

## **IV. Tostación volátil de $\text{Sb}_2\text{S}_3$ durante su tostación volátil a $\text{Sb}_2\text{O}_3$ en horno de resistencia eléctrica y horno de microondas**

La tostación volátil del Sulfuro de Antimonio se presenta debido a que la temperatura de volatilización va desde los 296 °C hasta los 546 °C (ó más) dependiendo de las características del mineral sin que las impurezas del mineral lleguen a volatilizar. Las impurezas que llegan a presentarse en los productos son arrastrados por los gases de  $\text{SO}_2$  o  $\text{Sb}_2\text{O}_3$ , según sea el caso.

### **IV.I Objetivo de la experimentación**

Determinar los parámetros de la tostación de mineral Estibinita para lograr la mejor volatilización de Trióxido de Antimonio, sin la necesidad de agregar materiales que puedan contaminar el Trióxido de Antimonio, como el carbón vegetal.

**Los parámetros de proceso, para el horno rotatorio son:**

1. Velocidad de rotación del horno.
2. Tamaño de grano de alimentación.
3. Temperatura del horno rotatorio.
4. Tiempo de residencia del mineral en el horno.

**Para el horno de microondas.**

1. Tamaño de grano de alimentación.
2. Tiempo de residencia del mineral en el horno.

## IV.II Descripción de la empresa CEMEOSA

El mineral en estudio consiste de Estibinita de la planta de tostación de Sulfuro de Antimonio (III) de la empresa CENTRO METALURGICO DE OAXACA S. A. ubicada en Santo Domingo Tonalá, Oaxaca, cuyo análisis químico se presenta en la tabla XIX.

Tabla XIX. Análisis químico del mineral Estibinita.

Ensayes	
Ag g/t	4
<b>Sb %</b>	<b>17.982</b>
Zn %	0.07
Cu %	0.004
Fe %	0.57
As %	0.02
Pb %	0.004
Bi %	0.003

La planta de tostación cuenta con el siguiente equipo:

- 1 Quemador que funciona con diesel y electricidad (Imagen 2).
- 1 Horno rotatorio de 3 m de largo y 1.5 m de diámetro (Imagen 3).
- 3 Ductos de enfriamiento de 7.5 m de alto c/u y de 10" de diámetro aproximadamente (Imágenes 4 y 5).
- 1 Casa de sacos (Imagen 4).
- 1 Extractor ubicado en la casa de sacos (Imagen 4).



Imagen 2. Quemador



Imagen 3. Horno rotatorio



Imagen 4. Ductos de enfriamiento, casa de sacos y extractor.



Imagen 5. Instalaciones de la planta de beneficio.



Imagen 6. Muestra la tritución manual del mineral Estibinita.



Imagen 7. Producto de Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> embazado para su venta.

La información de la planta de beneficio fue proporcionada por los trabajadores y por el Ing. Alfredo Gómez, debido a que la planta está sin operar desde hace un par de años y no pudieron ser tomados directamente de la planta de tostación, pero se le da mantenimiento.

Como no se cuenta con medidor de temperatura, ésta se estima en alrededor de 600°C de acuerdo al color de la radiación de la flama del quemador.

No se cuenta con equipo que pueda medir la pureza del producto, por lo que no se tiene control en la calidad.

En la operación se adiciona carbón vegetal para evitar que se forme Tetraóxido y Pentaóxido de Antimonio, ya que éstos no son volátiles y se quedan en la escoria.

La alimentación para cada ciclo de tostación consiste de:

400 kg de mineral

20 kg de carbón vegetal

El mineral se alimenta a un tamaño de -1"

25 l/h de diesel

El procedimiento seguido para un ciclo de producción es:

1. Se pesan 400 kg de mineral y 20 kg de carbón vegetal.
2. Se mezclan el mineral y el carbón.
3. Se inicia la rotación del horno con velocidad de 1 rpm.

4. Inicia el calentamiento del horno, por uno de sus extremos, con el quemador con un consumo de 25 l/h de diesel. Se provoca una ligera inclinación de la flama hacia una de las paredes, hasta que se visualice de color rojo en el interior, en un tiempo aproximado de 20 a 30 minutos.
5. Se alimenta el horno con la mezcla, por el mismo extremo donde se calienta.
6. Se espera a que, por el extremo opuesto al de calentamiento, empiece a salir humo blanco (Trióxido de Antimonio) a un tiempo aproximado de 20 a 30 minutos, y cuando sale se cierra el circuito de salida con el sistema de enfriamiento y se arranca el extractor de la casa de sacos.
7. Se espera a que deje de salir humo blanco (Trióxido de Antimonio), en un tiempo aproximado de 4 a 5 horas (a partir de que empieza a salir) y se apaga el quemador y el extractor.
8. Se extrae la escoria del horno.
9. Se sacuden los filtros de la casa de sacos y se recolecta el producto.
10. Se pesa el producto y se envasa en costales de 25 kg c/u (Imagen 7).

Producto:

Se obtienen de 50 a 80 kg de Trióxido de Antimonio por cada ciclo.

La pureza es variable al no tener los parámetros de la tostación estables.

### IV.III Proceso de la experimentación con horno de resistencia eléctrica.

Las pruebas se realizaron en el Laboratorio de Metalurgia del Departamento de Ingeniería de Minas y Metalurgia de la Facultad de Ingeniería de la UNAM (Imagen 8), se realizaron en un horno rotatorio de resistencia eléctrica de Silimanita, y extremos de acero inoxidable, con dimensiones de 50 cm de largo y 15 cm de diámetro (Imagen 9), la temperatura se midió con un termopar de cromo-alúmina (Imagen 10) y un controlador de temperatura “EMCO ESM-4450 Process controller” (Imagen 11). Se siguieron los siguientes 6 pasos:



Imagen 8. Laboratorio de Metalurgia, Fac. de Ingeniería, UNAM.

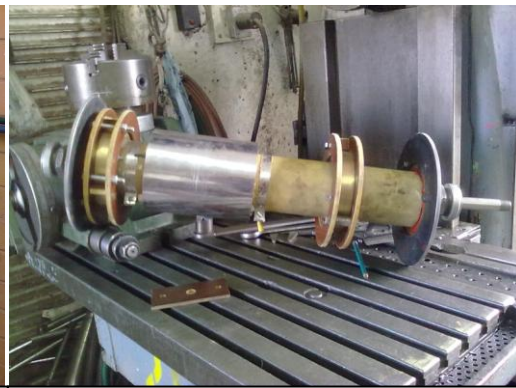


Imagen 9. Horno de resistencia eléctrica.



Imagen 10. Termopar de cromo-alúmina.

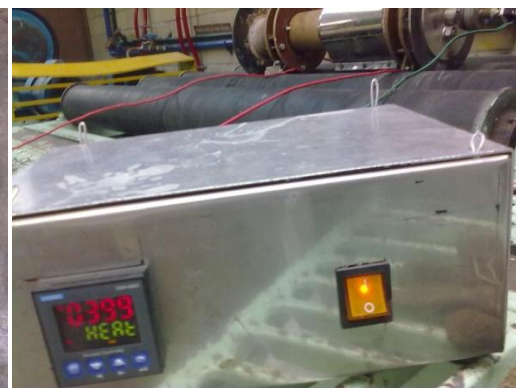


Imagen 11. Controlador de temperatura “EMCO ESM-4450 Process controller” [12]

Paso 1. Se realizó un análisis granulométrico del mineral Estibinita proporcionado por la empresa CEMEOSA, con los siguientes resultados (Tabla XX) (Imágenes 12 y 13).

Tabla XX. Análisis granulométrico del mineral Estibinita en estudio.

Tamaño de partícula	Masa g
-50#	200
50# a 16#	200
16# a 8#	190
8# a 4#	460
4# a 1/4"	390
1/4" a 1/2"	1500
1/2" a 3/4"	3100
+3/4"	3190
<i>MUESTRA Gral.</i>	10630



Imagen 12. Muestreo y cuarteo del mineral en el Laboratorio de Metalurgia de la Facultad de Ingeniería

Imagen 13. Clasificación del mineral por tamaño.

Paso 2. Se tomó una muestra de cada tamaño de partícula y se envió a analizar químicamente por Sb, As, Cu, Fe, Bi, Ag, Sn y Pb, con los siguientes resultados (Tabla XXI).

Tabla XXI. Análisis químico por tamaño de partícula del mineral en estudio (Mallas Taylor).

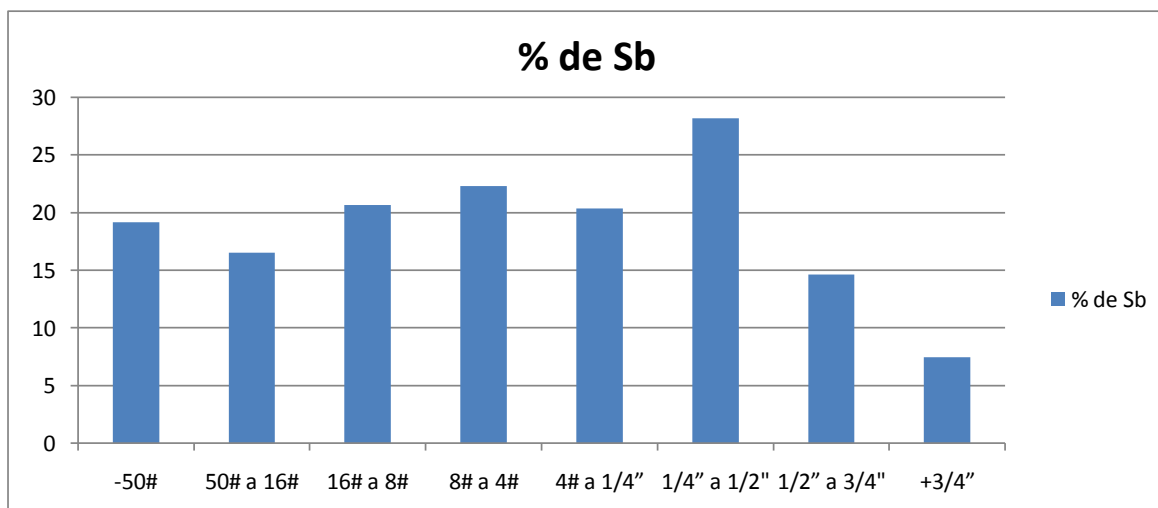
No.	Tamaño de la muestra	g/t	ENSAYES %						
		Ag	Pb	Zn	Cu	Fe	As	Sb	Bi
1	-50#	7	0.005	0.01	0.004	0.73	0.002	19.177	0.003
2	50# a 16#	2	0.002	0.00	0.005	0.43	0.002	16.531	0.002
3	16# a 8#	2	0.001	0.02	0.003	0.36	0.004	20.664	0.001
4	8# a 4#	1	0.002	0.02	0.004	0.46	0.012	22.288	0.001
5	4# a 1/4"	3	0.004	0.00	0.005	0.36	0.001	20.378	0.002
6	1/4" a 1/2"	2	0.002	0.01	0.006	0.74	0.031	28.205	0.002
7	1/2" a 3/4"	3	0.012	0.00	0.006	0.29	0.061	14.65	0.003
8	+3/4"	6	0.003	0.00	0.005	0.35	0.009	7.433	0.001
9	MUESTRA Gral.	4	0.004	0.07	0.004	0.57	0.020	17.982	0.003

Paso 3. Se realizó el cálculo de contenido en peso, de los elementos mencionados en el paso 2, relativos al análisis granulométrico, con los siguientes resultados (Tabla XXII):



Tabla XXII. Análisis de contenido en peso del mineral en estudio (Mallas Taylor).

No.	Tamaño de la muestra	Masa g	Contenido en masa g							
			Ag	Pb	Zn	Cu	Fe	As	Sb	Bi
1	-50#	200	0.0014	0.010	0.020	0.008	1.46	0.004	38.354	0.006
2	50# a 16#	200	0.0004	0.004	0.000	0.010	0.86	0.004	33.062	0.004
3	16# a 8#	190	0.0003	0.002	0.038	0.006	0.684	0.008	39.261	0.002
4	8# a 4#	460	0.0004	0.009	0.092	0.018	2.116	0.055	102.52	0.005
5	4# a 1/4"	390	0.0011	0.016	0.000	0.020	1.404	0.004	79.474	0.008
6	1/4" a 1/2"	1500	0.003	0.030	0.150	0.090	11.1	0.465	423.07	0.030
7	1/2" a 3/4"	3100	0.0093	0.372	0.000	0.186	8.99	1.891	454.15	0.093
8	+3/4"	3190	0.0191	0.096	0.000	0.160	11.165	0.287	237.11	0.032
9	Gral.	250	0.001	0.010	0.175	0.010	1.425	0.050	44.955	0.008



Gráfica 2. Porcentajes de Sb por tamaño de partícula (mallas Taylor)

Paso 4. Con los resultados anteriores se determinó conformar un compuesto con los tamaños de partícula de mayor porcentaje de Sb, siendo los correspondientes a las muestras número 3, 4, 5 y 6 con un intervalo de tamaño de +16# a -1/2". Como se muestra enseguida (Tablas XXIII y XXIV).

Tabla XXIII. Muestras que componen el compuesto.

No.	Tamaño de la muestra	Masa g	g/t	Ensayes %					%	%	%
			Ag	Pb	Zn	Cu	Fe	As	Sb	Bi	
3	16# a 8#	190	2	0.001	0.02	0.003	0.36	0.004	20.664	0.001	
4	8# a 4#	460	1	0.002	0.02	0.004	0.46	0.012	22.288	0.001	
5	4# a 1/4"	390	3	0.004	0.00	0.005	0.36	0.001	20.378	0.002	
6	1/4" a 1/2"	1500	2	0.002	0.01	0.006	0.74	0.031	28.205	0.002	
Prom.		Total = 2540	2	0.002	0.0125	0.004	0.48	0.012	22.883	0.0015	

Tabla XXIV. Masa de los tamaños de partícula que integran el compuesto.

Núm. de muestra	Masa de la muestra g	% en masa del compuesto	Cont. de Sb en g.	Cont. de Sb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> en g.	Cont. de Sb <sub>2</sub> S <sub>3</sub> en %
3	190	7.5%	39.261	54.77	28.83
4	460	18.1%	102.52	143.02	31.09
5	390	15.3%	79.474	110.87	28.43
6	1500	59.1%	423.07	590.20	39.35
Total	2540	100%	644.325	898.86	35.39

Por lo tanto el mineral alimentado tiene las siguientes características: tamaño de +16# a -1/2", 25.37% de Sb en peso, y como Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub> el 35.39% en peso.

Paso 5. Se pesaron 6 muestras del compuesto de 100 gramos cada una para posteriormente ser introducidas al horno de resistencia eléctrica, bajo los siguientes parámetros (Tabla XXV):

Tabla XXV. Parámetros de las pruebas de tostación en horno de resistencia eléctrica.

<b>Núm.</b>	<b>Alimentación (g)</b>	<b>Temp. (°C)</b>	<b>Tiempo (h)</b>	<b>rpm</b>
1	102.91	400	1	1
2	99.92	400	2	1
3	99.83	300	2	1
4	99.98	300	1	1
5	100.11	350	2	1
6	100.08	400	2	2

Paso 6. Se procedió a realizar las pruebas de tostación, con los parámetros mencionados anteriormente (Imagen 14), debido a la dificultad para recuperar el producto que volatilizó se optó por medir el peso del residuo y por diferencia determinar que % y peso volatilizó (Imagen 15), en cuanto a la temperatura se procuró mantenerla lo más cercana a la deseada, obteniendo los siguientes resultados (Tabla XXVI).

Tabla XXVI. Parámetros y resultados de las pruebas en horno de resistencia eléctrica.

Núm.	Alimentación (g)	Residuo (g)	Intervalo de Temp. (°C)	Tiempo (h)	Rotación del horno (rpm)	Observaciones
1	102.9066	88.8083	400-408	1	1	Sin inconvenientes
2	99.9181	78.1055	400-407	2	1	Se tiñó rojo ladrillo la tapa de salida y de amarillo la de entrada (Imagen 16 y 17)
3	99.8280	94.5400	297-305	2	1	Pausa de 2 hrs por falta de electricidad.
4	99.9781	97.2938	297-304	1	1	Sin inconvenientes
5	100.1108	89.7933	346-353	2	1	2 caídas de temp. a 300°C de 5 min. c/u al inicio y al final
6	100.0833	85.9104	400-405	2	2	Caída de temp. a 350°C durante 15 min.

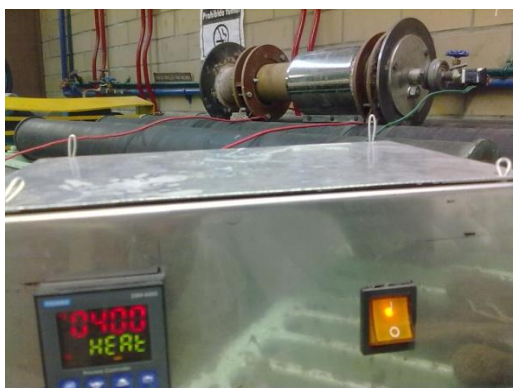


Imagen 14. Horno rotatorio de resistencia eléctrica a 400 °C.



Imagen 15. Salida de Trióxido de Antimonio por un extremo sin el conducto de salida.



Imagen 16. Tapa del horno del extremo de salida del Trióxido de Antimonio.



Imagen 17. Tapa del horno del extremo de alimentación del mineral.

#### **IV.IV Proceso de la experimentación con horno de microondas.**

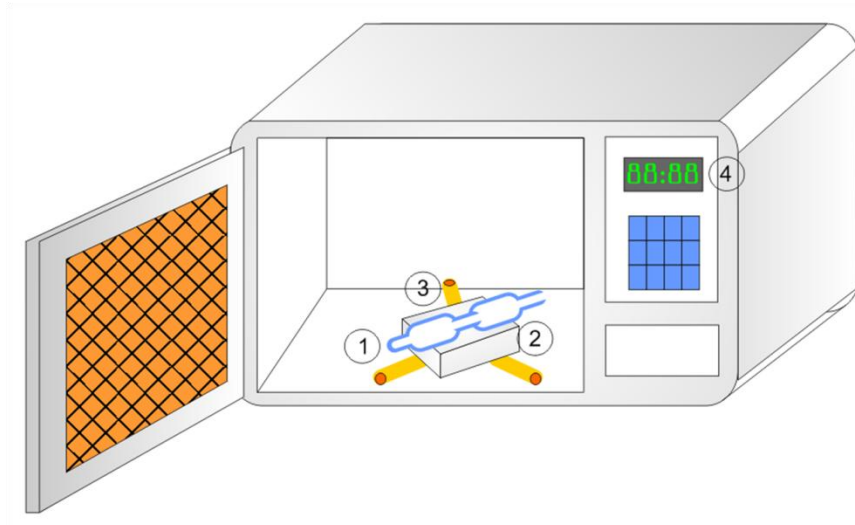
Las pruebas se realizaron en el Laboratorio de Metalurgia del Departamento de Ingeniería de Minas y Metalurgia de la Facultad de Ingeniería (Imagen 11) en conjunto con un Laboratorio de la División de Metalurgia de la Facultad de Química (Imagen 18). Se realizaron en un horno de microondas convencional marca Sharp modelo R-4A46 con una potencia de salida de 900 W y una frecuencia de 2450 MHz (Imagen 19).



Imagen 18. Laboratorio, Facultad de Química, UNAM.



Imagen 19. Horno de microondas Sharp modelo R-4A46.



1. Tubo de cuarzo; 2. Protección de sílice; 3. Dispositivo para giro; 4. Cronómetro del microondas.

Figura 4. Representación del sistema para la tostación en horno de microondas.

Los primeros 4 pasos del procedimiento inician como en las pruebas en el horno de resistencia eléctrica, por lo que se describe solo el paso 5 y 6.

Paso 5. Se pesaron 2 muestras de mineral (del compósito) de 5 gramos cada una, para procesarse, por separado en el horno de microondas, por medio de un tubo de cuarzo (Imagen 20, Figura 4) con los siguientes parámetros (Tabla XXVII):



Imagen 20. Mineral dentro del tubo de cuarzo.



Imagen 21. Cronómetro del horno de microondas.

Tabla XXVII. Parámetros de las pruebas en horno de microondas.

<b>Prueba núm.</b>	<b>Alimentación (g)</b>	<b>Tiempo (min)</b>	<b>Potencia (MHz)</b>
1	5	4	2450
2	5	12	2450

Paso 6. Después de realizar cada prueba se peso el residuo y se verificó un posible cambio de temperatura del mineral, presentando los siguientes resultados (Tabla XXVIII).

Tabla XXVIII. Parámetros y resultados de las pruebas en horno de microondas.

<b>Prueba núm.</b>	<b>Alimentación (g)</b>	<b>Residuo (g)</b>	<b>Tiempo (min)</b>	<b>Potencia (MHz)</b>	<b>Variación de temp.</b>
1	5	5	4	2450	No cambió
2	5	5	12	2450	No cambió