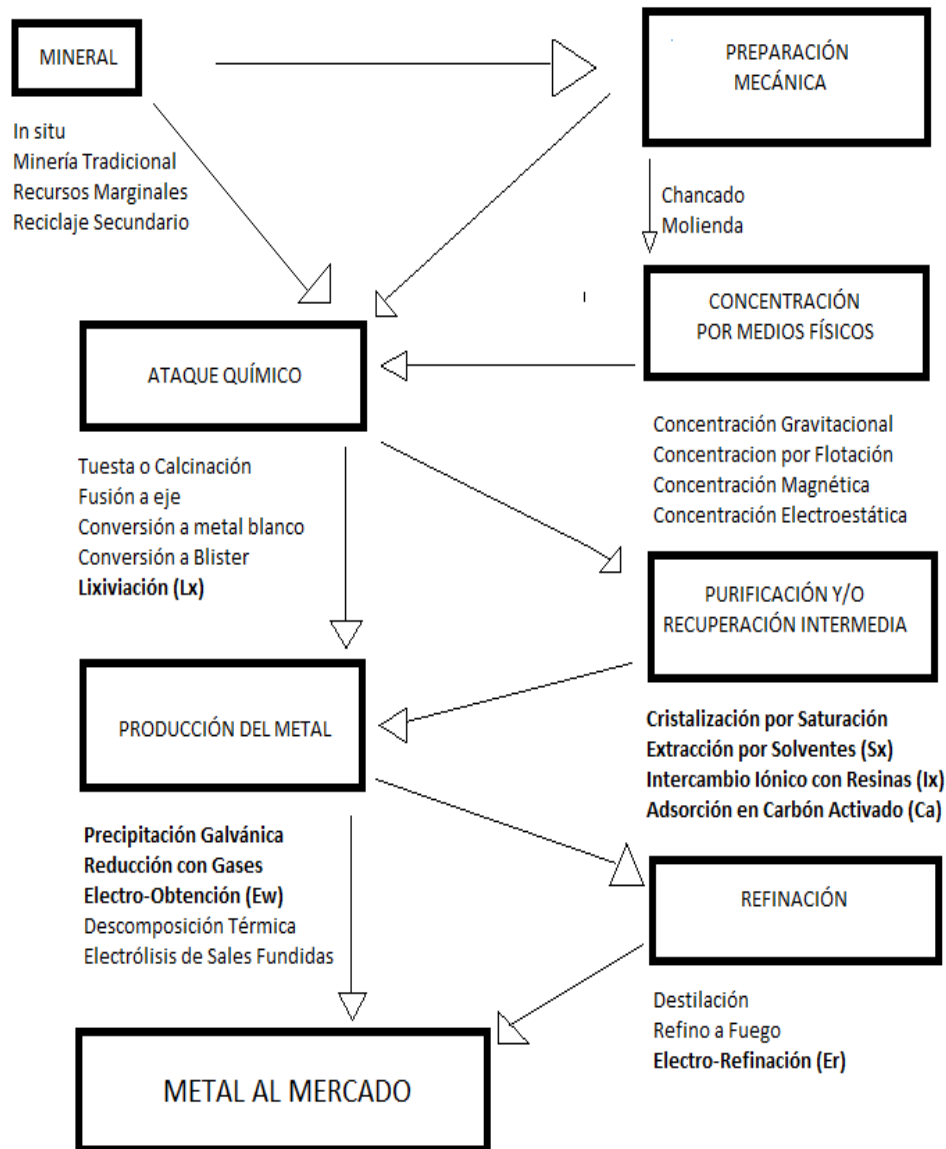
- Una etapa de disolución selectiva de los metales desde los sólidos que lo contienen mediante una solución acuosa; esta etapa se conoce con el nombre de Lixiviación que suele abreviarse como LX;
- Una etapa de procesamiento y transformación de los metales disueltos en medio acuoso de lixiviación mediante agentes externos que permiten la purificación y/o concentración de estos metales, aún en solución acuosa;
- Una etapa de recuperación selectiva de los valores metálicos disueltos en medio acuoso, conocida como precipitación, en la que se obtiene el metal o un compuesto que lo contiene, en la forma de un producto sólido.

Interactúan en la primera etapa conocida como Lixiviación, además del mineral sólido de origen, un agente lixivante que está contenido en la solución acuosa y, eventualmente, un agente externo que actúa como oxidante o reductor que participa en la disolución del metal de interés, mediante un cambio en los potenciales de óxido-reducción (potencial redox) de la solución lixivante. La lixiviación también puede realizarse con participación de presión, distinta a la atmosférica y temperaturas inferiores o superiores a las del ambiente manteniendo solamente el requisito de desarrollarse en un medio acuoso. [1]

La purificación y/o concentración comprende la segunda etapa, aquí podemos encontrar los procesos de adsorción con carbón activado y los procesos de extracción, tanto mediante resinas sólidas de intercambio iónicos, como mediante resinas líquidas. Estos últimos, que son también conocidos como extracción por solventes, utilizan reactivos líquidos de origen orgánico que están disueltos en un diluyente apolar.

Finalmente en la última etapa perteneciente a la precipitación, se pueden distinguir los métodos de; cristalización, que hace uso de las propiedades químicas de saturación de soluciones; los de precipitación por desplazamiento galvánico utilizando otro metal de menor nobleza relativa, más conocido como proceso de cementación; los de precipitación por reducción con gases a presión; y los de precipitación electrolítica. Estos también conocidos como procesos de electro-obtención o electro-depositación cuando el metal viene ya disuelto y es precipitado desde la solución, y de electro-refinación cuando al mismo tiempo se disuelve el metal desde un ánodo y se le precipita en un cátodo. [1]

Es posible diferenciar varias etapas de proceso en la transformación de un mineral hasta obtener el metal de interés que lo constituye. Esto se aprecia mejor mediante la Figura 1-1 que muestra una representación esquemática de las principales etapas del Proceso de la Metalurgia Extractiva, que comprenden la transformación de un mineral hasta lograr el metal de interés. Los procesos propios de la Hidrometalurgia se destacan escritos con negrita.



Fuente: Hidrometalurgia, Esteban Domic.

FIGURA 1-1: Representación esquemática de las principales Etapas de Proceso de la Metalurgia Extractiva.

1.3 LIXIVIACIÓN.

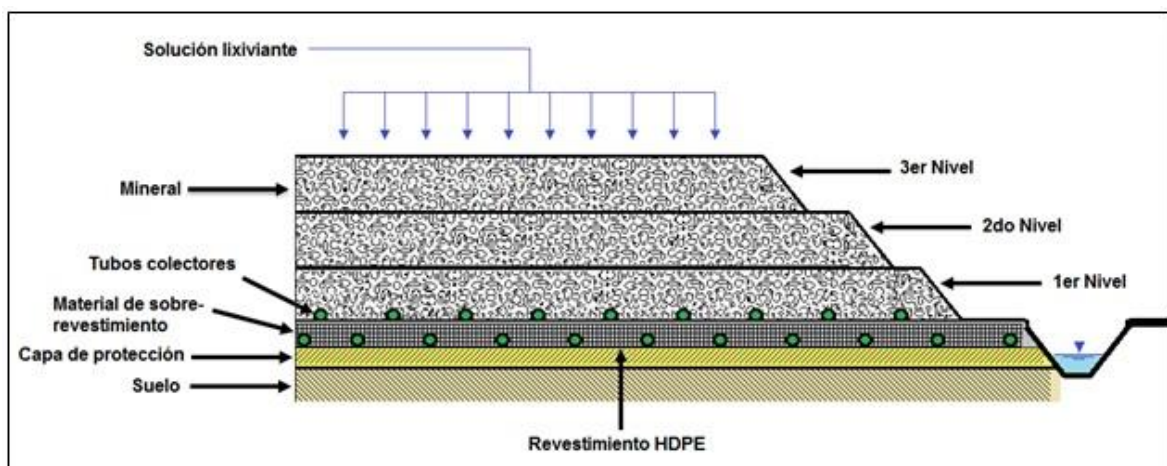
Consiste en la disolución de metales a partir de los minerales que lo contienen, los cuales son separados selectivamente de estos, quedando contenidos en la solución de lixiviación.

Los subprocesos que se desarrollan en lixiviación corresponden a los siguientes:

1. El mineral procedente de la explotación, a cielo abierto o subterránea, debe ser ligeramente preparado en una planta de chancado, la operación de conminución en procesos Hidrometalúrgicos considera únicamente la reducción de tamaño vía seca, generalmente en tres etapas. Se busca tener un área de contacto adecuada para los procesos químicos que vienen a continuación; distinto ocurre en procesos Pirometalúrgicos en los cuales el objetivo de la conminución es la liberación total de la partícula metálica.
2. Posteriormente se deben aglomerar las partículas finas que se generaron en el chancado para conseguir una granulometría controlada que permita un buen coeficiente de permeabilidad, es decir, unir físicamente las partículas finas a aquellas porciones más grandes permitiendo que la solución de lixiviación percole a través del mismo y no se produzca acumulación de solución dentro de la pila, esto se logra adicionando agua y ácido sulfúrico al mineral en el interior de un cilindro que gira a baja velocidad y que cuenta con una leve inclinación, llamado tambor aglomerador, así se obtiene un aglomerado entre partículas finas con gruesas de gran consistencia y resistencia mecánica, además el ácido actúa químicamente sulfatando las especies minerales, haciendo más fácil la etapa de lixiviación.
3. Una vez preparado el mineral, los denominados glómeros se colocan en montones de sección trapezoidal y altura calculada comúnmente llamadas pilas de lixiviación para proceder a su riego con la solución lixivante. La base de la pila se impermeabiliza con membranas de polietileno de alta densidad en espesores que pueden ir de 0,5 mm a 1,5 mm, con una o dos capas de membranas según sea la exigencia de la aplicación. Se denomina cancha de lixiviación a la superficie de apoyo de la pila donde se coloca la impermeabilización. Cuando la cancha es recuperada para reutilizarla con un nuevo mineral se trata de lixiviación en pilas dinámicas, mientras que si el terreno no es recuperado y, por lo tanto, el mineral agotado queda en el depósito como nueva base para otra pila, corresponde a lixiviación en pilas estáticas o permanentes.

En la superficie de la pila conocida como corona se instalan una serie de líneas de riego formando una red, que puede ser ocupada por aspersores (similares a los utilizados para regar los jardines) o goteros. El riego de las pilas se debe

controlar a lo largo del ciclo de lixiviación, se deben ajustar los flujos y las soluciones lixiviantes (refino), esto con el fin de tener electrolitos más o menos estables para la etapa de extracción por solventes. Una vez agotada la pila se riega por uno o dos días más con agua para lavar el mineral y recuperar cualquier solución que quede atrapada. La solución rica es generalmente impura y diluida por lo que deberá ser purificada y concentrada antes de recuperar el metal. A continuación en la Figura 1-2 una pila de lixiviación estática y sus principales elementos. [1]



Fuente: Blog de Hidrometalurgia y Lixiviación. <<https://hydrometallurgyperu.wordpress.com/lixiviacion-en-pilas/>>

FIGURA 1-2: Esquema de una pila de lixiviación estática y sus principales elementos.

1.4 EXTRACCIÓN POR SOLVENTES.

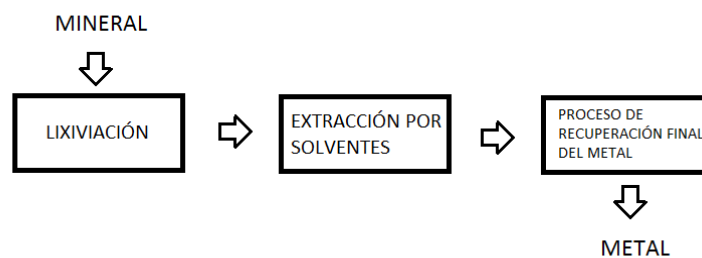
Se le llama Extracción por solventes (SX), al proceso físico-químico o químico de separación que tiene como objetivo la purificación y concentración de ciertas especies solubles que están contenidas en una fase líquida, las cuales se distribuyen preferencialmente y selectivamente luego de la aplicación de una fuerza mecánica que las ponga en contacto directo con una segunda fase también líquida, ambas fases deben ser completamente inmiscibles entre sí. Una de estas fases, la fase portadora de la sustancia de interés que está contenida está constituida principalmente por agua (fase acuosa) y la fase extractante es de naturaleza orgánica (fase orgánica).

Las especies metálicas contenidas y disueltas en la fase acuosa reaccionan con un reactivo orgánico para formar un complejo organometálico. De esta forma las especies metálicas abandonan la fase acuosa y pasan a formar parte de la fase orgánica. Esto se efectúa de acuerdo a diferentes mecanismos según el tipo de extractante.

El proceso de re-extracción, o descarga del reactivo orgánico, corresponde a la reacción química inversa. Es imperante y resulta una condición indispensable para la eficacia de este proceso, que las dos fases líquidas, fase acuosa y orgánica sean completamente inmiscibles entre sí, es decir, que en condiciones de quietud ambas fases se mantengan separadas.

Resulta fundamental entender que la extracción por solventes no constituye un sistema independiente, por lo que no puede analizarse aisladamente y debe mantenerse la adecuada compatibilidad con los procesos que le preceden, correspondiente a la Lixiviación y debe ser muy complementaria con el proceso de recuperación final del metal que le siguen. En este sentido se trata de un proceso importante y determinante, incluido en una sucesión de varios procesos unitarios en serie, que resultan indispensables para obtener finalmente el metal de interés desde un mineral. [1]

Esto puede apreciarse en la Figura 1-3 correspondiente a la cadena integrada de procesos unitarios en serie para la recuperación de un metal desde un mineral.



Fuente: Hidrometalurgia, Esteban Domic.

FIGURA 1-3: Cadena integrada de procesos unitarios en serie, para la recuperación de un metal desde un mineral.

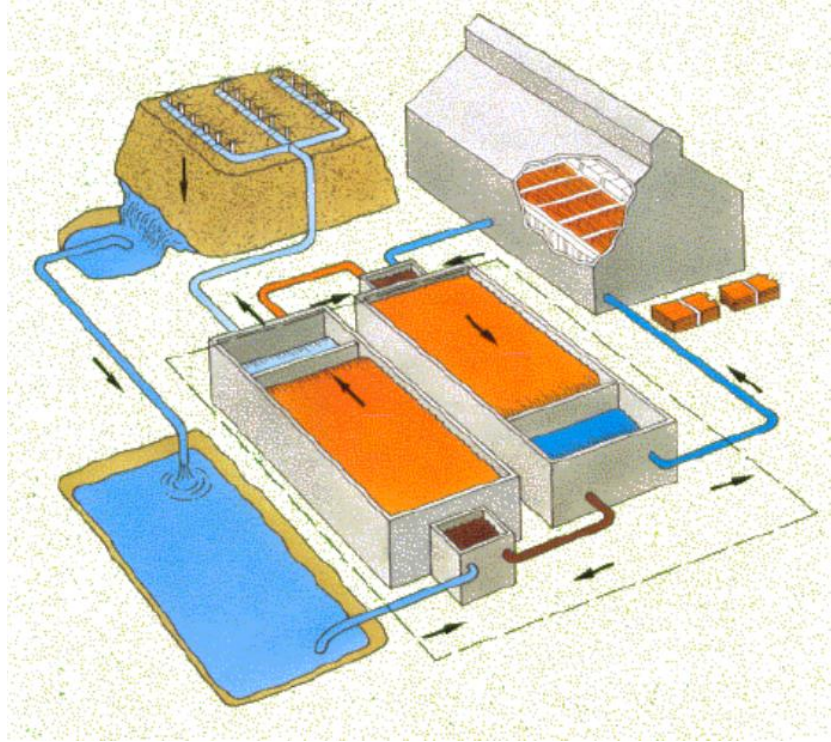
El proceso de extracción por solventes tiene como objetivos principales:

1. La separación y purificación de uno o más metales de interés, de las impurezas que los acompañan, sea extractando el o los metales deseados desde las soluciones, que quedan con las impurezas, o bien extractando las impurezas dejando en las soluciones el o los metales deseados.
2. La concentración de los metales disueltos con el objetivo de disminuir los volúmenes a procesar y así reducir los costos para el proceso siguiente.
3. La transferencia de los metales disueltos, desde una solución acuosa compleja a otra solución acuosa diferente, que simplifique el proceso siguiente. [1]

Industrialmente, la extracción por solventes se aplica a tres tipos de procesos.

1. La recuperación selectiva de un solo metal desde una solución de lixiviación, liberándolo de sus impurezas y concentrándolo para una recuperación más fácil, como es por ejemplo la SX de cobre, desde las soluciones de lixiviación diluidas e impuras para traspararlo a una solución de electrolito puro y concentrado, útil para realizar electrólisis.
2. La separación conjunta de varios metales desde una solución, por similitud de propiedades químicas, para su posterior separación diferencial como son los casos de SX conjunto de Cu/Ni/Co, o del V/U/Ti, entre otros.
3. La purificación de soluciones, en que se extraen las impurezas más dañinas para dejar limpia la solución de partida, como es el caso de la purificación de los descartes de electrolitos de refinería de cobre, al eliminar Fe, el As y otras impurezas, permitiendo devolver la solución limpia al circuito principal. [1]

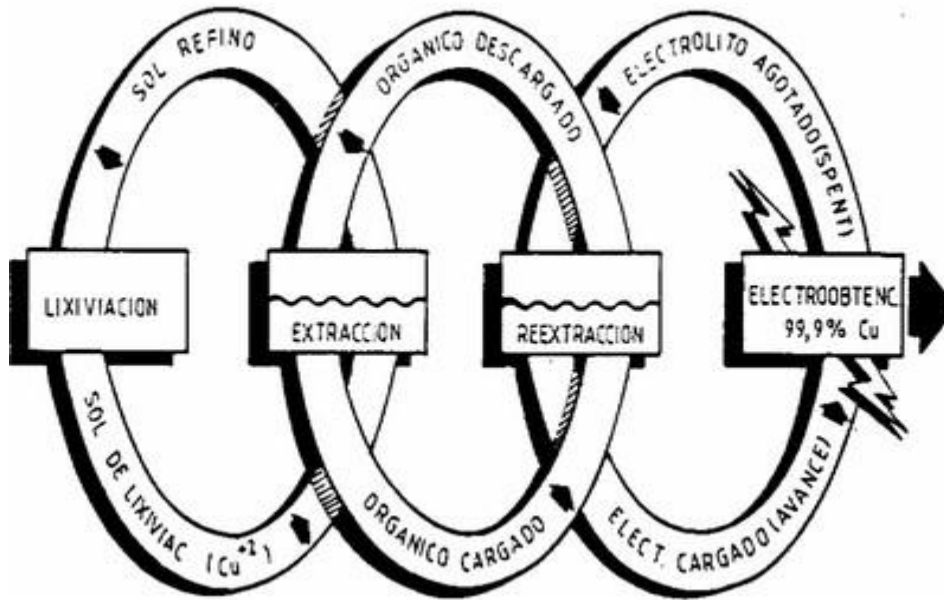
En la Figura 1-4 se aprecia una planta de procesamiento que cuenta con las tres etapas que conforman la hidrometalurgia: una pila de lixiviación que está asociada a estanques en donde se realiza la extracción por solventes, la cual está conectada a un galpón donde se obtienen los cátodos de alta pureza a través de la electro-obtención.



Fuente: Introducción a la Hidrometalurgia, Universidad de Atacama.

FIGURA 1-4: Planta de Extracción por Solventes.

El proceso de SX, consiste fundamentalmente de dos operaciones secuenciales, la de extracción propiamente tal, en que el reactivo extractante orgánico captura el o los metales desde la fase acuosa y la de descarga también llamada re-extracción del reactivo orgánico, en que se realiza el proceso inverso y se regenera la capacidad extractiva del reactivo orgánico. En la Figura 1-5 aparece la nomenclatura más corriente asociada a los flujos que participan. [1]



Fuente: MAHA <<http://www.maha.cl/extraccion-por-solventes.html>>

FIGURA 1-5: Partes esenciales del proceso de Extracción por Solventes y nomenclatura más corriente asociada a los flujos que participan.

1.4.1 CONCEPTOS IMPORTANTES A CONSIDERAR.

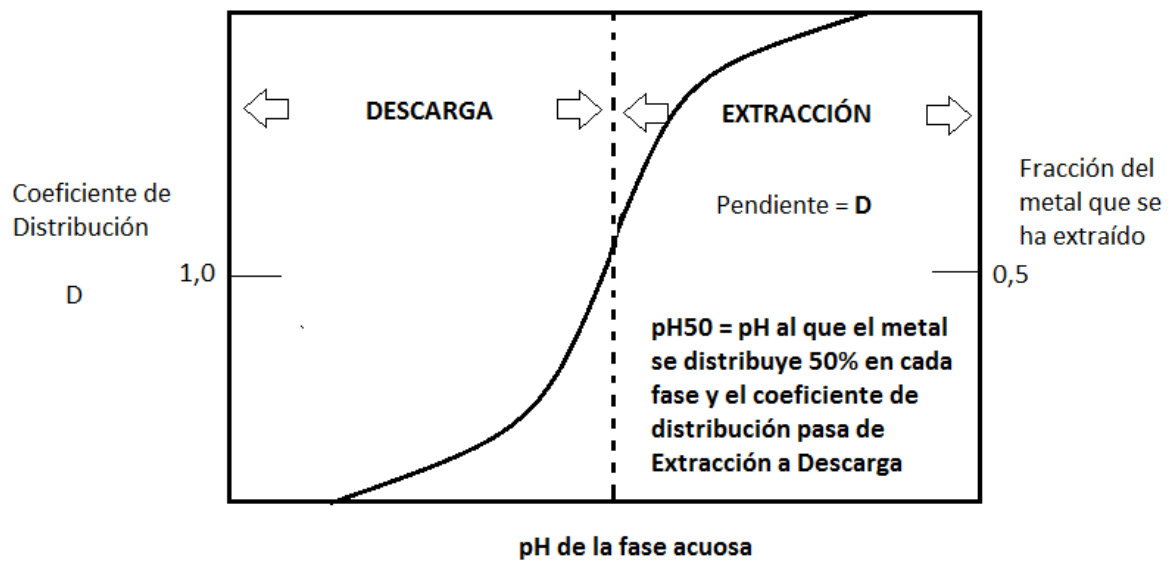
- La extracción de una sustancia específica suele medirse por la razón o coeficiente de distribución D , que corresponde a la relación entre las concentraciones en condiciones de equilibrio, de esa determinada sustancia en la fase orgánica, versus la misma concentración en la fase acuosa. Para condiciones fijas de temperatura y presión, en equilibrio, el potencial químico de un determinado constituyente es igual en ambas fases. [1]

$$D = \frac{\text{Concentración en la fase orgánica que se carga}}{\text{Concentración en la fase acuosa que se extrae}}$$

Para la operación inversa, de descarga, la relación anterior se invierte quedando siempre la fase receptora en el numerador y la fase portadora de la transferencia, en el denominador. De esta manera dado que ahora la fase receptora es la fase acuosa, la expresión para la descarga será:

$$D' = \frac{\text{Concentración en la fase acuosa receptora de descarga}}{\text{Concentración en la fase orgánica que se descarga}}$$

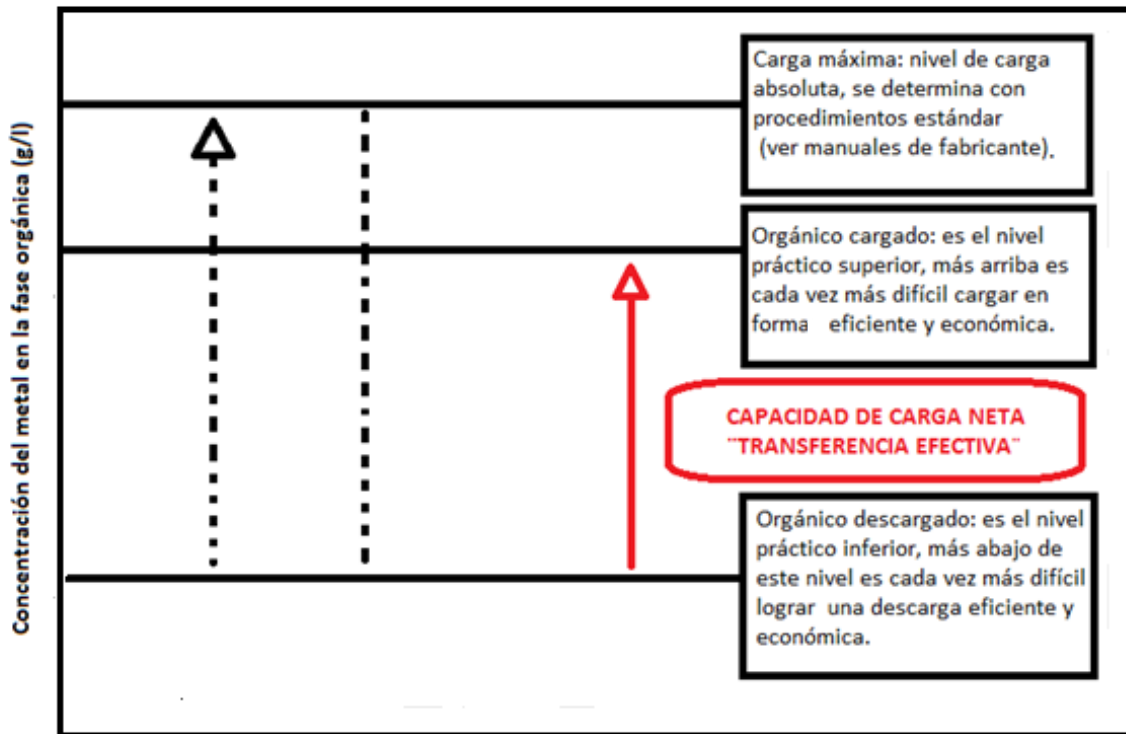
El pH está directamente relacionado con el coeficiente de distribución, esto se observa en la Figura 1-6.



Fuente: Hidrometalurgia, Esteban Domic

FIGURA 1-6: Efecto del pH sobre el coeficiente de distribución, D, y por ende sobre la fracción del metal que se ha extraído.

- Con respecto a la capacidad de carga de un reactivo, esta se refiere no solo al metal que es factible de ser cargado por el extractante en un tiempo razonable, sino más bien, a la transferencia neta que se logra al descontar el retorno que trae ese mismo extractante desde la descarga, en calidad de carga circulante. En la figura 1-7 se describe gráficamente la capacidad de carga operacional práctica, o transferencia efectiva de carga neta de un reactivo. [1]



Fuente: Hidrometalurgia, Esteban Domic.

FIGURA 1-7: Representación gráfica de la capacidad de carga operacional efectiva que es posible obtener en la práctica con un reactivo determinado.

Se debe tener presente que, después de obtener con facilidad cierto nivel de carga previo, empieza a resultar cada vez más difícil aproximarse al equilibrio químico. Esto es consecuencia de razones prácticas de equilibrio termodinámico. La energía extra empleada en este mayor esfuerzo, para intentar alcanzar una mayor eficiencia de la mezcla, producirá trastornos al momento de requerir que la mezcla se deshaga durante la separación de fases. Dicho con otras palabras, el esfuerzo es cada vez mayor para obtener un resultado incremental, cada vez más pequeño, por lo que es más recomendable optar por alcanzar un nivel de carga aceptablemente menor, obtenido con relativa facilidad, manteniendo a la vez la posibilidad de lograr una rápida separación de fases. [1]

Una elevada capacidad de carga puede lograrse con concentraciones mayores del reactivo dentro de la fase orgánica. Pero a su vez, esto también tiene un límite práctico, ya que suele traer consigo un considerable aumento de la viscosidad de esta fase,

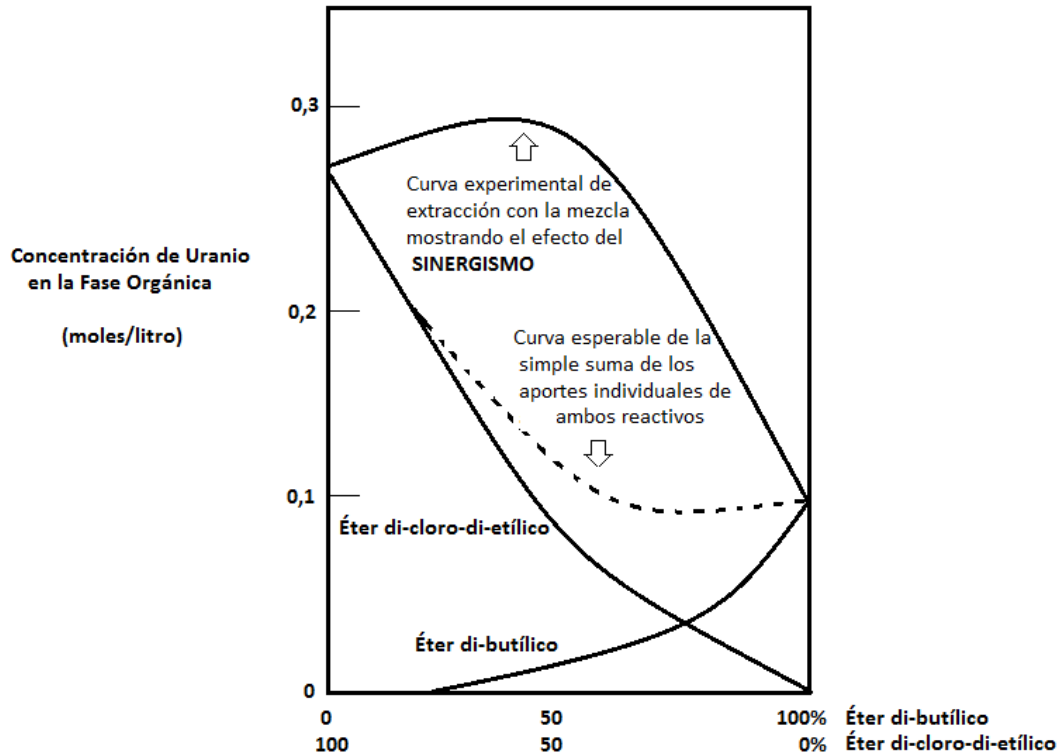
problema que habitualmente se agrava al realizar la extracción y empezar a incorporarse a ella el compuesto extraído. Este complejo por su parte, suele tener características físicas voluminosas, las que hacen que aumente aún más la viscosidad de la fase orgánica, lo que provoca mayores problemas de separación de fases.

Esta última, depende de la diferencia de densidad entre las fases, de la viscosidad de la fase continua y de la tensión inter fase. En algunos casos se puede llegar a alcanzar la precipitación de dicho complejo o la formación de una tercera fase, al tornarse este simplemente insoluble. Finalmente, es preciso señalar que la viscosidad es una variable muy sensible a las oscilaciones de temperatura aunque estas sean entre el día y la noche, por lo que se debe tratar de trabajar fuera de los rangos críticos en cuanto a viscosidad y/o a solubilidad.

Todo lo mencionado anteriormente hace que en la práctica industrial se prefiera trabajar en condiciones menos extremas, con mezclas razonablemente próximas al equilibrio, condiciones que suelen denominarse pseudo equilibrio y con concentraciones más bien diluidas del reactivo en la fase orgánica. En general, la extracción por solventes es un proceso bastante rápido a temperatura ambiente y el equilibrio se puede alcanzar con solo algunos minutos de mezclado. [1]

- La selectividad, por su parte, consiste en una relación entre las extracciones de dos compuestos en una situación de igualdad de condiciones, para la extracción. Se debe tener presente en primer lugar, que ningún reactivo es selectivo únicamente para un metal determinado en todas las condiciones, sino que pueden existir muchos reactivos selectivos para un solo metal, en ciertas condiciones. La selectividad se relaciona entonces con las condiciones de operación y el entorno físico químico de la alimentación. El desafío está en lograr ajustar las condiciones que presenta una solución de lixiviación propuesta, a las características de selectividad de los reactivos disponibles, para así lograr el óptimo buscado.
- La sinergia y su antónimo anti sinergia son los conceptos utilizados en relación al rendimiento de mezclas de reactivos. El primero de ellos hace mención al fenómeno observable al usar una mezcla de dos o más reactivos de extracción, cuyo comportamiento combinado supera las expectativas derivadas de un resultado de simple suma entre los comportamientos individuales. Al revés de este, se puede encontrar el fenómeno inverso de anti sinergia, y observar que se

obtiene un resultado inferior al esperado por la suma de los resultados individuales. Esto se observa en la figura 1-8. [1]



Fuente: Hidrometalurgia, Esteban Domic

FIGURA 1- 8: Curvas individuales de extracción para el Uranio con éter di-butílico y con éter di-cloro-di-etílico.

Ambos éteres se encuentran diluidos en benceno, de la mezcla de ambos, mostrando la “sinergia” del resultado experimental, versus el resultado esperado por simple suma, que se señala en línea de segmentos.

- La temperatura puede afectar de diversas maneras el proceso de SX actuando sobre:
 1. El equilibrio de la extracción,
 2. Las cinéticas de transferencia del metal,
 3. La solubilidad de las especies extraídas,

4. La separación de fases, y
5. Las pérdidas por atrapamiento y arrastre.

La velocidad de una reacción química cualquiera, se duplica por cada 10°C que se eleve la temperatura. Por lo que la eficiencia de los mezcladores, que determinan la cinética de la transferencia, normalmente crece con aumento de la temperatura.

Como se ha mencionado con anterioridad, la separación de fases es más rápida a altas temperaturas y los arrastres son más bajos. Por esta razón, las plantas de SX operan más reposadas y con menos problemas cuando la temperatura aumenta. Existen casos de plantas comerciales de SX, en que se calientan las soluciones ricas en el invierno, para ayudar la separación de fases, para disminuir los arrastres y/o mejorar la cinética de extracción. [1]

1.5 REACTIVO EXTRACTANTE ORGÁNICO.

La solución orgánica que recibe la especie metálica desde la solución acuosa, debe tener algunas características de interacción química, que provoquen que esto ocurra. El componente activo de la fase orgánica, que interactúa químicamente con el metal, es denominado extractante, sin embargo, es más común que se le llame simplemente como reactivo o solvente.

Efectivamente, para que un reactivo pueda ser económicamente aceptable en hidrometalurgia, debe contar con una buena mayoría de las siguientes características para ser considerado ideal:

- Extraer el o los metales deseados con la máxima selectividad posible, desde la solución que los contiene.
- Ser descargable hacia una solución desde donde pueda ocurrir, en forma sencilla la recuperación del metal.
- Ser de fácil regeneración en sus características físico-químicas, para una expedita recirculación a la etapa de extracción.
- Ser lo más inmisible posible en las soluciones acuosas que contienen el o los metales de interés.
- Ser estable a la condiciones del circuito de manera que pueda ser reciclado muchas veces. Para ello debe ser químicamente estable frente al ataque de ambientes ácidos o alcalinos.

- No ser inflamable, ni tóxico. No ser volátil, ni cancerígeno o contaminante;
- Ser soluble en diluyentes orgánicos económicos o ser capaz de funcionar el mismo además como diluyente.
- Cumplir con una capacidad de carga aceptable para lograr una transferencia neta eficaz del metal extraído.
- Cargar y descargar el metal con facilidad lo bastante rápido como para que los tiempos de mezclado resulten en equipos razonablemente económicos.
- Ser de fácil separación de la fase acuosa, es decir, que su inmiscibilidad sea efectiva y que la separación se logre eficientemente en tiempos razonablemente breves.
- No debe promover emulsiones estables.
- No debe transferir especies nocivas desde la descarga a la extracción y viceversa.
- Debe tener un costo económicamente aceptable.

El comportamiento de los reactivos en relación a los requerimientos impuestos anteriormente en el listado, difícilmente será de cumplimiento completo, menos absoluto. Ningún reactivo es el óptimo respecto a todas las propiedades de la lista anterior. Más bien, los reactivos comercialmente exitosos, cuentan con un adecuado equilibrio de la mayor parte de las propiedades enumeradas. Visto de esta manera, se puede tratar de alterar los procedimientos de la lixiviación, con el propósito de obtener una solución lixivante, para la cual el reactivo sea más eficaz. [1]

Existen cinco clases o tipos de reactivos orgánicos, que son utilizados como extractantes para metales o complejos metálicos, caracterizados por la estructura, el mecanismo de extracción y por la especie metálica extraída. Estos son los reactivos de tipo: quelante, ácido orgánico, sustitución ligante, extracción neutra o solvatante y con formación de par iónico.

1.6 DILUYENTE.

En un circuito de SX la fase orgánica, normalmente está conformada por uno, dos o tres componentes en distintas proporciones; así tenemos el extractante, diluyente y modificador.

El diluyente es utilizado con diversas finalidades, una de ellas es para reducir la viscosidad de la fase orgánica, permitiendo que fluya fácilmente, y también, para reducir la excesiva concentración de extractante orgánico activo, de esta manera, poder adecuar

la concentración de dicho extractante, con el contenido de metal de la solución de lixiviación. El diluyente es generalmente, el componente de la fase orgánica que está presente en mayor proporción dentro de ella. [1]

Un buen diluyente debiera cumplir con la mayoría de las siguientes características:

- Solubilizar al extractante y al complejo organometálico formado por la reacción del metal con el extractante,
- Ser insoluble en la fase acuosa,
- Tener baja viscosidad y una densidad adecuada para favorecer la separación de fases y reducir los arrastres de una fase en la otra,
- Tener una pureza adecuada y estar libre de componentes extraños, con el objeto de minimizar la formación de borras,
- Ser químicamente estable bajo todas las condiciones del circuito,
- Tener un alto punto de inflamación de 25°C o más, por encima de la temperatura más alta prevista para la operación del circuito,
- Tener bajas pérdidas por evaporación,
- No inferir perjudicialmente en la química de las reacciones de extracción y descarga del metal,
- Estar disponible con facilidad, en cantidad y a bajo costo. [1]

Un determinado sistema de SX puede requerir un tipo específico de diluyente y a su vez este puede no ser el más recomendable para otro sistema de SX diferente. Cada situación en particular debe investigarse sobre varios tipos de diluyentes, antes de determinar cuál es el más adecuado para sus propias condiciones de operación y localización de planta. Comúnmente el diluyente se comporta como un compuesto químicamente inerte, sin embargo existen ocasiones en que el diluyente también influye en el comportamiento del reactivo y puede ser un participante esencial en el éxito o fracaso operacional del proceso.

Los diluyentes para SX más usados a nivel industrial son o han sido: benceno, keroseno, hexano, cloroformo y tetracloruro de carbono. El benceno está obsoleto debido a sus características cancerígenas. Para el caso particular del proceso de SX para cobre y uranio los diluyentes más habituales para su uso comercial son los kerosenos obtenidos mediante destilación en un rango bastante estrecho. En general, se les exige tener un punto inicial de evaporación entre 200° y 220°C, un rango de destilación entre 240° y 260°C, un punto de inflamación mayor que 75°C, un contenido de compuestos aromáticos entre 0,5 y 25% y un muy bajo contenido de olefina.

Estas características singulares de diluyentes están disponibles en el mercado, procedentes de diversas refinerías. Los principales proveedores de kerosene para uso en SX han sido tradicionalmente:

- EXXON, con sus diversos productos de la línea Escaid 100, 110,103.
- Phillips Petroleum, con sus productos de la línea Orfom SX,
- MacGee, Kermac 470 y 470B,
- Shell, con su línea Shellsol,
- ENAP, con su producto Solmin.

Ocasionalmente se seleccionan diluyentes que tienen un contenido de aromático de 95% o mayor. Este tipo de diluyente tiende a ser más caro, por lo que su empleo está reservado para aquellas situaciones en donde algunas de sus propiedades son imperantes, y tan especiales que pueden ser más importantes que su valor.

1.7 MODIFICADORES.

Se consideran modificadores a cualquier producto orgánico que al ser añadido en la fase orgánica, tiene la facultad de alterar el comportamiento de un reactivo específico de SX. Ésta alteración del comportamiento puede ser de diversa naturaleza.

Existen modificadores que intervienen desplazando los equilibrios de extracción y descarga. Otros actúan sobre la separación de fases, facilitando la coalescencia y disminuyendo los arrastres. En otros casos su acción está dirigida al control de la generación de borras y/o terceras fases, favoreciendo la solubilidad del complejo organometálico en la fase orgánica cargada. Finalmente existen modificadores que estabilizan la molécula del reactivo, permitiendo su utilización indefinida al reducir su degradación.

En el proceso de SX para cobre, existen varios ejemplos de este comportamiento beneficioso de los modificadores. Así se han añadido al reactivo principal, la oxima, diversas sustancias como modificadores que pueden ser otra oxima o también alcoholes de cadena larga, fenoles hasta ésteres.

CAPÍTULO 2: PRIMEROS PROCEDIMIENTOS.

2. CAPÍTULO 2: PRIMEROS PROCEDIMIENTOS.

En este capítulo, se registran los primeros procedimientos de Extracción por Solventes realizados en el laboratorio de metalurgia. Se generó una fase acuosa a partir de Sulfato de Cobre Pentahidratado, Agua destilada y Ácido sulfúrico. Esta mezcla se conformó de tal manera para que tuviera una concentración de Cobre correspondiente a 5,4 g/L. Este valor corresponde a un aproximado a valores de concentración que suelen procesarse en plantas, sin embargo, este valor siempre estará sujeto al tipo de mineral que se procese y a la planta en específico. En la tabla 2-1 se observan los gramos de Cobre por litro que contiene el PLS de una planta chilena la cual realiza muestreos el primer día de cada mes.

TABLA 2-1: g/L de Cobre en PLS de planta chilena con identidad resguardada.

| Cu g/L | Fecha |
|--------|------------|
| 4,92 | 01-03-2016 |
| 4,08 | 01-04-2016 |
| 3,56 | 01-05-2016 |
| 3,16 | 01-06-2016 |
| 4,16 | 01-07-2016 |
| 4,3 | 01-08-2016 |
| 3,43 | 01-09-2016 |
| 3,03 | 01-11-2016 |
| 3,14 | 01-12-2016 |
| 2,42 | 01-01-2017 |
| 3,37 | 01-02-2017 |
| 3,19 | 01-03-2017 |
| 3,77 | 01-04-2017 |
| 5,28 | 01-05-2017 |
| 4,02 | 01-06-2017 |
| 3,49 | 01-07-2017 |
| 3,72 | 01-08-2017 |
| 2,45 | 01-09-2017 |

Fuente: Laboratorio Solvay.

En una primera oportunidad se evalúa la concentración de reactivo orgánico con la cual se obtengan mejores resultados de recuperación de cobre y a la vez determinar cuál es la proporción más favorable a utilizar respecto a la fase orgánica y fase acuosa.

Esto se llevó a cabo trabajando con una fase orgánica con concentración del 8% y por otra parte una fase orgánica con concentración de 25% de reactivo orgánico LIX-860-N.IC. Estas razones de concentración se determinaron en esos rangos debido a que concentraciones mayores de reactivo extractante vuelven a la fase orgánica viscosa debido a la alta densidad que este posee, para evitar esto y dado a que esta característica es indeseable en procesos de extracción por solventes ya que retarda la separación de fases y puede traer otras consecuencias es que se utiliza un reactivo diluyente que aporte fluidez a la misma, en este caso se utilizó parafina ORFOM. A la vez, las extracciones se ejecutaron con distintas proporciones de fase orgánica versus fase acuosa, lo que busca establecer si es favorable que alguna de las fases este en mayor cantidad o si es conveniente una igualdad volumétrica. Esto influye directamente en los costos y flujos de los procesos por lo que es indispensable su estudio. Para determinar lo anterior se evaluaron extracciones con las siguientes proporciones 3/1, 1/1 y 1/6 de fase orgánica y fase acuosa respectivamente.

2.1 PROCEDIMIENTOS DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTES LLEVADO A CABO EN LABORATORIO.

Elementos de protección personal utilizados:

- a) Delantal.
- b) Zapatos de seguridad.
- c) Lentes.
- d) Guantes de vinilo.

Instrumentos utilizados:

- a) Balanza.
- b) Agitador Magnético.
- c) Medidor de pH.

Materiales de laboratorio utilizados:

- a) Vidrio reloj.

- b) Espátula.
- c) Probetas.
- d) Barra magnética y sujetador.
- e) Vasos precipitados.
- f) Pipeta.
- g) Pro pipeta.
- h) Micropipeta.
- i) Soporte universal.
- j) Bureta y pinza de Bureta.
- k) Embudos de decantación.
- l) Tubo de ensayo.
- m) Papel para etiquetar.

Reactivos utilizados:

- a) Sulfato de cobre pentahidratado.
- b) Agua destilada.
- c) Ácido sulfúrico concentrado.
- d) Parafina ORFOM.
- e) Extractante orgánico LIX 860 N-IC.

2.2 PROCEDIMIENTO #1 Evaluación de la concentración de reactivo orgánico y proporción de fases más favorable para la extracción.

2.2.1 Preparación de fase orgánica y fase acuosa.

➤ Preparación fase orgánica:

Se prepararon dos fases orgánicas de 300 mL cada una con distintas concentraciones de extractante y diluyente.

Fase orgánica 1: 8% extractante y 92% diluyente.

Cálculo de dosificación extractante:

$$\frac{300 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{8\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{300 \text{ mL} \times 8\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 24 \text{ mL}$$

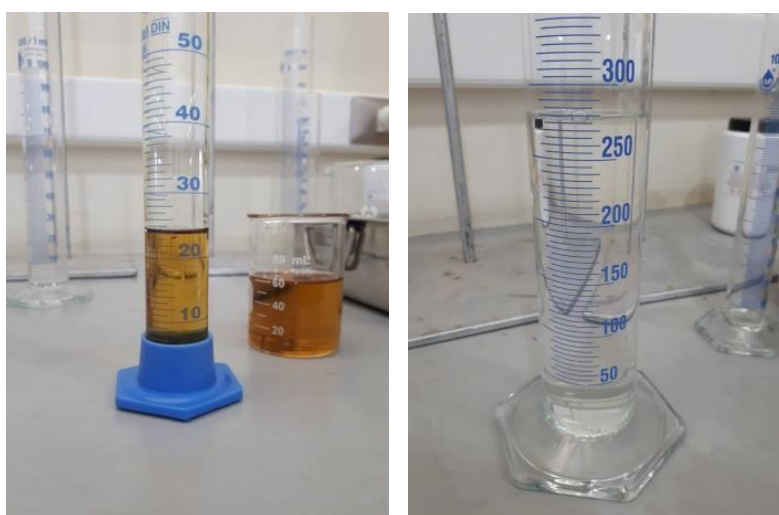
Cálculo de dosificación diluyente:

$$\frac{300 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{92\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{300 \text{ mL} \times 92\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 276 \text{ mL}$$

Para 300 mL de fase orgánica 1 correspondió 24 mL de LIX 860 N-IC y 276 mL de parafina Orfom, los cuales se aprecian en la figura 2-1.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-1: Dosificación reactivos de fase orgánica 1.

Fase orgánica 2: 25% extractante y 75% diluyente.

Cálculo de dosificación extractante:

$$\frac{300 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{25\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{300 \text{ mL} \times 25\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 75 \text{ mL}$$

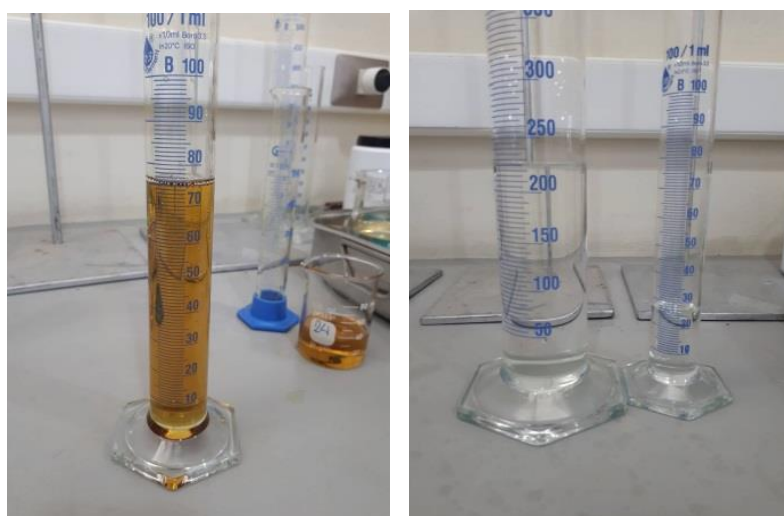
Cálculo de dosificación diluyente:

$$\frac{300 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{75\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{300 \text{ mL} \times 75\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 225 \text{ mL}$$

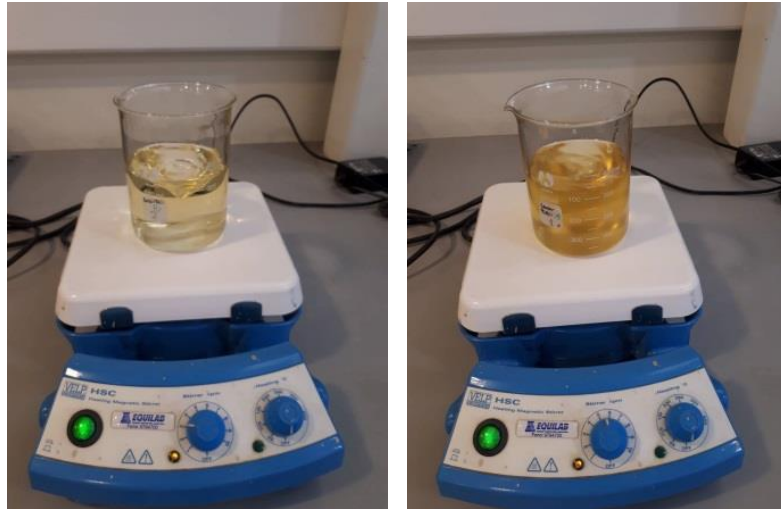
En este caso se utilizaron 75 mL de LIX 860 N-IC y 225 mL de parafina Orfom, como se observa en la figura 2-2.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-2: Dosificación reactivos de fase orgánica 2.

- Con ayuda del agitador magnético el extractante y diluyente contenidos en un vaso precipitado, se mezclaron adecuadamente como se observa en la figura 2-3. Este procedimiento se repitió con la fase orgánica 1 y 2.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-3: Agitación fases orgánicas sobre agitador magnético.

➤ Preparación fase acuosa.

Se preparó la solución acuosa a partir de sulfato de cobre pentahidratado, ácido sulfúrico y 500 mL de agua destilada.

Se estableció como base que la solución acuosa contuviera 5,4 g/L de Cu, se hicieron los cálculos correspondientes para determinar la cantidad de gramos de sulfato de cobre pentahidratado necesarios, para satisfacer el requerimiento de Cu para 500 mL de solución.

Transformación de mililitros a litros:

$$\frac{1 L}{1000 mL} = \frac{x L}{500 mL}$$

$$x L = \frac{1 L \times 500 mL}{1000 L}$$

$$x L = 0,5 L$$

Cálculo de cobre necesario para satisfacer 0,5 L:

$$\frac{1 L}{0,5 L} = \frac{5,4 g Cu}{x g Cu}$$

$$x g Cu = \frac{0,5 L \times 5,4 g Cu}{1 L}$$

$$x g Cu = 2,7 g Cu$$

Cálculo de porcentaje de Cobre contenido en el Sulfato de Cobre pentahidratado:

PMM Sulfato de Cobre pentahidratado: 249,68

PMM Cobre: 63,54

$$\frac{249,68}{63,54} = \frac{100\%}{x\%}$$

$$x\% = \frac{100\% \times 63,54}{249,68}$$

$$x\% = 25,44\%$$

Cálculo de Sulfato de cobre pentahidratado necesario para obtener 2,7 g de Cobre:

$$\frac{100 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O}{x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O} = \frac{25,4 \text{ g } Cu}{2,7 \text{ g } Cu}$$

$$x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O = \frac{100 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O \times 2,7 \text{ g } Cu}{25,4 \text{ g } Cu}$$

$$x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O = 10,6 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O$$

Este cálculo indico que para 500 mL de agua destilada eran necesarios 10,6 gramos de sulfato de cobre pentahidratado del cual 2,7 gramos correspondían netamente a cobre.

- Con ayuda de la balanza se masó el sulfato de cobre pentahidratado en un vidrio reloj como se contempla en la figura 2-4, también se utilizó una espátula que permitieron la precisión necesaria.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-4: Sulfato de cobre pentahidratado masado en balanza.

- Se midieron los 500 mL de agua destilada en una probeta lo que se aprecia en la figura 2-5 y se traspasaron a un vaso precipitado con mayor capacidad, ahí se agregó el sulfato de cobre. Para conseguir la total disolución del sulfato de cobre pentahidratado, en el agua destilada, se ubicó el vaso precipitado sobre el agitador magnético y se encendió durante unos minutos hasta lograr el cometido.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-5: Dosificación agua destilada.

- Ajuste de pH de la solución acuosa.

Con mucha precaución en un vaso precipitado de 40 mL, se introdujo un poco de ácido sulfúrico, aproximadamente 10 mL, se agregó un poco a la bureta y se embebió por dentro, para ambientarla. Luego se posicionó en el sujetador adjunto a un soporte universal.

Se ubicó la bureta cargada con ácido sulfúrico sobre el vaso precipitado que contenía la solución de agua destilada y sulfato de cobre pentahidratado, este se encontraba sentado sobre el agitador magnético en funcionamiento y se midió el pH, el medidor de pH indicó 4, por lo que debió ajustarse adicionando paulatinamente ácido sulfúrico hasta llegar a pH 2, que corresponde a la acidez que traen las soluciones provenientes de lixiviación.

- Se separó una muestra de 10 mL de esta solución acuosa como aparece en la figura 2-6 y se introdujo en un tubo de ensayo debidamente rotulado.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-6: Toma de muestra de solución acuosa.

2.2.2 Ejecución de la extracción por solventes con diferentes proporciones de fase acuosa y fase orgánica.

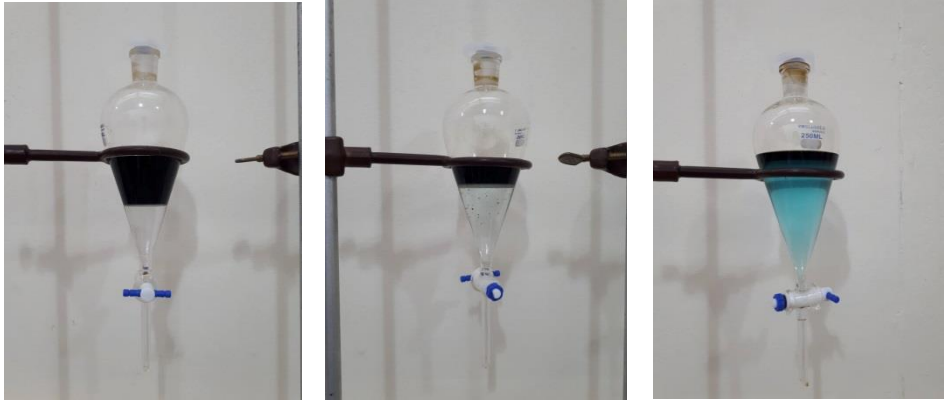
- Se realizaron tres pruebas de extracción por solventes con la fase orgánica 1 y tres pruebas de extracción por solventes con la fase orgánica 2. En cada prueba se utilizaron distintas proporciones de fase orgánica y fase acuosa de la siguiente forma como se indica en la tabla 2-2:

TABLA 2-2: Volúmenes de orgánico y acuoso utilizados en proporción 3/1, 1/1 y 1/6.

| Razón orgánico/acuoso | Volumen orgánico mL | Volumen acuoso MI |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| 3/1 | 75 | 25 |
| 1/1 | 50 | 50 |
| 1/6 | 20 | 120 |

Fuente: Disposición personal.

- Se agregó en embudos de decantación las cantidades de orgánico y acuoso correspondiente en cada ocasión como se indicó en la tabla 2-2.
- Se agitó vigorosamente cada embudo de decantación, por un tiempo de 5 minutos, manteniendo firme la sujeción de la tapa y procurando no pasar a llevar la llave de paso inferior.
- Transcurrido el tiempo establecido para la agitación, se dejó decantar las soluciones en un soporte universal hasta la separación total de las fases, se observa claramente la diferencia en los refinados en la figura 2-7.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-7: Fases acuosa y orgánica separadas completamente luego de la agitación.

2.2.3 Obtención de muestras de refino.

- Por el fondo del embudo, se retiró la fase acuosa en cada caso, almacenando la solución de refino resultante, en tubos de ensayos correctamente rotulados.
- Se enviaron las muestras obtenidas a análisis químico por cobre.

2.3 PROCEDIMIENTO #2 Evaluación de la temperatura como variable de control.

En esta oportunidad se realizaron dos extracciones con una fase orgánica con concentración 25% de extractante, en una de las extracciones se incrementó la temperatura de entrada de ambas fases, para evaluar como esta variable influye en el proceso. La proporción de fase orgánica y fase acuosa utilizada fue la que se muestra en la tabla 2-3.

TABLA 2-3: Volúmen de orgánico y acuoso utilizados en proporción 1/1.

| Razón orgánico/acuoso | Volumen orgánico mL | Volumen acuoso mL |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| 1/1 | 50 | 50 |

Fuente: Disposición personal.

2.3.1 Preparación de fase orgánica y fase acuosa.

- Se preparó 150 mL de acuoso, que debía contener la misma cantidad de cobre que en el procedimiento anterior, 5,4 gramos por litro de cobre, se debió hacer los cálculos necesarios para conocer los gramos de sulfato de cobre requeridos para esta necesidad.

Transformación de mililitros a litros:

$$\frac{1 L}{1000 mL} = \frac{x L}{150 mL}$$

$$x L = \frac{1 L \times 150 mL}{1000 L}$$

$$x L = 0,15 L$$

Cálculo de cobre necesario para satisfacer 0,15 L:

$$\frac{1 L}{0,15 L} = \frac{5,4 g Cu}{x g Cu}$$

$$x g Cu = \frac{0,15 L \times 5,4 g Cu}{1 L}$$

$$x g Cu = 0,81 g Cu$$

Se determinó que para 150 mL de solución acuosa eran necesarios 0,81 gramos de cobre. Por lo que se calcularon los gramos de sulfato de cobre requeridos.

Cálculo de porcentaje de Cobre contenido en el Sulfato de Cobre pentahidratado:

PMM Sulfato de Cobre pentahidratado: 249,68

PMM Cobre: 63,54

$$\frac{249,68}{63,54} = \frac{100 \%}{x \%}$$

$$x \% = \frac{100\% \times 63,54}{249,68}$$

$$x \% = 25,44$$

Cálculo de Sulfato de cobre pentahidratado necesario para obtener 0,81 g de Cobre:

$$\frac{100 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O}{x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O} = \frac{25,4 \text{ g } Cu}{0,81 \text{ g } Cu}$$

$$x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O = \frac{100 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O \times 0,81 \text{ g } Cu}{25,4 \text{ g } Cu}$$

$$x \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O = 3,18 \sim 3,2 \text{ g } CuSO_4 \times 5H_2O$$

Para 150 mL de solución acuosa, se necesitaron 3,18 gramos de sulfato de cobre pentahidratado que se redondearon a 3,2 gramos y que se aprecia en la figura 2-8.



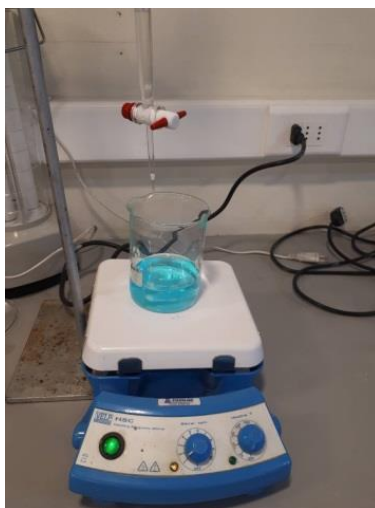
Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-8: Sulfato de cobre pentahidratado masado en la balanza.

- En una probeta se midieron 150 mL de agua destilada, que se traspasaron a un vaso precipitado de mayor capacidad.
- Se agregó el sulfato de cobre pentahidratado al agua destilada y se posiciono sobre el agitador magnético para lograr la total disolución de este último.

- Ajuste de pH de la solución acuosa

Sobre el vaso precipitado se ubicó una bureta cargada con ácido sulfúrico, ubicado sobre el agitador magnético en funcionamiento tal como aparece en la figura 2-9, y luego se midió el pH que debió ajustarse adicionando paulatinamente ácido sulfúrico hasta llegar a pH 2.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-9: Solución acuosa sentada sobre agitador magnético y sobre él, la bureta cargada con ácido sulfúrico.

- Se separó una muestra de 10 mL de esta solución acuosa que se introdujo en un tubo de ensayo rotulado.
- Preparación de orgánico. Se realizaron los cálculos correspondientes para la obtención de una fase orgánica de 150 mL con concentración del extractante a un 25%.

Cálculo de dosificación extractante:

$$\frac{150 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{25\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{150 \text{ mL} \times 25\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 37,5 \sim 38 \text{ ml}$$

Cálculo de dosificación de diluyente:

$$\frac{150 \text{ mL}}{x \text{ mL}} = \frac{100\%}{75\%}$$

$$x \text{ mL} = \frac{150 \text{ mL} \times 75\%}{100\%}$$

$$x \text{ mL} = 112,5 \sim 112 \text{ mL}$$

Los resultados arrojaron que para 150 mL de fase orgánica, eran necesarios 38 mL de extractante y 112 mL de diluyente.

Con ayuda de probetas se midieron los mL necesarios de extractante y diluyente como aparece en la figura 2-10.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-10: Dosificación de extractante y diluyente.

- Se mezcló la fase orgánica con ayuda del agitador magnético, como se aprecia en la figura 2-11.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-11: Fase orgánica sobre agitador magnético.

2.3.2 Preparación para la evaluación de la temperatura.

- Se envolvió un embudo de decantación con papel de aluminio, para evitar la pérdida de calor.
- Se agregó agua destilada al Ultrasonic cleaner, para la utilización de la función de baño maría. Se programó para 80°C como se observa en la figura 2-12.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-12: Ultrasonic Cleaner configurado en función baño maría a 80° C.

- Se ubicó la fase acuosa y fase orgánica dentro del Ultrasonic cleaner.
- Se tomó la temperatura paulatinamente a cada fase como se observa en la figura 2-13 con ayuda de la termocupla, hasta llegar a los 45°C.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-13: Medición de temperatura a fase orgánica con ayuda de Termocupla.

2.3.3 Ejecución de la extracción por solventes con proporción 1/1 de fase acuosa y fase orgánica.

- Se traspasaron ambas fases al embudo de decantación envuelto en papel aluminio y se procedió a la agitación durante 5 min.
- Transcurrido el tiempo de agitación se posicionó el embudo de decantación, en un soporte universal para permitir la separación de fases lo que se aprecia en la figura 2-14.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-14: Embudo de decantación envuelto en papel aluminio posicionado en soporte universal, luego de la agitación.

- Se tomó la temperatura de las fases acuosa y orgánica que estaban a temperatura ambiente. Esta medición arrojó que ambas fases estaban a 18°C como se observa en la figura 2-15.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-15: Medición de temperatura a fases a temperatura ambiente.

- Se ejecutó la extracción y se ubicaron ambos embudos de decantación uno al lado del otro tal como aparece en la figura 2-16.



Fuente: Fotografía propia tomada en laboratorio.

FIGURA 2-16: Fases acuosa y orgánica separadas luego de agitación.

2.3.4 Obtención de muestras de refino.

- Se tomaron muestras de ambas soluciones de refino, las cuales fueron enviadas a análisis químico por Cobre.

CAPÍTULO 3: PAUTA DE TRABAJO.

3. PAUTA DE TRABAJO

Se establece en este capítulo la estructura de la pauta de trabajo con los puntos que lleva y que queda a disposición para el uso de los alumnos que cursen el ramo Procesos Mineros Metalúrgicos tres al momento de abordar la actividad de Extracción por solventes en el laboratorio de metalurgia, la cual contempla cinco puntos fundamentales los cuales consisten en:

- 1) Antecedentes generales: en esta sección aparece un marco teórico breve, el cual introduce al alumno al tema a abordar en el laboratorio, de modo de adentrarlo a lo que será la actividad práctica a la cual se enfrenta.
- 2) Objetivo del laboratorio: se establece el objetivo general del laboratorio indicando claramente el que se hará, como se logrará y cuál es su finalidad.
- 3) Requerimientos: aquí se indica el equipo de protección personal, los instrumentos de laboratorio, los materiales y finalmente los reactivos necesarios para llevar a cabo la experiencia.
- 4) Procedimiento: se explica paso a paso la forma de realizar la experimentación indicando el modo de ejecutar cada punto.
- 5) Análisis de los resultados: se determinará la capacidad de análisis del alumno al momento de enfrentarse a los resultados del análisis de las muestras, con la cual el docente podrá generar la evaluación final del laboratorio.

3.1 PAUTA DE TRABAJO #1: EXTRACCIÓN POR SOLVENTES

3.1.1 Antecedentes generales.

En un procedimiento de Extracción por Solventes el sistema tiene tres componentes básicos, que son un soluto a extraer, un solvente acuoso y un extractante orgánico. Está basado en la reacción reversible de intercambio iónico, que tiene lugar entre dos fases inmiscibles, la fase orgánica que corresponde al reactivo extractante disuelto en un

diluyente orgánico, y la fase acuosa que corresponde a la solución rica proveniente del proceso de lixiviación, que contiene el metal de interés.

Se pone en contacto la solución de lixiviación o fase acuosa con el reactivo orgánico o fase orgánica, mezclándose fuertemente por agitación. El reactivo orgánico contiene una molécula extractante, que tiene una alta afinidad por el ion metálico, que se quiere recuperar. Este ion de interés es transferido desde la fase acuosa o solución de lixiviación a la orgánica, a través, de la interfase de los dos líquidos inmiscibles. La mezcla resultante por la agitación se deja decantar, para que se separe en dos capas o fases. La fase superior corresponde a la capa orgánica, que se mantiene allí debido a su menor peso específico. En esta fase orgánica, que se conoce como fase cargada o fase extracto, se encuentra retenido el ion metálico de interés, formando un complejo órgano metálico. Por su parte, la capa acuosa inferior, denominada fase acuosa o de refino, es una solución estéril respecto de iones metálicos, y tiene un peso específico mayor al de la fase orgánica.

Las dos etapas en que se puede subdividir el proceso, extracción y re extracción, pueden ser consideradas una como la inversa de la otra.

Etapas de extracción o carga del reactivo.

La solución impura proveniente de la lixiviación en fase acuosa, rica en iones de cobre y con una acidez baja, pH entre 1,5 y 2,0; se introduce en mezcladores, en los que se contacta con la fase orgánica de muy bajo contenido de cobre, llamado “orgánico descargado”. Como ambas fases son inmiscibles, para poder realizar la extracción y mezcla, es necesario aplicar una acción mecánica de elementos externos que proporcionan la energía necesaria para este propósito. Al mezclarse ambas fases, ocurre una transferencia de la especie metálica disuelta en la fase acuosa, la que se desplaza, asociándose químicamente con el reactivo extractante en la fase orgánica, hasta alcanzar el respectivo equilibrio químico. Así, se genera una fase orgánica cargada con la especie metálica de interés y una solución acuosa descargada o refino.

Etapas de reextracción o descarga del reactivo.

La etapa de reextracción del reactivo, consiste en la recuperación de la especie metálica desde la fase orgánica, con la regeneración simultánea de las capacidades extractivas de la fase orgánica, lo que le permite ser usada nuevamente en otra extracción. El orgánico

cargado se pone en contacto con electrolito pobre, proveniente del proceso de electro-obtención de alta acidez (150-200 g/L H₂SO₄). El cobre pasa de la fase orgánica a la fase acuosa, obteniéndose una fase orgánica descargada que se recicla a la etapa de extracción y un electrolito rico que avanza hacia la electro-obtención. El mecanismo que permite en esta etapa que se revierta el proceso de la etapa anterior, se debe al efecto del cambio de acidez en la fase acuosa, revertiendo la reacción y generando un electrolito de alta pureza y alta concentración de cobre.

3.1.2 Objetivo del laboratorio:

- Ejecutar la etapa de extracción por solvente a partir de una fase orgánica y una fase acuosa, mediante un extractante orgánico para la obtención de una solución acuosa de refino, que será enviada a análisis por cobre.

3.1.3 Requerimientos

Elementos de protección personal:

- Delantal.
- Zapatos de seguridad.
- Lentes.
- Guantes de vinilo.

Instrumentos utilizados:

- Balanza.
- Agitador Magnético.
- Medidor de pH.

Materiales de laboratorio:

- Vidrio reloj.
- Espátula.
- Probetas.
- Barra magnética y sujetador.
- Vasos precipitados.
- Pipeta.
- Pro pipeta.
- Micropipeta.
- Soporte universal.

- Bureta y pinza de Bureta.
- Embudos de decantación.
- Tubo de ensayo.
- Papel para etiquetar.

Reactivos:

- Sulfato de cobre pentahidratado.
- Agua destilada.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Parafina ORFOM.
- Extractante orgánico LIX 860 N-IC.

3.1.4 Procedimiento:

- i.** Preparar dos fases orgánicas de 300 mL con concentración 8% y 25% extractante respectivamente.
- ii.** Realizar los cálculos de dosificación del extractante y diluyente para la fase orgánica.
- iii.** Medir las cantidades requeridas de extractante y diluyente respectivamente.
- iv.** Mezclar extractante y diluyente sobre agitador magnético.
- v.** Preparar la fase acuosa de 500 mL con concentración 5,4 g/L de Cobre.
- vi.** Calcular la dosis de sulfato de cobre pentahidratado requerido.
- vii.** Masar sulfato de cobre pentahidratado.
- viii.** Medir 500 mL de agua destilada.
- ix.** Incorporar sulfato de cobre pentahidratado al agua destilada.
- x.** Ajustar pH de solución acuosa a 2.
- xi.** Ubicar sobre la solución acuosa una bureta cargada con ácido sulfúrico.
- xii.** Medir pH de solución acuosa.
- xiii.** Agregar pequeñas dosis de ácido sulfúrico hasta que la solución acuosa tenga pH igual a 2.
- xiv.** Tomar una muestra de solución acuosa y rotular.
- xv.** Realizar la extracción por solventes con las fases orgánicas 1 y 2 con las siguientes proporciones de reactivos que aparecen en la tabla 3-1:

TABLA 3-1: Volúmenes de orgánico y acuoso utilizados en proporción 3/1, 1/1 y 1/6.

| Razón orgánico/acuoso | Volumen orgánico mL | Volumen acuoso mL |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| 3/1 | 75 | 25 |
| 1/1 | 50 | 50 |
| 1/6 | 20 | 120 |

Fuente: Disposición personal.

- xvi.** En un embudo de decantación agregar fase acuosa y orgánica para realizar la extracción agitando fuertemente por un tiempo de cinco minutos.
- xvii.** Posicionar los embudos en un soporte universal luego de la agitación y esperar la total separación de fases.
- xviii.** Tomar una muestra de solución de refino por la parte inferior de cada embudo de decantación, esta debe introducirse en un tubo de ensayo correctamente rotulado con papel de etiquetar.
- xix.** Enviar a análisis químico por Cobre cada muestra obtenida.

3.1.5 Resultados de la lectura química por Cobre.

La fase acuosa utilizada y los refinados obtenidos en la experiencia del laboratorio, fueron enviados a la Facultad de Química de la Pontificia Universidad Católica de Valparaíso, para análisis de Cobre. Con los datos obtenidos es posible establecer a que concentraciones de extractante y en qué proporción de fase orgánica y fase acuosa se obtienen mejores resultados.

La muestra de la fase acuosa tuvo una concentración de: 4689 mg/L de Cu, las concentraciones de Cobre en los refinados con fase orgánica a distintas concentraciones de extractante aparecen en las tablas 3-2 y 3-3 que siguen a continuación.

TABLA 3-2: Resultados de muestras obtenidas con fase orgánica de concentración 8%.

| Concentración 8% | |
|------------------|-------------------|
| Orgánico-Acuoso | mg/L Cu en Refino |
| 3/1 | 29,8 |
| 1/1 | 461 |
| 1/6 | 3894 |

Fuente: Datos obtenidos desde la PUCV a partir de las muestras de refino enviadas para análisis.

TABLA 3-3: Resultados de muestras obtenidas con fase orgánica de concentración 25%.

| Concentración 25% | |
|-------------------|-------------------|
| Orgánico-Acuoso | mg/L Cu en Refino |
| 3/1 | 21,7 |
| 1/1 | 21,7 |
| 1/6 | 1955 |

Fuente: Datos obtenidos desde la PUCV a partir de las muestras de refino enviadas para análisis.

3.1.6 Cálculo de mg/L Cu que contiene el Orgánico Cargado.

Conociendo los mg/L de Cu que quedaron en el refino, podemos determinar los mg/L de Cu que efectivamente fueron transferidos a la fase orgánica. A través de la diferencia de Cobre contenido en la fase acuosa con respecto a la solución de refino, para la extracción con fase orgánica de concentración 8% y 25% respectivamente. El resultado indicará los mg/L de Cu contenidos en el orgánico cargado. Estas operaciones se observan en las tablas 3-4 y 3-5.

TABLA 3-4: Diferencia de mg/L de Cobre de la fase acuosa con respecto a la solución de refino para la extracción con fase orgánica con concentración 8%.

| Concentración 8% | | |
|------------------|--------------------|---------------------|
| Orgánico-Acuoso | Diferencia mg/L Cu | mg/L Cu Org Cargado |
| 3/1 | 4689 – 29,8 | 4659,2 |
| 1/1 | 4689 – 461 | 4228 |
| 1/6 | 4689- 3894 | 795 |

Fuente: Desarrollo de la resta de concentración en mg/L de Cu entre solución acuosa y refino.

TABLA 3-5: Diferencia de mg/L de Cobre de la fase acuosa con respecto a la solución de refino para la extracción con fase orgánica con concentración 25%.

| Concentración 25% | | |
|-------------------|--------------------|---------------------|
| Orgánico-Acuoso | Diferencia mg/L Cu | mg/L Cu Org Cargado |
| 3/1 | 4689 – 21,7 | 4667,3 |
| 1/1 | 4689 – 21,7 | 4667,3 |
| 1/6 | 4689- 1955 | 2734 |

Fuente: Desarrollo de la resta de concentración en mg/L de Cu entre solución acuosa y refino.

3.1.7 Cálculo de eficiencia.

Con los resultados de la resta anterior, es posible calcular la eficiencia de cada extracción conociendo los mg/L de Cobre contenidos en el orgánico cargado. Estos datos se observan en las tablas 3-6 y 3-7.

TABLA 3- 6: Eficiencia de la extracción, calculado a partir de los mg/L de Cu contenidos en el Orgánico cargado.

| Concentración 8% | | |
|------------------|---------------------|------------|
| Orgánico-Acuoso | mg/L Cu Org Cargado | Eficiencia |
| 3/1 | 4659,2 | 99,36% |
| 1/1 | 4228 | 90,17% |
| 1/6 | 795 | 0,02% |

Fuente: Desarrollo de la resta en concentración de mg/L Cu entre solución acuosa y refino.

TABLA 3- 7: Eficiencia de la extracción, calculado a partir de los mg/L de Cu contenidos en el Orgánico cargado.

| Concentración 25% | | |
|-------------------|---------------------|------------|
| Orgánico-Acuoso | mg/L Cu Org Cargado | Eficiencia |
| 3/1 | 4667,3 | 99,53% |
| 1/1 | 4667,3 | 99,53% |
| 1/6 | 2734 | 58,3% |

Fuente: Desarrollo de la resta en concentración de mg/L Cu entre solución acuosa y refino.

3.1.8 Análisis de los resultados.

En el primer caso correspondiente a la fase orgánica con concentración 8% de extractante, la mejor extracción se obtuvo con la proporción 3/1 en la cual se utilizaron 75 mL de fase orgánica versus 25 mL de fase acuosa. En esta ocasión la eficiencia fue de 99.36%, es bastante alta y favorable, considerando la baja concentración del extractante (8%). Sin embargo, debe considerarse que utilizar más cantidad de fase orgánica significará un aumento importante en los costos del proceso debido al alto costo de los reactivos. Además siendo la fase orgánica más viscosa y estando en mayor volumen facilitará un arrastre de fase acuosa, contaminando de impurezas la siguiente etapa. Es por esto que utilizar dicha concentración del reactivo extractante queda descartada por la necesidad de utilizar la fase orgánica en mayores volúmenes que la fase acuosa.

En el caso de la fase orgánica con un 25% de concentración del reactivo extractante, las extracciones con proporción 3/1 y 1/1 tuvieron mismos resultados en términos de eficiencia, siendo esta de un 99.53%. Debido a esta homogeneidad, el siguiente factor a considerar, al igual que en el caso anterior son los costos de los reactivos. De esta forma, la extracción con proporción 1/1 en la cual se utilizaron 50 mL de fase acuosa y 50 mL de fase orgánica sería la más conveniente, en términos de operatividad y costos.

3.2 PAUTA DE TRABAJO #2: EVALUACIÓN DE LA TEMPERATURA COMO FACTOR DETERMINANTE EN EXTRACCIÓN POR SOLVENTES

3.2.1 Antecedentes generales:

La temperatura aumenta la velocidad de cualquier reacción, dado que se incrementa la velocidad de desplazamiento de las moléculas, lo cual conduce a un mayor número de choques entre ellas, es decir, aumenta la energía cinética.

La temperatura puede afectar de diversas maneras el proceso de SX, actuando sobre: el equilibrio de la extracción, las cinéticas de transferencia del metal, la solubilidad de las especies extraídas, la separación de fases, y las pérdidas por atrapamiento y arrastre.

La velocidad de una reacción química cualquiera, se duplica por cada 10°C que se eleve la temperatura. Por lo que la eficiencia de los mezcladores, que determinan la cinética de la transferencia, normalmente crece con aumento de la temperatura.

3.2.2 Objetivo del laboratorio:

- Contrastar los resultados de dos muestras obtenidas con fases a distintas temperaturas, aumentando la temperatura de ambas fases en una de las extracciones, para determinar si la temperatura es un factor fundamental en la reacción.

3.2.3 Requerimientos

Elementos de protección personal:

- Delantal.
- Zapatos de seguridad.
- Lentes.

- Guantes de vinilo.

Instrumentos utilizados:

- Balanza.
- Agitador magnético.
- Medidor de pH.
- Ultrasonic cleaner.
- Termocupla.

Materiales de laboratorio:

- Vidrio reloj.
- Espátula.
- Probetas.
- Barra magnética y sujetador.
- Vasos precipitados.
- Pipeta.
- Pro pipeta.
- Micropipeta.
- Soporte universal.
- Bureta y pinza de Bureta.
- Embudos de decantación.
- Tubo de ensayo.
- Papel para etiquetar.

Reactivos:

- Sulfato de cobre pentahidratado.
- Agua destilada.
- Ácido sulfúrico concentrado.
- Parafina ORFOM.
- Extractante orgánico LIX 860 N-IC.

Extra:Papel de aluminio.

3.2.4 Procedimiento

- i. Preparar una fase orgánica de 150 mL con concentración 25% extractante.
- ii. Realizar los cálculos de dosificación del extractante y diluyente para la fase orgánica.
- iii. Medir la cantidad requerida de extractante y diluyente.
- iv. Mezclar extractante y diluyente sobre agitador magnético.
- v. Preparar una fase acuosa de 150 mL con concentración 5,4 g/L de Cobre.
- vi. Calcular la dosis de sulfato de cobre pentahidratado requerido.
- vii. Masar sulfato de cobre pentahidratado.
- viii. Medir 150 mL de agua destilada.
- ix. Incorporar sulfato de cobre pentahidratado al agua destilada.
- x. Ajustar pH de solución acuosa a 2.
- xi. Ubicar sobre la solución acuosa una bureta cargada con ácido sulfúrico.
- xii. Medir pH de solución acuosa.
- xiii. Agregar pequeñas dosis de ácido sulfúrico hasta que la solución acuosa tenga pH 2.
- xiv. Tomar una muestra de solución acuosa y rotular.
- xv. Envolver un embudo de decantación con papel aluminio.
- xvi. Vaciar agua destilada en Ultrasonic cleaner, hasta llenar $\frac{3}{4}$ de su capacidad.
- xvii. Encender Ultrasonic cleaner.
- xviii. Ajustar la temperatura de Ultrasonic cleaner a 80° C.
- xix. Realizar la extracción por solventes con la siguiente proporción como aparece en la tabla 3-8:

TABLA 3- 8: Volumen de orgánico y acuoso utilizados en proporción 1/1.

| Razón orgánico/acuoso | Volumen Orgánico mL | Volumen Acuoso mL |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| 1/1 | 50 | 50 |

Fuente: Disposición personal.

- xx. Ubicar ambas fases dentro del Ultrasonic cleaner cuidando de sujetar correctamente.
- xxi. Medir la temperatura de ambas fases hasta que alcancen los 45° C.

- xxii.** Ejecutar la extracción por solventes con las fases a 45° C en embudo de decantación envuelto en papel aluminio.
- xxiii.** Dejar las fases decantar en un soporte universal
- xxiv.** Medir la temperatura de fase acuosa y orgánica a temperatura ambiente.
- xxv.** Realizar la extracción por solventes con las fases a temperatura ambiente en la siguiente proporción tal como indica la tabla 3-9:

TABLA 3- 9: Volúmen de orgánico y acuoso utilizados en proporción 1/1.

| Razón orgánico/acuoso | Volumen Orgánico mL | Volumen Acuoso mL |
|-----------------------|---------------------|-------------------|
| 1/1 | 50 | 50 |

Fuente: Disposición personal.

- xxvi.** Agitar ambas fases en un embudo de decantación por cinco minutos.
- xxvii.** Al decantar las fases de las dos extracciones tomar muestra de refino y almacenar en tubo de ensayo correctamente rotulado.
- xxviii.** Enviar a análisis químico.

3.2.5 Resultados de la lectura química por Cobre.

La muestra de acuoso enviada a análisis por Cobre arrojó una concentración de Cobre de 5474 mg/L. Las concentraciones de Cobre de los diferentes refinados obtenidos con extracciones a distintas temperaturas aparecen en la tabla 3-1.

TABLA 3- 10: Resultados muestras obtenidas con fase orgánica de concentración 25% a temperatura 18° C y 45° C.

| Concentración 25% | |
|-------------------|-------------------|
| Temperatura | mg/L Cu en Refino |
| 18°C | 38,8 |
| 45°C | 40 |

Fuente: Datos obtenidos desde la PUCV a partir de las muestras de refino enviadas para análisis.

3.3.6 Cálculo de mg/L Cu que contiene el Orgánico Cargado.

Para conocer los mg/L de Cobre que extrajo la fase orgánica se desarrolló la resta entre las concentraciones de Cobre entre el acuoso y el refino, de la siguiente forma descrita en la tabla 3-11.

TABLA 3- 11: Diferencia de mg/L de Cobre de la fase acuosa con respecto a la solución de refino para la extracción con fase orgánica con concentración 25% a temperatura 18° C y a 25° C.

| Concentración 25% | | |
|-------------------|--------------------|---------------------|
| Temperatura | Diferencia mg/L Cu | mg/L Cu Org Cargado |
| 18°C | 5474 – 38,8 | 5435,2 |
| 45°C | 5474 – 40 | 5434 |

Fuente: Desarrollo de la resta de concentración en mg/L Cu entre solución acuosa y refino.

3.3.7 Cálculo de eficiencia.

Con esta diferencia se puede determinar la eficiencia de cada extracción conociendo los mg/L de Cobre contenidos en el orgánico cargado, como se observa en la tabla 3-12 que sigue a continuación.

TABLA 3- 12: Eficiencia de la extracción, calculado a partir de los mg/L de Cu contenidos en el Orgánico cargado.

| Concentración 25% | | |
|-------------------|---------------------|------------|
| Temperatura | mg/L Cu Org Cargado | Eficiencia |
| 18°C | 5435,2 | 99,29% |
| 45°C | 5434 | 99,26% |

Fuente: Desarrollo de la resta en concentración de mg/L Cu entre solución acuosa y refino.

3.3.8 Análisis de los resultados.

Al interpretar los valores de eficiencia de ambas extracciones, realizadas a distintas temperaturas, se aprecia una enorme similitud en los valores porcentuales de cada extracción. Con estos resultados es posible establecer que las temperaturas utilizadas no permitieron observar un cambio importante en el comportamiento del reactivo.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

A partir de los resultados obtenidos desde los ensayos efectuados en el laboratorio de metalurgia, se concluye lo siguiente: en primer lugar con respecto al procedimiento #1 el cual evaluaba la concentración del reactivo extractante en la fase orgánica, se obtiene claramente una mejor extracción cuando la fase orgánica posee una concentración del 25%, consiguiendo un rendimiento del 99,5% en la proporción 3/1 y 1/1, como se obtienen mismas extracciones con distintas proporciones de fases, será recomendable siempre la opción en la que se puedan ahorrar costos en reactivos, en este caso la proporción idónea para realizar la extracción sería de 1/1. Este rendimiento disminuye a un 58% cuando la proporción fase orgánica y fase acuosa es de 1/6, lo cual es claramente entendible debido a que la cantidad de orgánico es considerablemente menor con respecto a la fase acuosa, por lo que la capacidad de carga del reactivo orgánico es muy inferior.

En consideración del procedimiento #2 los resultados obtenidos a partir de las extracciones en las que en una primera instancia fase orgánica y fase acuosa, fue sometida a un incremento de la temperatura versus fases que se encontraban a temperatura ambiente, no se logra apreciar considerablemente una mejor extracción atribuible al aumento de la temperatura. Por el contrario, aunque muy levemente se obtuvo una mejor extracción con las fases que estaban a temperatura ambiente, que al momento de la medición indicaron estar a una temperatura de 18°C. Debido a esto se recomienda la evaluación de la extracción con temperaturas con valores mucho más extremos, por ejemplo disminuir la temperatura inferior, utilizando algún tipo de refrigerante y por otro lado aumentar aún más la temperatura de estudio.

Finalmente con respecto al Objetivo General de este trabajo de título, quedan los procedimientos ejecutados y descritos en este trabajo a libre disposición de los docentes y estudiantes de la carrera para ser utilizados y eventualmente mejorados en el curso del ramo Procesos Mineros Metalúrgicos 3. Esto se consiguió a través de los capítulos que fueron planteados, en los cuales en una primera instancia se mencionan los fundamentos teóricos respecto a la hidrometalurgia y en profundidad sobre la extracción por solventes, continuando con los procedimientos que se efectuaron en el laboratorio de metalurgia y que dieron paso a la redacción de lo que será la pauta de trabajo que estará disponible para ser utilizada en futuras generaciones de estudiantes.

BIBLIOGRAFÍA

DOMINIC Esteban M: "Hidrometalurgia". Primera edición, Santiago-Chile. 2001.

Elin Löfström-Engdahl, Emma Aneheim, Christian Ekberg, Mark Foreman, Gunnar Skarnemark. Diluent effects in solvent extraction. [en línea]. <<http://www.acsept.org/AIWOProc/AIWO1-PR15-Lofstrom.pdf>>. [consulta: 24 octubre 2017].

EijaSaari, PaavoPera`ma`ki, Jorma Jalonen. A comparative study of solvent extraction of total petroleum hydrocarbons in soil. [en línea]. <<https://link.springer.com/article/10.1007/s00604-006-0718-3>>. [consulta: 27 octubre 2017].

Jan Rydberg. Solvent Extractions Studies by the AKUFVE Method. [en línea]. <http://www.actachemscand.dk/pdf/acta_vol_23_p0647-0659.pdf>. [consulta: 27 octubre 2017].

ANEXOS.

ANEXO A: INFORME ENSAYO EXTERNO, PUCV.

PONTIFICIA UNIVERSIDAD
CATOLICA
DE VALPARAISO

E002/17

Informe de ensayo-Externos

Nombre solicitante : Alvaro Aracena
 Profesor Encargado : Alvaro Aracena Fecha ingreso muestras : 20-07-2017
 Empresa : UTFSM Fecha inicio análisis : 25-07-2017
 Tipo de muestra : Líquidas ácidas Fecha término análisis : 25-07-2017

| Nº muestra | Identificación muestra | mg/LCu |
|------------|------------------------|--------|
| E-5 | Acuso1 | 4689 |
| E-6 | Acuso2 | 5474 |
| E-7 | 025% 18°C | 38,8 |
| E-8 | 025% 45°C | 40,0 |
| E-9 | 8% 1/1 | 461 |
| E-10 | 25% 1/1 | 21,7 |
| E-11 | 8% 1/6 | 3894 |
| E-12 | 25% 1/6 | 1955 |
| E-13 | 8% 3/1 | 29,8 |
| E-14 | 25% 3/1 | 21,7 |

Observaciones

Realizado por:

Fabiola Sepúlveda Silva

