

**EVALUACIÓN DE RUTAS DE CALCINACIÓN ALCALINA PARA LA  
LIXIVIACIÓN CON AGUA DE UN MINERAL CONCENTRADO DE  
TUNGSTENO**

JUAN PABLO GARCÍA BADILLO  
ROSA JULIANA DUARTE JAIMES

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2016

**EVALUACIÓN DE RUTAS DE CALCINACIÓN ALCALINA PARA LA  
LIXIVIACIÓN CON AGUA DE UN MINERAL CONCENTRADO DE  
TUNGSTENO**

JUAN PABLO GARCÍA BADILLO  
ROSA JULIANA DUARTE JAIMES

Trabajo de grado para optar el título de  
Ingeniero Químico

Director: Profesor JULIO ELÍAS PEDRAZA ROSAS  
Mg. en ingeniería civil de minas

Codirector: Profesor JULIO ANDRÉS PEDRAZA AVELLA  
Ing. Químico, Dr.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERIA QUÍMICA  
BUCARAMANGA

2016

## Agradecimientos

Los autores expresamos sinceros agradecimientos,

A la Universidad Industrial de Santander y la Escuela de Ingeniería Química por brindarnos la oportunidad de formarnos como profesionales.

A nuestros maestros por ser el pilar de nuestra formación tanto ingenieril como personal.

A nuestros directores Julio Elías Pedraza y Julio Andrés Pedraza, por su orientación y colaboración constante en la elaboración de este trabajo.

Al Grupo de Investigación en Materiales, Biohidrometalurgia y ambiente (GIMBA) por la financiación del presente trabajo de investigación.

Al laboratorio de RX de la UIS Guatiguará y a su director José Antonio Henao M. por su valiosa colaboración.

A Yuri López, miembro del GIMBA por su orientación y colaboración en los procesos de laboratorio.

DEDICO ESTE TRABAJO A:

Dios por darme la oportunidad de vivir y de llevar a cabo mis proyectos de vida.

Mi madre Edilma por infundirme la responsabilidad, disciplina y dedicación.

Mi padre Pablo Antonio por su apoyo incondicional y por enseñarme los valores del respeto, la humildad y el sacrificio para cumplir los sueños.

Mis tías Zenaida y Matilde por apoyarme durante mi formación académica.

A todos mis familiares y compañeros y que me acompañaron y motivaron durante este importante periodo de mi vida.

Juan Pablo Garcia Badillo

*Dedico este logro de mi vida a:*

*Dios por darme el regalo máspreciado: la vida. Por hacerme fuerte espiritualmente para evitar derrumbarme ante cualquier dificultad, por darme la sabiduría necesaria para culminar esta hermosa carrera que un día emprendí de la mano de él, por sus infinitas bendiciones y sobre todo por ayudarme a ser mejor cada día.*

*Mi mamita por ser mi fuente de inspiración, por su apoyo incondicional, su esfuerzo y paciencia, por creer en mis capacidades y por enseñarme que Dios hace las cosas perfectas y en el momento adecuado. A mi papi por hacer de mí una mujer de valores y principios y por guiarme por el mejor camino.*

*A mis hermanas Claudia, Aura y Blanquita por estar conmigo siempre apoyándome y dándome motivación constante hasta el día de hoy.*

*A mi novio Pita, por su compañía y apoyo emocional en estos últimos meses, por darme fortaleza en los momentos difíciles, por regalarme tantas alegrías y hacer de mí una persona más feliz, por compartir conmigo un pedacito de su vida.*

*A Oscar y Chiki, quienes me acogieron en su hogar al inicio de mi carrera y se volvieron parte de mi familia y a mi chiquitico Yerik, con quien pasé momentos inolvidables y a quien considero como un hijo.*

*Finalmente a mi familia compañeros y amigos que aportaron un granito de arena para que todo esto fuera posible.*

*Juliana D.*

## TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>18</b>
<b>1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE .....</b>	<b>20</b>
1.1 LIXIVIACIÓN DE LOS MINERALES DE TUNGSTENO.....	21
1.2 TERMODINAMICA DEL SISTEMA W-Fe-Mn-H <sub>2</sub> O .....	24
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>26</b>
2.1 OBJETIVO GENERAL .....	26
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	26
<b>3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....</b>	<b>27</b>
3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MINERAL CONCENTRADO .....	27
3.1.1 Muestra mineral .....	27
3.1.2 Caracterización química y mineralógica.....	28
3.2 PRUEBAS DE CALCINACIÓN CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA ..	28
3.3 PRUEBAS DE CALCINACIÓN CON Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> Y LIXIVIACIÓN CON AGUA	30
<b>4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....</b>	<b>33</b>
4.1 CARACTERIZACIÓN DEL MINERAL .....	33
4.2 CALCINACIÓN ALCALINA CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA .....	33
4.2.1 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula....	33
4.2.2 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Exceso de NaOH.....	33
4.2.3 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación. ....	35
4.2.4 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación.	35
4.2.5 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación. ....	36
4.2.6 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación ...	37
4.3 CALCINACIÓN ALCALINA CON Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> Y LIXIVIACIÓN CON AGUA .....	38
4.3.1 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula....	38
4.3.2 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Relación másica Carbonato/Mineral .....	39

4.3.3	Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación. ....	40
4.3.4	Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación. ....	40
4.3.5	Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación. ....	42
4.3.6	Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación ...	42
<b>5.</b>	<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>44</b>
<b>6.</b>	<b>RECOMENDACIONES.....</b>	<b>45</b>
	<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>46</b>

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Hidrometalurgia del tungsteno - (a) método clásico y (b) método moderno [6].....	22
Figura 2. Diagrama de Pourbaix del sistema W-Fe-Mn-H <sub>2</sub> O .....	25
Figura 3. Diagrama de flujo de las etapas desarrolladas durante el trabajo experimental .....	27
Figura 4. Diagrama de flujo del procedimiento experimental para la calcinación alcalina con NaOH y lixiviación con agua .....	30
Figura 5. Diagrama de flujo para la calcinación alcalina con Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> y lixiviación con agua .....	32

## LISTA DE TABLAS

**Pág.**

Tabla 1. Cálculo de la cantidad estequiométrica de NaOH para 1 gramo de mineral concentrado .....	28
---	----

## LISTA DE GRÁFICAS

Pág.

Gráfica 1. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula con 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y disolución a 50 °C por 10 minutos .....	34
Gráfica 2. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. % de exceso de NaOH con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 650 °C por 1 hora de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución .....	34
Gráfica 3. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación con concentrado de tamaño de partícula D90 #200, 15% en exceso de NaOH ,1 hora de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución.....	35
Gráfica 4. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución .....	36
Gráfica 5. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de disolución con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y 10 minutos de disolución .....	37
Gráfica 6. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de disolución con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y 50 °C de disolución.....	38
Gráfica 7. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula con relación másica Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> /Mineral de 1.5, 550 °C por 2 hora de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución .....	39

Gráfica 8. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  con tamaño de partícula D90#200, 550 °C por 2 horas de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución .....40

Gráfica 9. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación con tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  de 1.5, 2 hora de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución.....41

Gráfica 10. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación con Tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  de 1.5, 550°C de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución .....41

Gráfica 11. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación con tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  de 1.5, 550 °C por 2 horas de calcinación y 30 minutos de disolución .....43

Gráfica 12. Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación con tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  de 1.5, 650 °C por 2 horas de calcinación y 80 °C de disolución.....43

## LISTA DE ANEXOS

	Pág.
ANEXO A. DIAGRAMA POURBAIX Fe-Mn-W- H <sub>2</sub> O.....	48
ANEXO B. DIAGRAMA POURBAIX Mn-Fe-W -H <sub>2</sub> O.....	49
ANEXO C. ANÁLISIS QUÍMICO.....	49
ANEXO D. GRANULOMETRIA DEL MINERAL.....	53
ANEXO E. ANÁLISIS CUANTITATIVO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X (FRX) DEL MINERAL CONCENTRADO .....	54
ANEXO F. RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS- X DEL MINERAL CONCENTRADO.....	57
ANEXO G. TABLA DE DATOS DE VARIABLES DE CALCINACIÓN CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA .....	59
ANEXO H. TABLA DE DATOS DEL TIEMPO DE LIXIVIACIÓN PREVIA CALCINACIÓN CON SODA .....	61
ANEXO I. TABLA DE DATOS DE VARIABLES DE CALCINACIÓN CON Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> Y LIXIVIACIÓN CON AGUA .....	62
ANEXO J. TABLA DE DATOS DEL TIEMPO DE LIXIVIACIÓN PREVIA CALCINACIÓN CON CARBONATO.....	64
ANEXO K. ANALISIS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS- X PARA 3 MUESTRAS DE RESIDUOS SÓLIDOS .....	65

## RESUMEN

<b>TITULO</b>	EVALUACIÓN DE RUTAS DE CALCINACIÓN ALCALINA PARA LA LIXIVIACIÓN CON AGUA DE UN MINERAL CONCENTRADO DE TUNGSTENO*
<b>AUTORES</b>	JUAN PABLO GARCIA BADILLO ROSA JULIANA DUARTE JAIMES **
<b>PALABRAS CLAVE:</b>	LIXIVIACIÓN, CALCINACIÓN ALCALINA, WOLFRAMITA HIDROMETALURGIA, DIAGRAMA DE POURBAIX.

### DESCRIPCIÓN

La extracción de tungsteno de un mineral concentrado se llevó a cabo mediante una calcinación alcalina seguida de una lixiviación con agua. El procedimiento experimental se desarrolló en tres etapas, caracterización del mineral concentrado mediante Difracción y Fluorescencia de Rayos X, calcinación con hidróxido de sodio y disolución con agua, y calcinación con carbonato de sodio y disolución con agua. Las variables estudiadas durante la calcinación fueron, el tamaño de partícula del mineral, cantidad del agente reaccionante, la temperatura y el tiempo. En la lixiviación se estudió como variables la temperatura y el tiempo de disolución. Se determinó que la muestra del mineral correspondía a un concentrado de wolframita con 67,52% de WO<sub>3</sub>. Cuando se realizó la calcinación con mineral de tamaño de partícula D90 #200, 15% en exceso de hidróxido de sodio, 650 °C por una hora, seguida de una lixiviación con agua caliente a 50 °C, por un tiempo de 12 minutos y con una agitación de 200 rpm, se lograron porcentajes de extracción de tungsteno del orden del 98%. Cuando el mineral concentrado con tamaño de partícula D90 #200 se calcinó teniendo en cuenta una relación Carbonato:Mineral 1,5:1, 650 °C por dos horas seguida de una lixiviación con agua caliente a 80 °C, por un tiempo de 30 minutos y con una agitación de 600 rpm se lograron porcentajes de extracción de tungsteno del orden del 99%.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela De Ingeniería Química. Director: Julio Elías Pedraza Rosas. Codirector: Julio Andrés Pedraza Avella

## ABSTRACT

**TITLE** EVALUATION OF ALKALINE CALCINATION ROUTES FOR WATER LEACHING OF A TUNGSTEN CONCENTRATED MINERAL\*

**AUTHORS** JUAN PABLO GARCIA BADILLO  
ROSA JULIANA DUARTE JAIMES \*\*

**KEYWORDS:** LEACHING, ALKALINE CALCINATION, WOLFRAMITE  
HIDROMETALLURGY, POURBAIX DIAGRAM.

### DESCRIPTION

Extracting tungsten mineral concentrate it was carried out with an alkaline calcination followed by leaching with water. The experimental procedure was developed in three stages, concentrated mineral characterization Diffraction and X-Ray Fluorescence, calcining with sodium hydroxide solution and water, and calcining with sodium carbonate solution and water. The variables studied were during calcination, the ore particle size, amount of the reactant, temperature and time. In leaching it was studied as variables temperature and dissolution time. It was determined that the mineral sample corresponded to a wolframite concentrate with 67.52% WO<sub>3</sub>. When calcination ore particle size D90 #200, 15% excess of sodium hydroxide, 650 °C for one hour, followed by leaching with hot 50 °C water, a time of 12 minutes with was performed agitation of 200 rpm, tungsten extraction percentages of the order of 98% were achieved. When the mineral concentrate particle size D90 #200 was calcined taking into account a relationship Carbonate: Mineral 1.5: 1, 650 °C for two hours followed by leaching with hot water at 80 °C for 30 minutes and with an agitation of 600 rpm tungsten extraction percentages of the order of 99% they were achieved.

---

\* Research Work

\*\* Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela De Ingeniería Química. Director: Julio Elías Pedraza Rosas. Codirector: Julio Andrés Pedraza Avella

## INTRODUCCIÓN

El tungsteno (Wolframio) es un elemento químico de aspecto blanco grisáceo, brillante que se utiliza por sus valiosas propiedades físicas y químicas en un amplio rango de aplicaciones, como lo son: en los filamentos de lámparas incandescentes, en la ingeniería eléctrica (varillas como contacto eléctrico y conexiones conductoras), electrónica (emisión de electrones, disipadores de calor), técnicas de alta temperatura, soldadura, corte, pulverización de plasma y deposición de vapor, ingeniería médica, ingeniería mecánica y de motores (reactores nucleares, cámaras de combustión), equipos de deportes (dardos profesionales, disparos de cartuchos de caza, elementos de golf, contrapesos de esquí), industria química y metalúrgica (crisoles de tungsteno), aviación espacial y en aplicaciones militares .

Históricamente han sido dos los sectores de la industria mundial que mueven fuertemente la producción de tungsteno; la industria de la defensa en la fabricación de armas, herramientas, maquinaria y aleaciones para aviones que depende de este material, y la industria petrolera en la que las brocas de perforación son fabricadas a base de tungsteno [13].

El tungsteno se encuentra en la naturaleza sólo en forma de compuestos químicos; aunque se conocen más de treinta minerales que contienen tungsteno, sólo dos de ellos son importantes para el uso industrial, a saber, la scheelita ( $\text{CaWO}_4$ ) y la wolframita ( $\text{Fe,MnWO}_4$ ). La wolframita es un término general para los tungstatos de hierro y manganeso en donde la relación hierro/manganeso puede variar. Un mineral con más de 80%  $\text{FeWO}_4$  se llama Ferberita y un mineral con más de 80%  $\text{MnWO}_4$  se llama Hübnerita. La concentración de tungsteno en los depósitos naturales de este metal varía por lo general entre 0,3 y 1,0% de  $\text{WO}_3$  [5] y mediante tratamientos apropiados de concentración se pueden producir concentrados comerciales del 65 al 75% de  $\text{WO}_3$  [6].

Colombia, explota menos del 1% del tungsteno que se comercializa en el mundo, siendo “Cerro Tigre” la única mina de tungsteno de la que se tiene noticia. Tiene un área de seis hectáreas, está en el departamento del Guainía, en medio de la Amazonía. Produce 15 toneladas métricas de wolframita de manera artesanal, según la Asociación Internacional del Tungsteno, “*eso es suficiente para hacer partes de tungsteno para miles de pantallas de cristal líquido, teléfonos inteligentes, semiconductores, partes de carros y bolígrafos*”[8]. Puesto que en el país no se procesa este mineral solo se exporta en forma de concentrado artesanal, se hace necesario encontrar rutas tecnológicas para su procesamiento metalúrgico con el fin de incrementar los beneficios económicos de este importante recurso natural no renovable.

## 1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

La producción de tungsteno partiendo de sus minerales como wolframita (hübnerita y ferberita) y scheelita se realiza en dos etapas: Beneficio del mineral y extracción metalúrgica del tungsteno.

En la primera etapa, el beneficio del mineral se realiza con el objetivo de concentrar la wolframita o la scheelita por métodos que siguen de forma general los siguientes pasos: trituración, molienda, clasificación, concentración gravimétrica y/o magnética.

Puesto que entre todos los metales, el tungsteno tiene el más alto punto de fusión (3410 °C) su extracción metalúrgica, se realiza como segunda etapa, mediante procesos hidrometalúrgicos: lixiviación, purificación y precipitación.

Mediante la lixiviación se debe solubilizar el tungsteno presente en el mineral mediante una lixiviación directa o con un pretratamiento (molienda de alta energía, calcinación alcalina). La lixiviación directa se realiza en una autoclave utilizando un agente alcalino (NaOH y/o Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) [6] o ácido [4]. La calcinación se realiza en una mufla u horno calcinador utilizando también agentes alcalinos como hidróxido de sodio (NaOH) y/o carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) según el material de partida y la pureza deseable del producto final para luego disolverlo con agua con el fin de solubilizar el tungsteno en forma de tungstato de sodio (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>). Durante la disolución otros componentes presentes en el mineral, como el silicato, fosfato, arseniato, molibdato, fluoruro, plomo, bismuto y aluminio se solubilizan también al reaccionar con el agente alcalino.

La purificación de la solución de lixiviación se realiza mediante una precipitación principalmente de la sílice y del molibdeno. Luego, mediante un proceso de

extracción por solventes o uno de intercambio iónico con resinas, se recuperan los iones de sodio.

Como último proceso hidrometalúrgico se realiza la precipitación del tungsteno ya sea mediante la adición de HCl para obtener el ácido túngstico ( $H_2WO_4$ ), que es un sólido amarillento; o por un proceso de cristalización del isopolitungstato de amonio, con el cual el amoniaco y el agua se volatilizan para dar una sal de amonio conocida como paratungstato de amonio APT,  $(NH_4)_{10}[H_2W_{12}O_{42}]-4H_2O$ .

A nivel industrial se ha implementado dos métodos de tratamiento metalúrgico para la extracción del tungsteno, el clásico y el moderno, cuyos diagramas de flujo en forma simplificada se presentan en la Figura 1. Las plantas modernas operan con este último método [6].

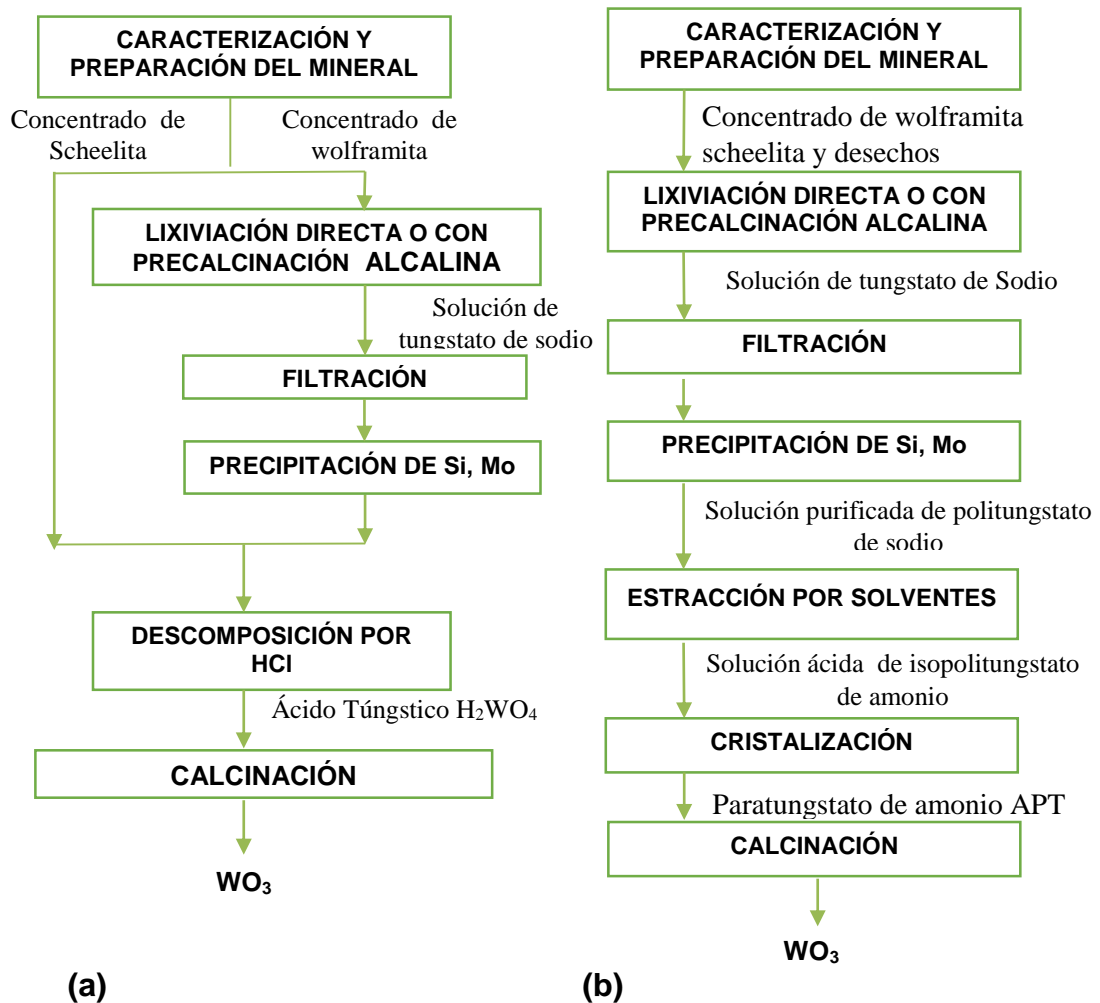
Existen dos diferencias fundamentales entre el método clásico y el moderno. En el primer método el sólido intermedio es el ácido túngstico  $H_2WO_4$  y en el segundo es el paratungstato de amonio APT  $((NH_4)_{10}[H_2W_{12}O_{42}]-4H_2O)$ . La segunda diferencia es que para llegar a este sólido intermedio, en el método clásico se hace una descomposición por HCl mientras que en el moderno una cristalización con amoniaco que es un proceso un poco más lento y más selectivo, por tanto el APT es más puro que el ácido túngstico. Las ventajas del método moderno frente al clásico son entonces, tratar diferentes materias primas en el mismo equipo, mejor eficiencia energética, producto de alta pureza y consistencia y mejor control del proceso debido a la cinética más lenta.

## **1.1 LIXIVIACIÓN DE LOS MINERALES DE TUNGSTENO**

La cantidad de tungsteno extraído y su pureza depende en gran medida de la solubilización de las especies de tungsteno y de otros constituyentes presentes en el mineral. Según las características químicas y mineralógicas del

concentrado se debe encontrar el tipo de agente lixivante más adecuado, así como también el método de lixiviación (percolación, agitación en autoclaves y agitación en reactores abiertos).

**Figura 1.** Hidrometalurgia del tungsteno - (a) método clásico y (b) método moderno [6]



La lixiviación de wolframita, Scheelita y mezcla de ambos se realiza generalmente en una autoclave utilizando como agente alcalino hidróxido de sodio o carbonato de sodio. Como método alternativo se tiene la lixiviación con agua previa calcinación alcalina del mineral [6].

La descomposición de wolframita se puede realizar mediante una calcinación utilizando  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  como agente en un exceso estequiométrico del 10-15%, agregando un oxidante y a una temperatura de entre 800-900 °C o mediante una lixiviación directa con NaOH con un exceso estequiométrico del 50% a una temperatura de entre 100-110 °C y presión entre 1 y 25 bar [14].

Una investigación de la disolución de tungsteno de un mineral de Scheelita de bajo grado mecánicamente activado muestra que se pueden obtener disoluciones de  $\text{WO}_3$  de entre el 96-99% mediante una descomposición en autoclave utilizando una relación estequiométrica de  $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{WO}_3$  de 2,5-3 veces a una temperatura de 185-195 °C por un tiempo de 1,5 h [15].

En una investigación del proceso de disolución de un mineral de wolframita mecánicamente activado dio disoluciones del 90% del tungsteno cuando el mineral ha sido sometido por 3 horas a una molienda intensiva y tratado en una autoclave con NaOH a una concentración de 0,3M por 90 minutos de lixiviación, 170 °C y 10 bares de presión parcial de oxígeno [1].

Estudios [11] sobre la recuperación de tungsteno de un mineral concentrado de wolframita-scheelita muestran que se recuperó un 96% de tungsteno por medio de una calcinación con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en una relación másica de Alimentación:Agente de 1:1,5 por 2 horas de tostado a 550 °C. La disolución se llevó a cabo en dos etapas a una temperatura de 70°C por 30 minutos. Estudios [9,12] similares ya se habían probado anteriormente para un concentrado de wolframita (7-24% de  $\text{WO}_3$ ) y para un concentrado de Scheelita (65% de  $\text{WO}_3$ ).

En un trabajo sobre recuperación de tungsteno de un concentrado de scheelita (13,26% de  $\text{WO}_3$ ), se calcinó el mineral con  $\text{NaCO}_3$  utilizando 1,7 veces la estequiométrica necesaria por un periodo de 1 hora a una temperatura de 810 °C. El material fundido obtenido se sometió a una disolución en 3 etapas con

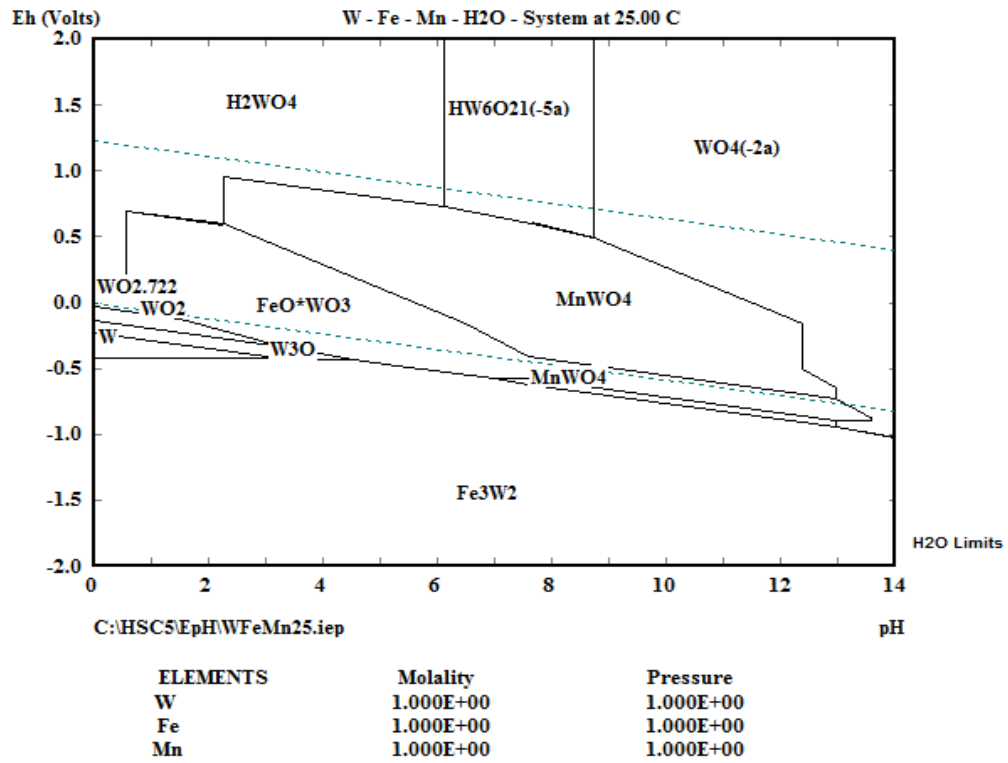
agua caliente a 80 °C con una duración de 30, 10 y 10 minutos. Las conversiones de tungsteno calculadas sobre la base de  $WO_3$  fueron de 11,75, 12,70 y 12,74% para la primera, segunda y tercera lixiviación [2].

Investigadores brasileños obtuvieron recuperaciones del 98,6% de tungsteno utilizando calcinación alcalina, lixiviación con agua y extracción líquido-líquido, de un concentrado de wolframita (61,5% de  $WO_3$ ) con tamaño de partícula inferior a 0,106 mm (160 # Tyler) después de la calcinación utilizando NaOH con un 15% de exceso respecto al estequiométrico en una relación molar Reactivo:Concentrado de 0,31:1 a 650 °C por 1 hora; y finalmente lixiviando con agua a 50 °C, 200 rpm por 10 minutos en dos etapas (75 ml de agua/gr masa fundida y 37 ml de agua/gr masa fundida) [3].

## **1.2 TERMODINAMICA DEL SISTEMA W-Fe-Mn-H<sub>2</sub>O**

El diagrama de Pourbaix presentado en la Figura 2, resume la termodinámica del sistema estudiado. Se observa que el tungsteno se solubiliza solamente bajo dos especies iónicas, el  $WO_4^{2-}$  y  $HW_6O_{21}^{5-}$  bajo condiciones alcalinas y oxidantes, con lo cual se requiere la utilización de una ruta alcalina para la lixiviación de los minerales de tungsteno.

**Figura 2.** Diagrama de Pourbaix del sistema W-Fe-Mn-H<sub>2</sub>O



En el diagrama también se observa que a pH ácidos el tungsteno es estable en forma de ácido túngstico H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>, el cual es un compuesto sólido. Por otra parte, tanto el hierro como el manganeso del mineral, a condiciones básicas son estables termodinámicamente en forma de compuestos sólidos (Anexos A y B)

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Evaluar experimentalmente las rutas de calcinación alcalina para la lixiviación con agua de un mineral concentrado de tungsteno colombiano.

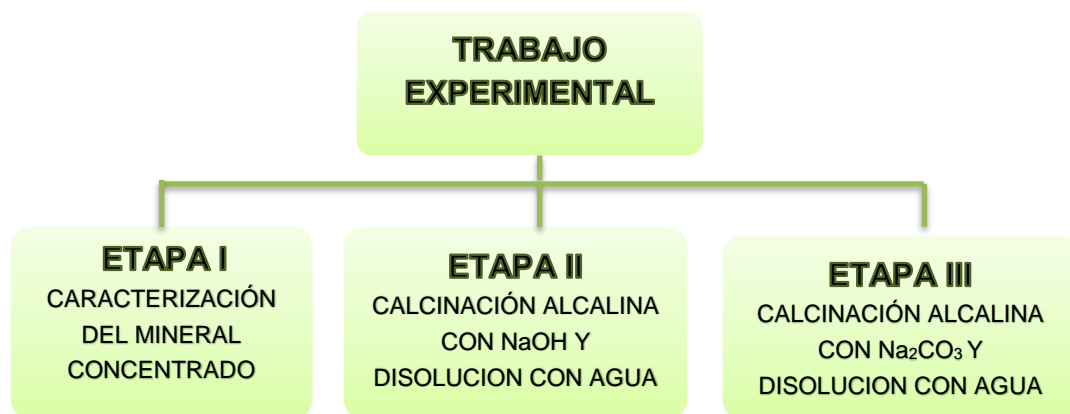
### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Determinar las mejores condiciones de extracción de tungsteno mediante una calcinación con hidróxido de sodio NaOH seguida de una lixiviación con agua, tomando como variables de calcinación el tamaño de partícula, el tiempo, la temperatura y el exceso estequiométrico de soda; y como variables de lixiviación, la temperatura y el tiempo.
- Determinar las mejores condiciones de extracción de tungsteno mediante una calcinación con carbonato de sodio Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> seguida de una lixiviación con agua, tomando como variables de calcinación el tamaño de partícula, el tiempo, la temperatura y la relación: Carbonato/mineral; y como variables de lixiviación, la temperatura y el tiempo.

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental del presente trabajo se realizó con base en el esquema mostrado en la Figura 3, el cual está estructurado en tres etapas que se desarrollaron para alcanzar los objetivos propuestos en el plan de trabajo, y son descritas en éste capítulo con los respectivos ensayos realizados.

**Figura 3.** Diagrama de flujo de las etapas desarrolladas durante el trabajo experimental



#### 3.1 CARACTERIZACIÓN DEL MINERAL CONCENTRADO

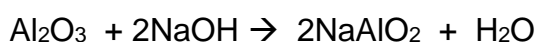
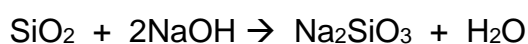
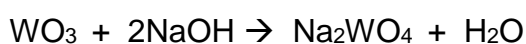
**3.1.1 Muestra mineral:** Para el desarrollo de este proyecto se trabajó con un mineral de tungsteno concentrado, el cual fue sometido a molienda y posteriormente clasificado por tamizado durante 5 minutos. Los tamaños de partícula obtenidos y su análisis granulométrico se pueden ver en el Anexo D. Los equipos utilizados en esta etapa fueron un molino de discos y un Ro-Tap con una serie de tamices Tyler: 60#, 80#, 100#, 140# y 200#.

**3.1.2 Caracterización química y mineralógica:** El mineral se caracterizó química y mineralógicamente mediante las técnicas de Fluorescencia de Rayos X (FRX), la cual permitió determinar la composición elemental del mineral, y Difracción de Rayos X (DRX) para determinar las especies cristalinas presentes en el mismo. Los análisis se realizaron en el Laboratorio de Rayos X de la UIS, sede Guatiguará. Los resultados de los análisis se muestran en los anexos E y F, respectivamente.

### 3.2 PRUEBAS DE CALCINACIÓN CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA

Los óxidos presentes en el mineral en una concentración considerable y que pueden reaccionar con el NaOH son los tenidos en cuenta para calcular las proporciones estequiométricas.

Las siguientes reacciones se presentan durante la calcinación [3]:



De acuerdo a estas reacciones, los cálculos de reactivo necesario para cada gramo de mineral a calcinar se dan en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Cálculo de la cantidad estequiométrica de NaOH para 1 gramo de mineral concentrado

ÓXIDO	%*	MASA [g]	PESO MOLECULAR DEL OXIDO [g/mol]	CANTIDAD DE ÓXIDO [mol]	NaOH necesario [mol]	NaOH [g]
<b>WO<sub>3</sub></b>	67,52%	0,6752	231,84	2,9124*10 <sup>-3</sup>	5,8248*10 <sup>-3</sup>	0,2329
<b>SiO<sub>2</sub></b>	4,94%	0,0494	60,08	8,220*10 <sup>-4</sup>	1,6440*10 <sup>-3</sup>	0,0658
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	2,8%	0,028	101,96	2,7460*10 <sup>-4</sup>	5,4920*10 <sup>-3</sup>	0,2197
Cantidad estequiométrica de NaOH para 1 gramo de mineral concentrado						<b>0,5184</b>

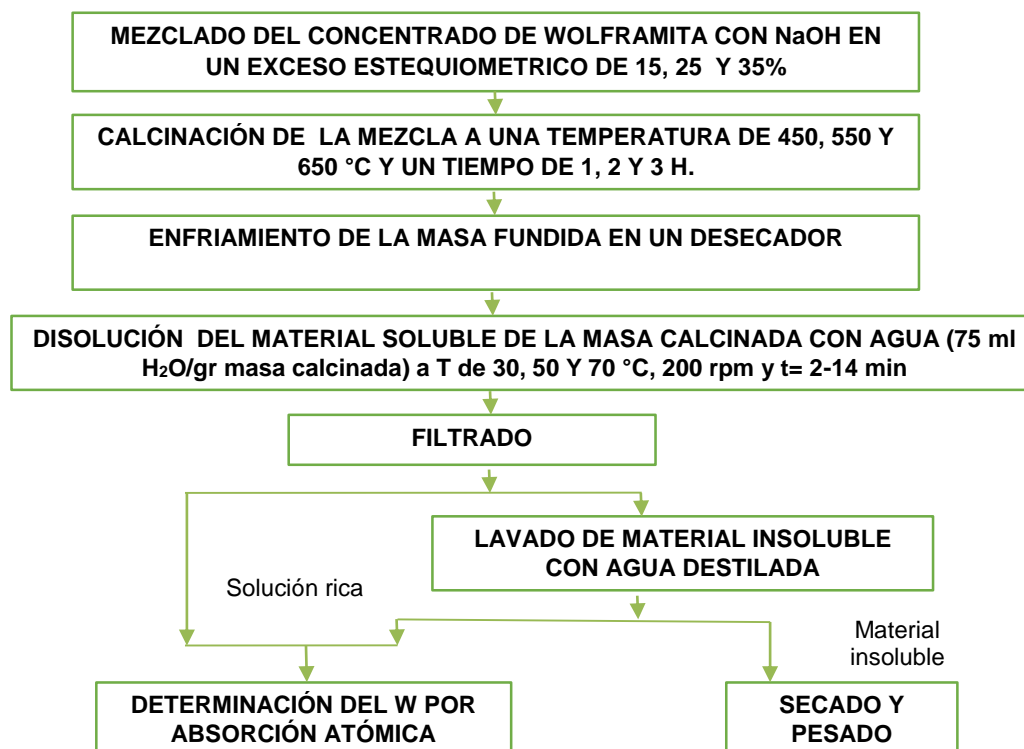
\* Los datos de porcentaje se tomaron del resultado de análisis por Fluorescencia de Rayos X del mineral concentrado, los cuales se muestran en el ANEXO E.

Para desarrollar esta etapa se siguieron los siguientes pasos y teniendo en cuenta lo recomendado en diferentes investigaciones citadas en la bibliografía:

- Se prepararon mezclas de 5 gramos de concentrado junto con hidróxido de sodio con excesos estequiométricos entre el 15 y el 35% de NaOH, además se añadieron 0,5 gramos de yoduro de potasio con el fin de que la masa no se adhiriera al crisol y evitar pérdidas en el desmolde. Se trabajó con diferentes tamaños de partícula: D90 #80, D90 #140, D90 #200.
- Las muestras se colocaban en un crisol de acero inoxidable y se calentaban en una mufla en un rango de temperaturas de entre 450 y 650°C y un tiempo de entre 1 y 3 h.
- La masa calcinada se pesaba y se enfriaba en un desecador.
- El producto calcinado se disolvía con agua en una proporción de 75 ml de agua por cada gramo de masa calcinada a una temperatura de 30, 50 y 70°C, bajo agitación de 200 rpm, durante 10 minutos.
- Terminado el tiempo de disolución las pulpas se sometían a un proceso de filtración en una bomba de vacío con embudo Buschner. La materia insoluble se lavaba con agua en una proporción de 37 ml de agua por cada gramo de materia insoluble y esta agua de lavado se añadía a los licores de lixiviación. Se medía el pH y el volumen final de la solución resultante.
- Los sólidos insolubles se secaban a 150°C durante 3 h y luego se pesaban.
- La solución rica se llevaba a un factor de dilución de 50/4 (4 ml de solución aforados con agua destilada a un volumen de 50 ml) y de 50/2 (2 ml de solución aforados con agua destilada a un volumen de 50 ml) para poder realizar la lectura del tungsteno disuelto por la técnica de análisis elemental de espectrometría de absorción atómica.

Un diagrama del proceso descrito anteriormente se muestra en la Figura 4.

**Figura 4.** Diagrama de flujo del procedimiento experimental para la calcinación alcalina con NaOH y lixiviación con agua



### 3.3 PRUEBAS DE CALCINACIÓN CON $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Y LIXIVIACIÓN CON AGUA

En este proyecto se trabajó con una cantidad de carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), según lo recomendado por la bibliografía consultada, experimentándose con relaciones másicas de Carbonato:Mineral concentrado de 1,5:1, 1,75:1, 2:1 [9]. Se agregó como agente oxidante nitrato de sodio ( $\text{NaNO}_3$ ) [14].

Para desarrollar esta etapa se siguieron los siguientes pasos:

- Se preparaban muestras de 5 gramos de concentrado junto con carbonato de sodio, nitrato de sodio (1 gramo de nitrato de sodio por cada 3 gramos de carbonato de sodio) y 0,5 gramos de yoduro de potasio. Se trabajó con diferentes tamaños de partícula: D90 #80, D90 #140, D90 #200.

- Se colocaban las muestras en un crisol de acero inoxidable y se calentaban en una mufla en un rango de temperaturas de 450, 550 y 650 °C y un tiempo de 1, 2 y 3 h.
- El producto calcinado se enfriaba en un desecador.
- La disolución de la masa calcinada se realizaba con 100 ml de agua, a temperaturas de 60, 80 y 100 °C, bajo agitación de 600 rpm durante 30 minutos.
- Terminado el tiempo de disolución las pulpas se sometían a una filtración en una bomba de vacío con embudo Buschner. La materia insoluble se filtraba y se lavaba con 50 ml de agua y esta agua de lavado se añadía a los licores de lixiviación. Se medía el pH y el volumen de la solución resultante.
- El producto insoluble se secaba a 150 °C durante 3 h y luego se pesaba.
- La solución rica se llevaba a un factor de dilución de 100/2 (2 ml de solución aforados con agua destilada a un volumen de 100 ml) y 100/1 (1 ml de solución aforado con agua destilada a un volumen de 100 ml) para poder realizar la lectura del tungsteno disuelto por la técnica de análisis elemental de espectrofotometría de absorción atómica.

Un diagrama del proceso descrito anteriormente se muestra en la Figura 5.

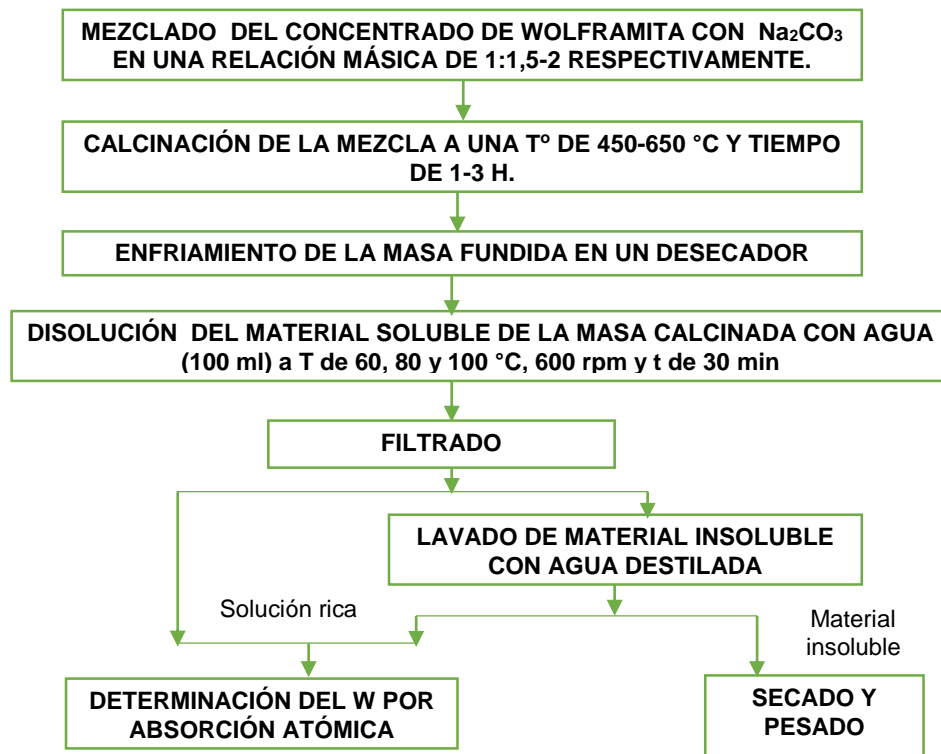
Se realizaron en total 52 pruebas por duplicado, 26 calcinando con NaOH y 26 con Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, la granulometría utilizada para todas las pruebas fue D90 #200, excepto donde se evaluó el tamaño de partícula.

Los equipos utilizados en las pruebas de calcinación y lixiviación fueron:

- Espectrofotómetro de absorción atómica marca Agilent 240FS AA
- Balanza analítica marca Mettler Toledo
- Estufa de secado marca Heraeus
- Placa de agitación y calentamiento
- Equipo de filtración al vacío marca Thomas
- papel filtro

- crisoles de acero inoxidable
- material de vidrio
- muflas marca Resistencias Santander
- pH metro Schott
- Mineral de wolframita concentrado

**Figura 5.** Diagrama de flujo para la calcinación alcalina con  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y lixiviación con agua



Los reactivos químicos utilizados en las pruebas de calcinación y lixiviación fueron:

- Hidróxido de sodio para análisis Merck
- Carbonato de sodio para análisis Merck
- Nitrato de sodio para análisis Merck
- Yoduro de potasio para análisis Merck
- solución estándar de tungsteno: 1000  $\mu\text{g}/1\text{mL}$  W en 5%  $\text{HNO}_3$

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

### 4.1 CARACTERIZACIÓN DEL MINERAL

Se determinó mediante Fluorescencia de Rayos X, que la muestra del mineral de experimentación contenía 53,54% de W, equivalente a un 67,52% de  $WO_3$ .

Los resultados de Difracción de Rayos- X muestran que el concentrado de experimentación contenía 21,8% de Tungstato de Manganeso ( $MnWO_4$ ) y 23,5% de Tungstato de Hierro ( $FeWO_4$ ), con lo cual se concluye que este material corresponde a un concentrado de Wolframita. Ver Anexo F.

### 4.2 CALCINACIÓN ALCALINA CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA

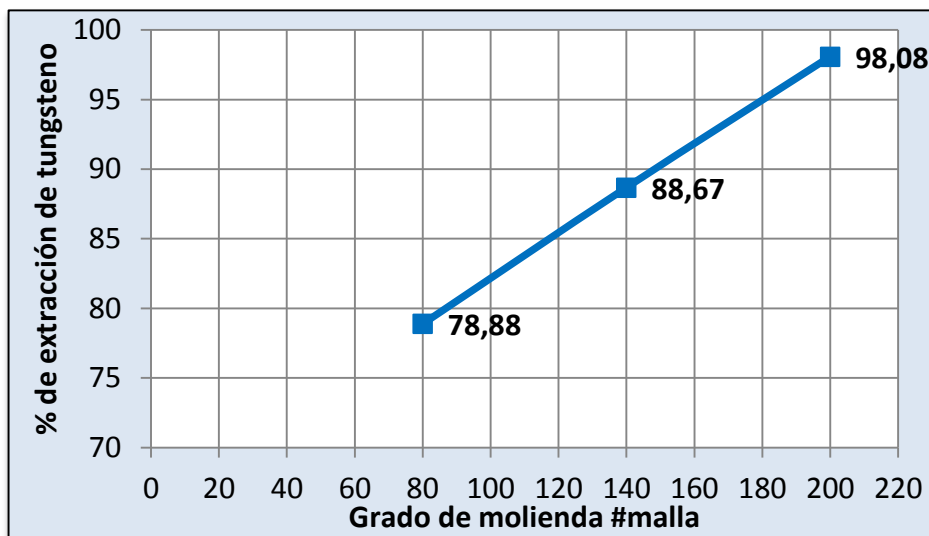
El valor de las variables de calcinación y lixiviación, junto con los resultados obtenidos en cada experimento se muestran en el Anexo G.

**4.2.1 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula:** Los resultados mostrados en la Gráfica 1 muestran el efecto positivo sobre la disolución del tungsteno a medida que el tamaño de partícula disminuye. Lo anterior debido a que aumenta el área superficial de las partículas para las reacciones con hidróxido de sodio y a su vez facilita su disolución con el agua. Es de anotar que el mineral con tamaño de partícula D90 #200 contenía un 5,2% más de  $WO_3$  que el concentrado D90 #140 y un 7,53% más que el concentrado D90 #80 (Anexo E), por lo tanto el tamaño de partícula con mayor porcentaje de disolución fue D90 #200.

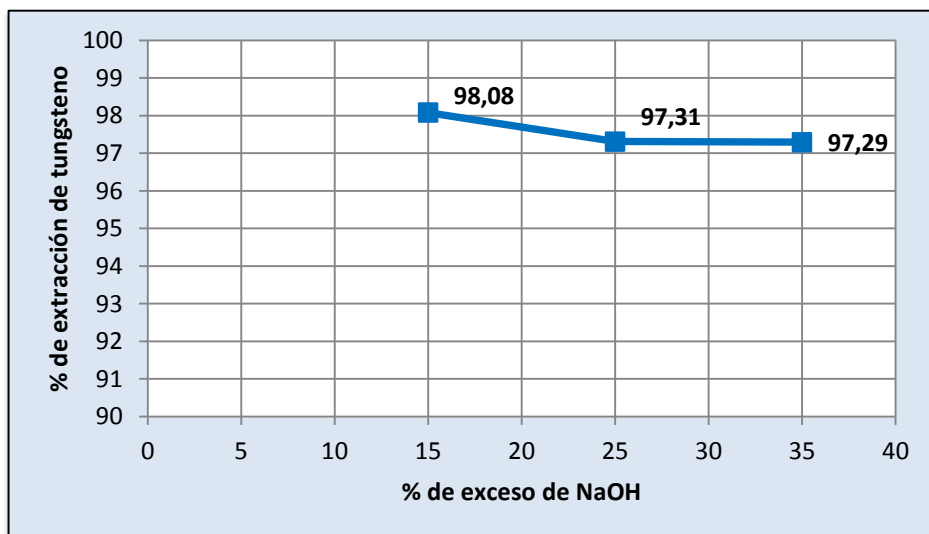
**4.2.2 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Exceso de NaOH:** En la Gráfica 2 se muestran los resultados de estos ensayos, observándose que al aumentar el porcentaje en exceso de NaOH el efecto es negativo pero mínimo.

Lo anterior se corroboró mediante FRX de los residuos sólidos (Anexo K), en donde se muestra que al aumentar el NaOH, aumenta levemente el tungsteno en el material insoluble. De lo anterior se deduce que con un 15% en exceso de NaOH es suficiente para obtener una alta disolución de Tungsteno.

**Gráfica 1.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula con 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y disolución a 50 °C por 10 minutos

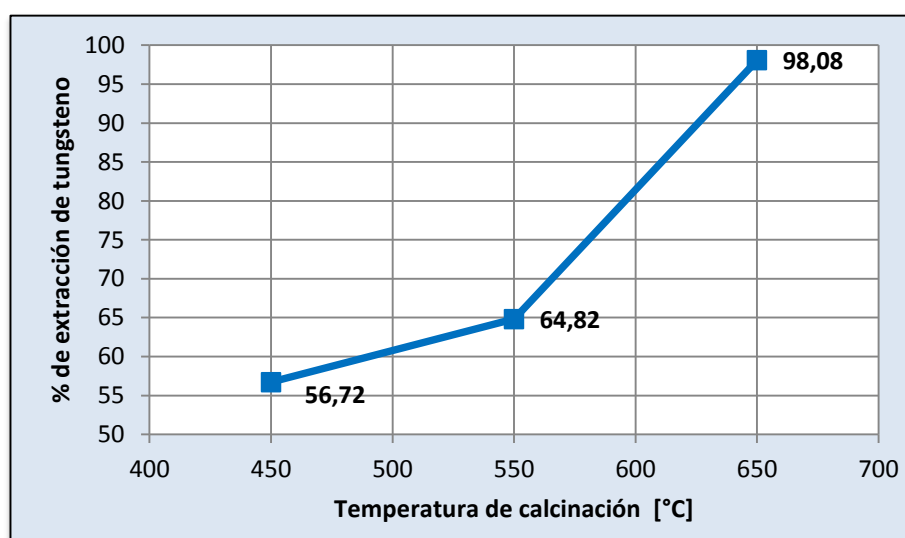


**Gráfica 2.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. % de exceso de NaOH con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 650 °C por 1 hora de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución



**4.2.3 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación:** La gráfica 3 muestra que la solubilidad del tungsteno aumenta significativamente con el aumento de la temperatura y se observa mayor porcentaje de disolución cuando ésta es de 650 °C. en la literatura [3] se menciona que a temperaturas de entre 450 y 550 °C favorece la reacción entre el hidróxido de sodio y el óxido de manganeso, contribuyendo al consumo del agente alcalino e impidiendo que la reacción con  $(Fe, Mn)WO_4$  se complete.

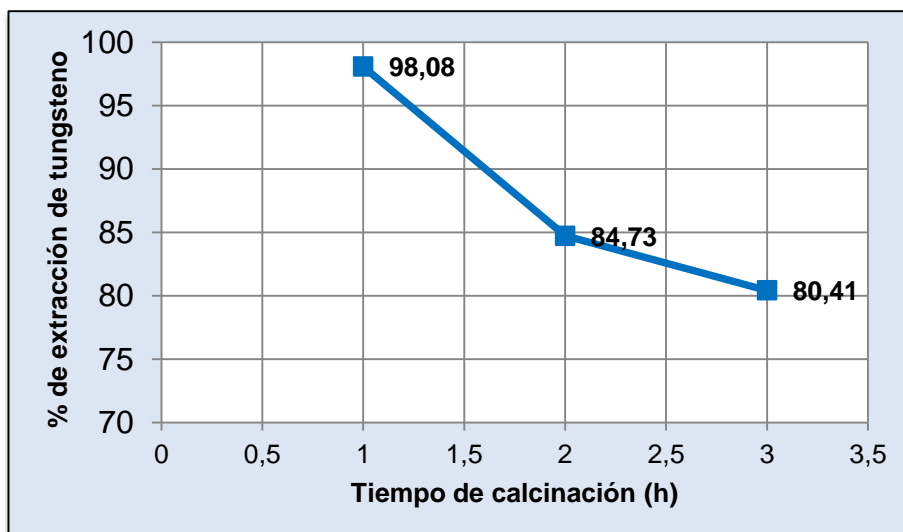
**Gráfica 3.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación con concentrado de tamaño de partícula D90 #200, 15% en exceso de NaOH ,1 hora de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución



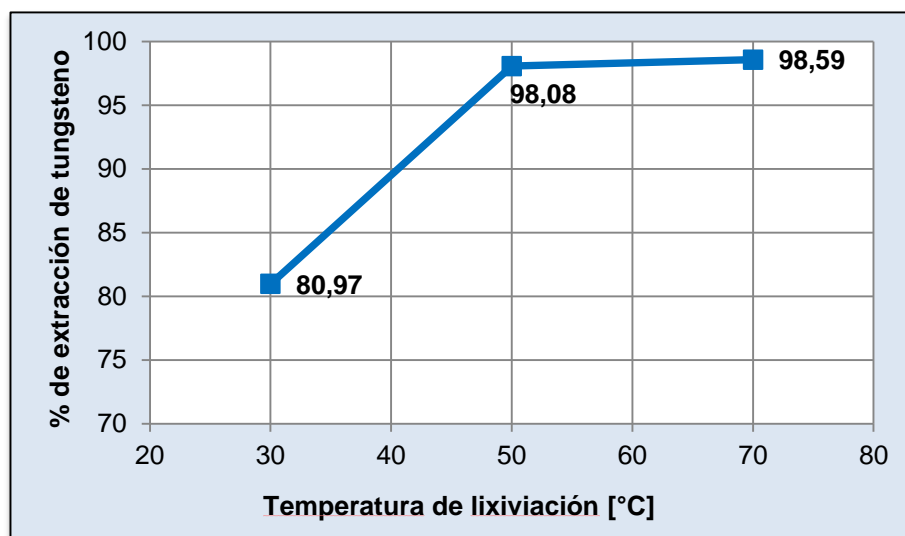
**4.2.4 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación:** Los resultados de estos ensayos se presentan en la Gráfica 4. Éste comportamiento muestra que el tiempo más apropiado de trabajo es de 1 hora y que al aumentarlo, la disolución del tungsteno disminuye debido probablemente a la formación de compuestos insolubles de tungsteno mediante reacciones secundarias no deseadas [3].

**4.2.5 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación:** La temperatura de disolución se estudió sobre el porcentaje de disolución del tungsteno, y los resultados se muestran en la Gráfica 5. Se puede observar que al aumentar la temperatura de la solución mejora notablemente el porcentaje de extracción entre los 30 y los 50 °C, mas no significativamente a mayores temperaturas que conllevan a un mayor consumo energético, por lo tanto la temperatura más adecuada es de 50 °C.

**Gráfica 4.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C de calcinación y 50 °C por 10 minutos de disolución



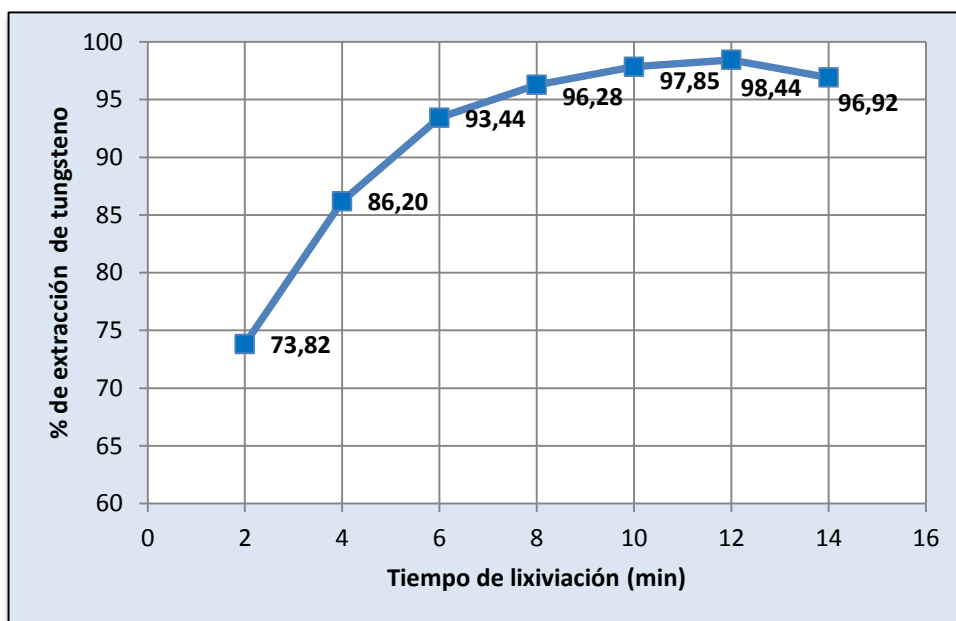
**Gráfica 5.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de disolución con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y 10 minutos de disolución



**4.2.6 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación:** La cinética del proceso de lixiviación se estudió mediante la realización de ensayos experimentales, tomando muestras cada 2 minutos por un tiempo total de 14 minutos, bajo las mejores condiciones determinadas con los ensayos anteriores: tamaño de partícula D90 #200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y 50 °C en la disolución. En el Anexo H se presentan los resultados obtenidos.

Los resultados del comportamiento cinético de la lixiviación con agua se muestran en la Gráfica 6, en donde se puede apreciar que la disolución mejora notablemente durante los primeros 8 minutos, para luego incrementar levemente. El mayor porcentaje de extracción de tungsteno se obtuvo a los 12 minutos, 98,44%. Posteriormente se nota una leve disminución, debida tal vez a una posible reprecipitación del tungsteno o a la varianza del error experimental.

**Gráfica 6.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de disolución con concentrado de tamaño de partícula D90#200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación y 50 °C de disolución

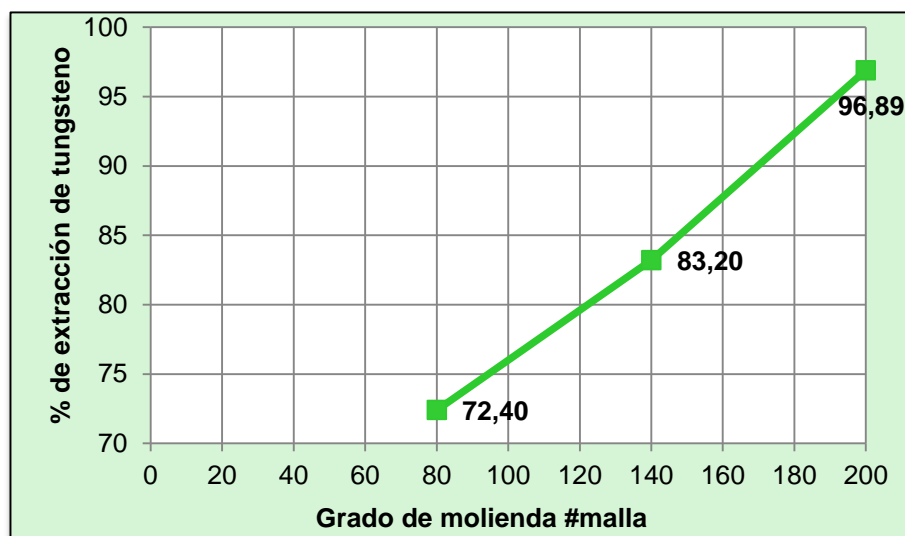


### 4.3 CALCINACIÓN ALCALINA CON $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Y LIXIVIACIÓN CON AGUA

El valor de las variables de calcinación y disolución, junto con los resultados obtenidos en cada experimento se muestran en el Anexo I.

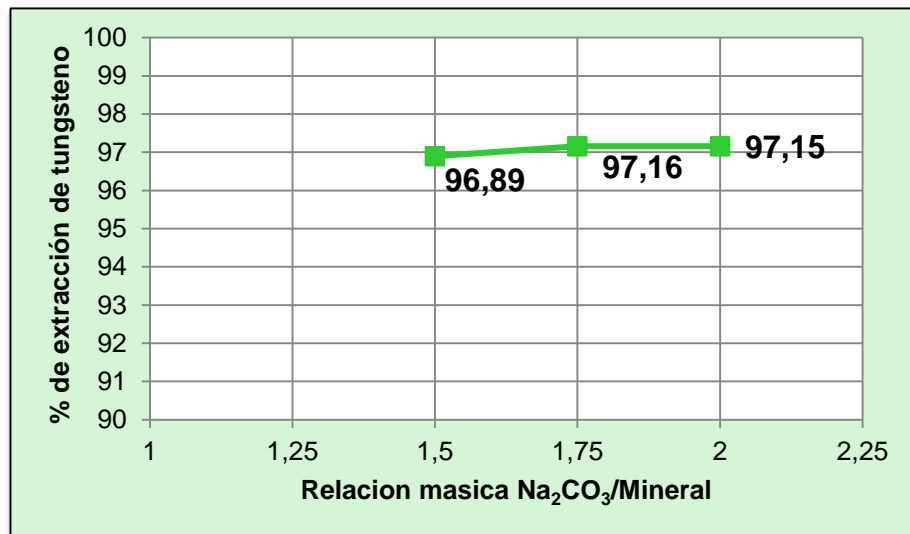
**4.3.1 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula:** Los resultados obtenidos en el estudio de esta variable se presentan en la Gráfica 7. Se puede observar que a medida que disminuye el tamaño de partícula, el porcentaje de disolución es mayor debido a que aumenta el área superficial de las partículas aumentando el contacto entre las especies reaccionante. El tamaño de partícula más apropiado para alcanzar la mayor disolución de tungsteno fue el de D90 #200.

**Gráfica 7.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tamaño de partícula con relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{Mineral}$  de 1.5, 550 °C por 2 hora de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución



**4.3.2 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Relación másica Carbonato/Mineral:** Se estudiaron las relaciones másicas Carbonato:Mineral de 1.5:1, 1.75:1 y 2:1, obteniendo los resultados que se muestran en la Gráfica 8. Se puede observar que al aumentar la cantidad de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  la disolución de tungsteno permanece aproximadamente constante, por tanto no se justifica el uso de una mayor cantidad de carbonato. En conclusión, la relación másica más apropiada de acuerdo a la experimentación realizada fue de 1,5. Es de anotar que el aumento del agente reaccionante no aumenta el porcentaje de extracción de tungsteno de manera significativa debido a la morfología del  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  formado en la capa de la partícula que impide que el reactivo sin reaccionar se difunda dentro de la partícula [1].

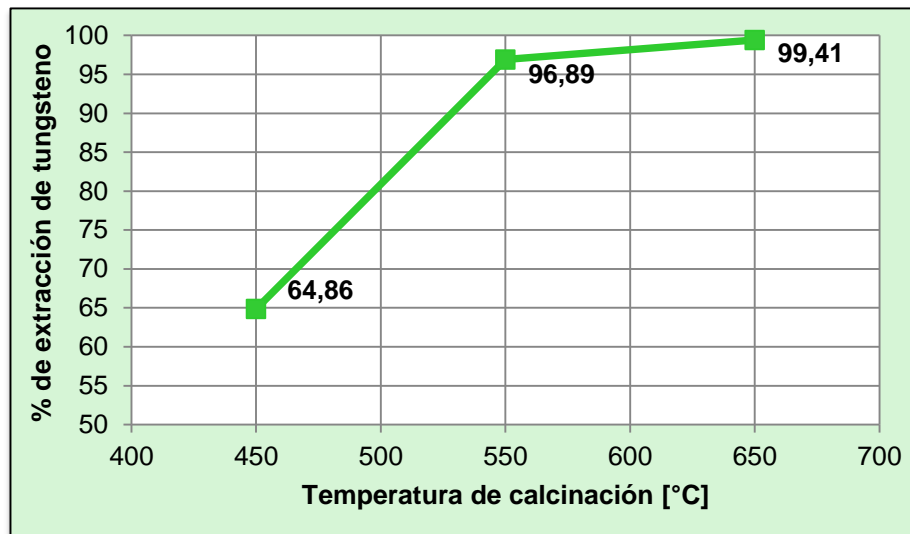
**Gráfica 8.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ /Mineral con tamaño de partícula D90#200, 550 °C por 2 horas de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución



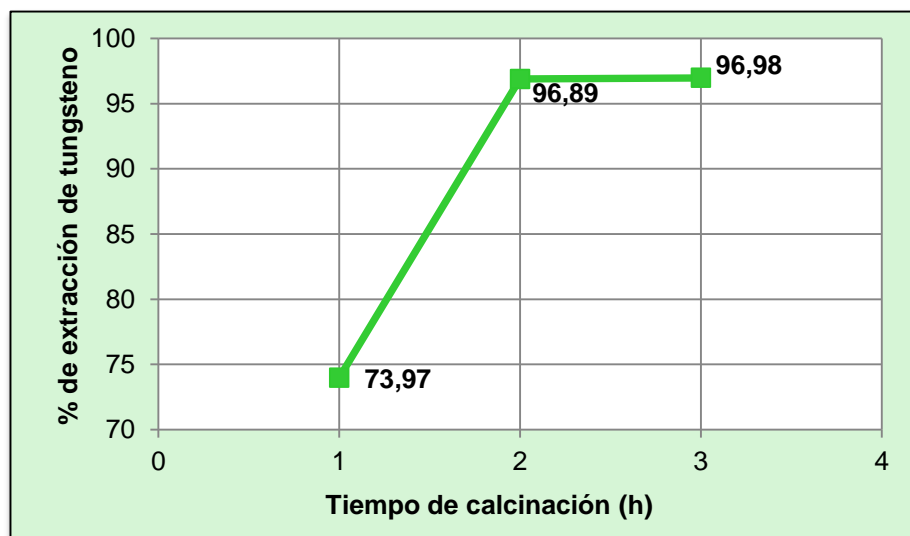
**4.3.3 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación:** Los resultados del comportamiento de la extracción del tungsteno con respecto a la temperatura de calcinación, se pueden ver en la Gráfica 9. Se observa que a 650 °C se obtuvo el mayor porcentaje de tungsteno extraído, 99,41%. Una observación microscópica [11] de la masa calcinada muestra que a temperaturas inferiores a 500 °C se encuentra  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sin reaccionar.

**4.3.4 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación:** Los ensayos de calcinación realizados con diferentes tiempos, 1, 2 y 3 horas, cuyos resultados se presentan en la Gráfica 10, muestran que el porcentaje de tungsteno disuelto aumenta significativamente entre 1 y 2 horas y a partir de las 2 horas este porcentaje se mantiene aproximadamente constante.

**Gráfica 9.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de calcinación con tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ /Mineral de 1.5, 2 hora de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución



**Gráfica 10.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de calcinación con Tamaño de partícula D90#200, relación másica  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ /Mineral de 1.5, 550°C de calcinación y 80 °C por 30 minutos de disolución

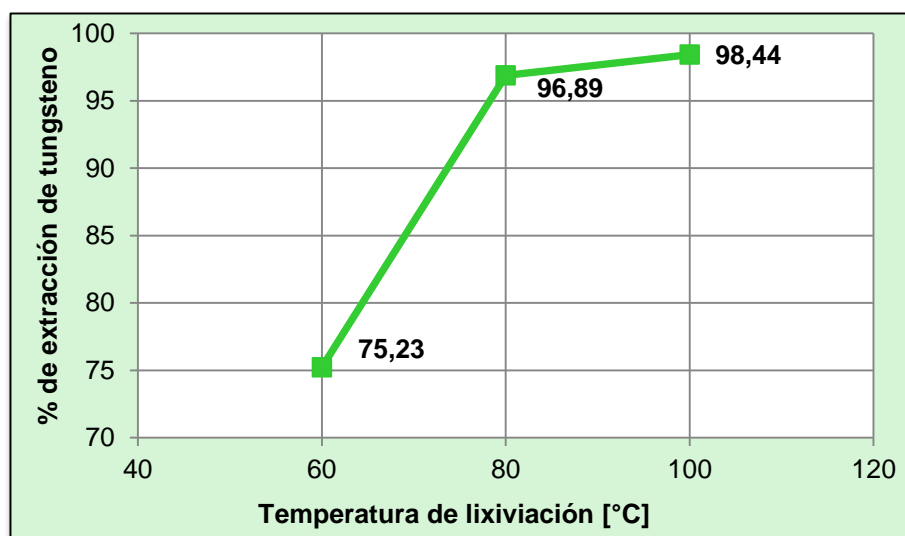


**4.3.5 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación:** Los resultados de estos ensayos se presentan en la Gráfica 11, de donde se puede deducir que el porcentaje de disolución de tungsteno aumenta significativamente hasta 80 °C para luego incrementar levemente. En consecuencia, teniendo en cuenta el gasto energético y los posibles problemas operativos al trabajar a temperaturas cercanas a la de ebullición del agua, se recomienda trabajar a temperaturas de lixiviación cercanas a los 80 °C. El aumento en la extracción del tungsteno con el aumento de la temperatura se debe a que aumenta el rango de pH y las condiciones de oxidación para encontrar el tungsteno en forma de sus especies iónicas.

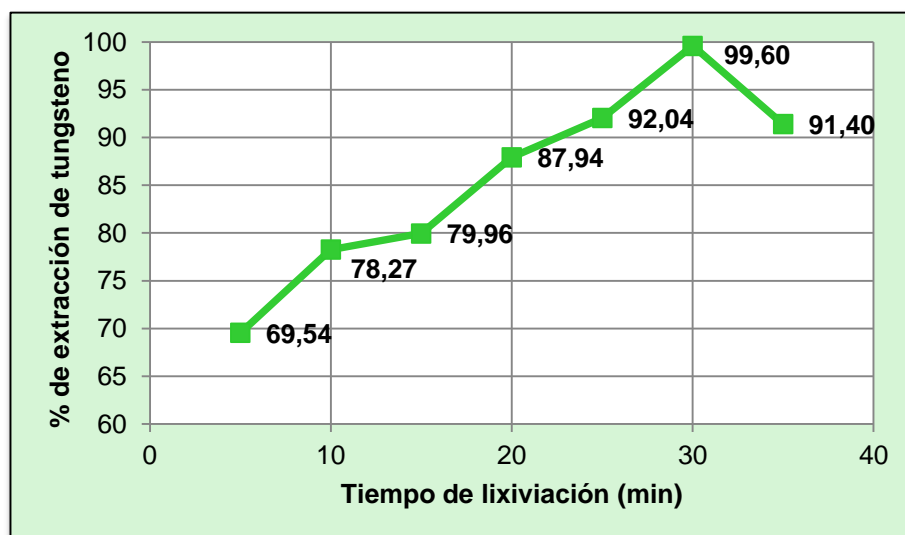
**4.3.6 Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación:** La cinética del proceso de lixiviación se estudió mediante la realización de ensayos experimentales, tomando muestras cada 5 minutos por un tiempo total de 35 minutos, bajo las mejores condiciones determinadas con los ensayos anteriores: tamaño de partícula D90 #200, relación Carbonato:Mineral 1,5:1, 650 °C por 2 horas de calcinación y 80 °C en la lixiviación. En el Anexo J se presentan los resultados obtenidos.

Los resultados del comportamiento cinético de la lixiviación con agua se muestran en la Gráfica 12, en donde se puede apreciar que existe una cinética rápida entre 5 y 10 minutos, luego entre 10 y 15 minutos una cinética lenta, entre 15 y 30 minutos se observa un incremento significativo, llegando a un 99,6% de extracción del tungsteno. Desde el minuto 30 se observa una disminución de la extracción del tungsteno, probablemente debida a una posible reprecipitación del tungsteno o a la varianza del error experimental.

**Gráfica 11.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Temperatura de lixiviación con tamaño de partícula D90#200, relación másica Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Mineral de 1.5, 550 °C por 2 horas de calcinación y 30 minutos de disolución



**Gráfica 12.** Porcentaje de extracción de tungsteno vs. Tiempo de lixiviación con tamaño de partícula D90#200, relación másica Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>/Mineral de 1.5, 650 °C por 2 horas de calcinación y 80 °C de disolución



## 5. CONCLUSIONES

- Mediante el tratamiento de calcinación alcalina con hidróxido de sodio NaOH seguido de la lixiviación con agua se lograron porcentajes de extracción de tungsteno del orden del 98% bajo las siguientes condiciones experimentales, tamaño de partícula D90 #200, 15% en exceso de NaOH, 650 °C por 1 hora de calcinación, y luego lixiviándolo con agua caliente a 50 °C por un tiempo de 12 minutos y con una agitación de 200 rpm.
- Para el tratamiento de calcinación alcalina con carbonato de sodio Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> seguido de la lixiviación con agua se lograron porcentajes de extracción de tungsteno del orden del 99% bajo las siguientes condiciones experimentales, tamaño de partícula D90 #200, relación másica Carbonato:Mineral de 1.5:1, 650 °C por 2 horas de calcinación, y luego lixiviándolo con agua caliente a 80 °C por un tiempo de 30 minutos y con una agitación de 600 rpm.
- Mediante los análisis de Fluorescencia y Difracción de Rayos X, se pudo concluir que el material de experimentación correspondía a un concentrado de tungsteno al contener un 53,54% de W o de 67,52% de WO<sub>3</sub> y que además corresponde a un concentrado de Wolframita al contener un 21,8% de Tungstato de Manganeso (MnWO<sub>4</sub>) y un 23,5% de Tungstato de Hierro (FeWO<sub>4</sub>).

## 6. RECOMENDACIONES

- Realizar pruebas experimentales con menor cantidad de reactivos alcalinos para determinar su efecto en el porcentaje de extracción de tungsteno.
- Se recomienda realizar un análisis económico y ambiental de las dos rutas experimentadas ya que los porcentajes de extracción fueron similares.
- Estudiar la ruta de la lixiviación directa en autoclaves con soluciones de NaOH para efectuar una comparación con las estudiadas en este trabajo.
- Evaluar la molienda intensiva como proceso de pretratamiento en la extracción hidrometalúrgica del tungsteno.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1]. AMER, A.M. Investigation Of The Direct Hydrometallurgical Processing Of Mechanically Activated Low-Grade Wolframite Concentrate. Alexandria, Egypt : s.n. 2000.
- [2]. DIMITRIJEVIC, V; DIMITRIJEVIC, M. and MILANOVI, D. Recovery Of Tungsten From Low-Grade Scheelite Concentrate By Sodaash Roast – Leach Method. Serbia & Montenegro : J. Min. Met. 40A (1), 2004.
- [3]. FRONTINO PAULINO, Jéssica; MANTOVANO, José Luiz; AFONSO, Julio Carlos. Recovery Of Tungsten By Liquid–Liquid Extraction From A Wolframite Concentrate After Fusion With Sodium Hydroxide. Rio de Jneiro : s.n. 2012.
- [4]. HENDERSON, A W; RHOADS, S C; BROWN, R R. Extraction of tungsten from ore concentrates by chionnation. U.S Bureau of Mines : s.n. 1965.
- [5]. INTERNATIONAL TUNGSTEN INDUSTRY ASSOCIATION ITIA. Minerals & Deposits [en línea] < <http://www.itia.info/minerals-deposits.html> > [citado en junio de 2006]
- [6]. LASSNER, Erik; SCHUBERT, Wolf-Dieter. Tungsten. Properties, Chemistry, Technology of the element, Alloys, and Chemical Compounds. New York : Kluwer Academic/plenum publishers, 1999.
- [7]. LUQUE, T; ERNESTO, J;. Manual De Análisis Instrumental. Nariño : s.n., 1988.

[8]. MEACHAM, Carl; FARAH, Douglas; LAMB, Robert D. Colombia, Peace and Stability in the Post-Conflict Era. New York : s.n. 2014.

[9] PARAMGURU R.K, JENA K.N, SAHOO P.K. Extraction Of Tungsten From Scheelite Concentrate By Soda Ash Roast–Leach Method. Trans. Inst. Min. Metall., 99 (1990), pp. C67–C70].

[10]. SKOOG, Douglas A; WEST, Donald M. Análisis Instrumental. Stanford University : s.n. 1989.

[11]. SRINIVAS K, SREENIVAS T, NATARAJAN R, PADMANABHAN N.P.H. Studies On The Recovery Of Tungsten From A Composite Wolframite–Scheelite Concentrate. India : s.n. 2000.

[12]. SUBRAMANIAN C, SURI A.K, GUPTA C.K. Processing Of Low Grade Tungsten Concentrates Of Degana. Trans. Indian Inst. Met., 45 (4) (1992), pp. 207–213

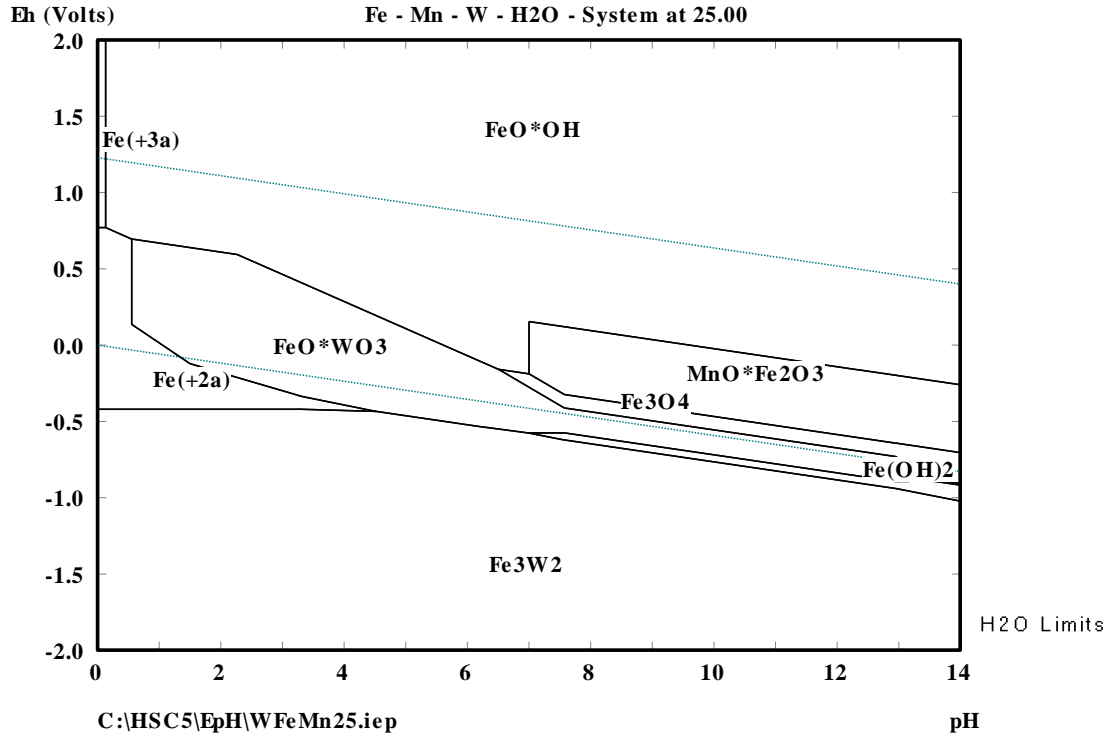
[13]. WERNER, A B T; SINCLAIR, W D; AMEY, E B. International Strategic mineral issues Summary report-tungsten. U.S. Geological Survey : s.n., 1998.

[14]. ZELIKMAN, A N; KREIN, O E; SAMSONOV, G. V. Metallurgy Of Rares Metals. Jerusalem : s.n., 1966.

[15]. ZHONGWEI, Zhao; HONGGUI, Li; MAOSHENG, Liu; PEIMEI, Sun; YUNJIAO, LI. Soda Descomposition Of Low-Grade Tungsten Ore Through Mechanical Activation. 2, China : s.n. 1993, Vol. 3.

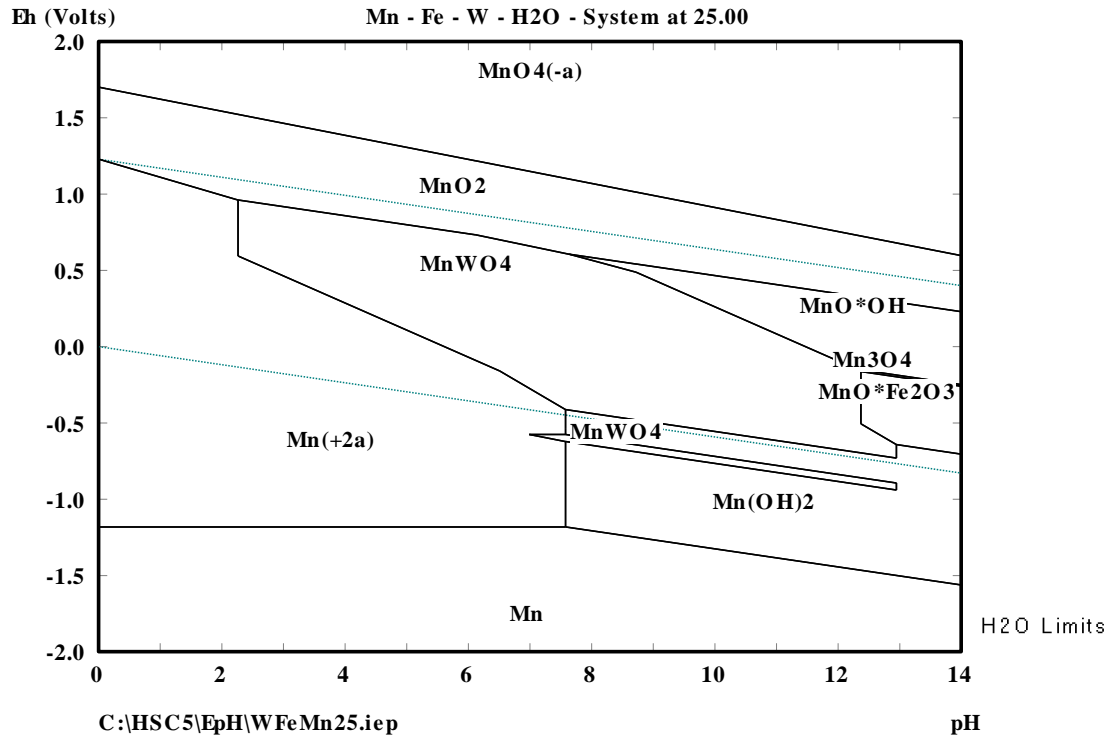
# ANEXOS

## ANEXO A. DIAGRAMA POURBAIX Fe-Mn-W- H2O



ELEMENTS	Molality	Pressure
W	1.000E+00	1.000E+00
Fe	1.000E+00	1.000E+00
Mn	1.000E+00	1.000E+00

## ANEXO B. DIAGRAMA POURBAIX Mn-Fe-W -H2O



ELEMENTS	Molality	Pressure
W	1.000E+00	1.000E+00
Fe	1.000E+00	1.000E+00
Mn	1.000E+00	1.000E+00

## ANEXO C. ANÁLISIS QUÍMICO

**Absorción atómica:** La espectroscopia de absorción atómica es un método utilizado para caracterizar elementos químicos, especialmente metálicos que después de ser diluidos en una solución, se dispersan en el equipo y con una flama se pulverizan con el objetivo de tener la muestra en estado gaseoso atómico.

Luego se hace pasar un rayo luminoso de la misma longitud de onda que puede ser admitida por el material utilizando una lámpara de cátodo hueco, en la cual el cátodo está recubierto del elemento a determinar. Debido a que la muestra está en estado gaseoso, las bandas de absorción son muy estrechas [10].

## **Componentes del espectrofotómetro de absorción atómica.**

En esencia el espectrofotómetro de absorción atómica consta de:

- Lámpara de cátodo hueco
- Reguladores de presión
- Sistema atomizador – quemador

Para su funcionamiento se necesitan, además cilindros de gas y manómetros. Según la marca o el modelo pueden existir algunas variaciones en cuanto a los componentes [7].

## **PREPARACION ESTANDAR DE LAS SOLUCIONES**

### **Materiales estándar recomendados:**

Barra metálica de tungsteno 99,99%

Tungstato de sodio E.R. Grado  $\text{Na}_2\text{WO}_4$

### **Solución técnica:**

Disolver 1.000 g de tungsteno metálico en 20 ml de ácido nítrico y 10 ml de ácido fluorhídrico en un beaker PTFE. Diluir hasta 1 litro en un matraz aforado de plástico para dar 1000  $\mu\text{g}/\text{ml}$  de W.

- **PARAMETROS DEL INSTRUMENTO RECOMENDADO**

### **Absorción atómica:**

Condiciones de trabajo (fijas)		
corriente de la lámpara		20 mA
Combustible		Acetileno
Soporte		Óxido nitroso
Estequiometría de la llama	Reducción, cono rojo de 1-2 cm	

Condiciones de trabajo (variables)		
Longitud de Onda nm	Anchura de rendija	Rango de trabajo óptimo $\mu\text{g/mL}$
255.1	0.2	10-1500
400.9	0.5	40-4000
407.4	0.5	80-8000

#### Emisión de llama

Longitud de onda	400.9 nm
Anchura de rendija	0.1 nm
Combustible	Acetileno
Soporte	Óxido nitroso
Límite de detección	3 $\mu\text{g/mL}$

- INTERFERENCIAS**

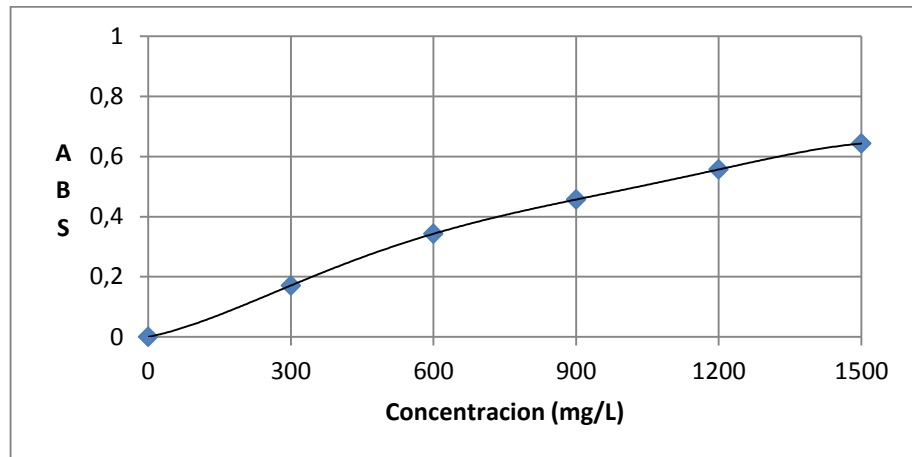
La línea de resonancia 400,9 nm puede ser preferible debido a una mejora de la relación señal-ruido. En un medio de ácido fosfórico o sulfúrico, la absorbancia de tungsteno depende de la presencia o ausencia de hierro, cobalto, cobre, potasio y varias otras especies. En un medio de ácido fluorhídrico, potasio (al menos) no tiene ningún efecto. Se reporta que Fluoruro de amonio no tiene efecto sobre los estándares que contienen sodio y potasio.

## REFERENCIAS

Thomas, P.E. and Pickering, W.F., *Talanta*, **18**, 127 (1971)

Bond, A.M., *Anal. Chem.*, **42**, 932 (1970)

## Gráfica de calibración



## ANEXO D. GRANULOMETRIA DEL MINERAL

Mineral concentrado- tamaño de partícula D90#200

N° de tamiz	abertura en $\mu\text{m}$	peso retenido	%peso retenido	%acumulado retenido	%acumulado pasante
60	250	0,2	0,2	0,2	99,8
80	180	0,3	0,3	0,5	99,5
100	150	1,2	1,2	1,7	98,3
140	106	3,1	3,1	4,8	95,2
200	75	5,2	5,2	10	90
fondo	0	90	90	100	0
total		100			

Mineral concentrado- tamaño de partícula D90#140

N° de tamiz	abertura en $\mu\text{m}$	peso retenido	%peso retenido	%acumulado retenido	%acumulado pasante
60	250	0,5	0,5	0,5	99,5
80	180	1,1	1,1	1,6	98,4
100	150	2,6	2,6	4,2	95,8
140	106	5,8	5,8	10	90
200	75	32,5	32,5	42,5	57,5
fondo	0	57,5	57,5	100	0
total		100			

Mineral concentrado- tamaño de partícula D90#80

N° de tamiz	abertura en $\mu\text{m}$	peso retenido	%peso retenido	%acumulado retenido	%acumulado pasante
60	250	3,7	3,7	3,7	96,3
80	180	6,3	6,3	10	90
100	150	39,3	39,3	49,3	50,7
140	106	32,3	32,3	81,6	18,4
200	75	12,9	12,9	94,5	5,5
fondo	0	5,5	5,5	100	0
total		100			

## **ANEXO E. ANÁLISIS CUANTITATIVO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X (FRX) DEL MINERAL CONCENTRADO**

### **SISTEMA DE MEDICIÓN:**

- Los análisis cuantitativos se realizaron mediante el método QUANT-EXPRESS (parámetros fundamentales) en el rango de Sodio (Na) a Uranio (U), en un Espectrómetro Secuencial de Fluorescencia de Rayos-X de longitud de Onda Dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER.
- Tipo de detector: Centelleo (elementos pesados) y Flujo (elementos livianos)
- Fuente de Rayos X: tubo de Rodio (Rh)
- Goniómetro: de alta precisión para ángulos theta y 2 theta

### Mineral concentrado D90#200

ELEMENTO	CONCENTRACIÓN	OXIDO	CONCENTRACIÓN
W	53,54%	WO3	67,52%
Mn	10,96%	MnO	14,15%
Fe	6,58%	Fe2O3	9,41%
Si	2,31%	SiO2	4,94%
Al	1,48%	Al2O3	2,80%
K	0,26%	K2O	0,31%
Bi	0,19%	Bi2O3	0,22%
Nb	0,11%	SO3	0,21%
S	0,08%	Nb2O3	0,16%
Zn	0,08%	ZnO	0,10%
Ti	0,04%	TiO2	0,07%
Cu	0,03%	CuO	0,04%
Ga	0,03%	Ga2O3	0,03%
Mo	0,02%	MoO2	0,02%
Cr	0,01%	Cr2O3	0,02%

### Mineral concentrado D90 #140

ELEMENTO	CONCENTRACIÓN	OXIDO	CONCENTRACIÓN
W	49,42%	WO3	62,32%
Mn	9,99%	MnO	12,90%
Fe	6,99%	Fe2O3	10,00%
Si	4,34%	SiO2	9,28%
Al	2,24%	Al2O3	4,22%
K	0,35%	K2O	0,42%
Bi	0,20%	Bi2O3	0,22%
Nb	0,11%	SO3	0,16%
Zn	0,07%	Nb2O3	0,15%

<b>S</b>	0,07%	<b>TiO2</b>	0,09%
<b>Ti</b>	0,06%	<b>ZnO</b>	0,09%
<b>Cu</b>	0,03%	<b>CuO</b>	0,04%
<b>Ga</b>	0,03%	<b>Ga2O3</b>	0,03%
<b>Mo</b>	0,02%	<b>MoO3</b>	0,03%
<b>Cr</b>	0,02%	<b>Cr2O3</b>	0,02%

### Mineral concentrado D90 #80

<b>ELEMENTO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>	<b>OXIDO</b>	<b>CONCENTRACIÓN</b>
<b>W</b>	47,57%	<b>WO3</b>	59,99%
<b>Mn</b>	9,49%	<b>MnO</b>	12,25%
<b>Fe</b>	6,54%	<b>SiO2</b>	11,02%
<b>Si</b>	5,15%	<b>Fe2O3</b>	9,34%
<b>Al</b>	3%	<b>Al2O3</b>	5,66%
<b>K</b>	0,73%	<b>K2O</b>	0,88%
<b>Bi</b>	0,19%	<b>Bi2O3</b>	0,21%
<b>Nb</b>	0,10%	<b>Nb2O3</b>	0,15%
<b>Ti</b>	0,07%	<b>SO3</b>	0,12%
<b>Zn</b>	0,07%	<b>TiO2</b>	0,11%
<b>S</b>	0,05%	<b>ZnO</b>	0,08%
<b>Cu</b>	0,03%	<b>Cr2O3</b>	0,04%
<b>Cr</b>	0,03%	<b>CuO</b>	0,04%
<b>Ga</b>	0,03%	<b>Ga2O3</b>	0,04%
<b>Zr</b>	0,02%	<b>ZrO2</b>	0,03%
<b>Mo</b>	0,02%	<b>MoO3</b>	0,02%

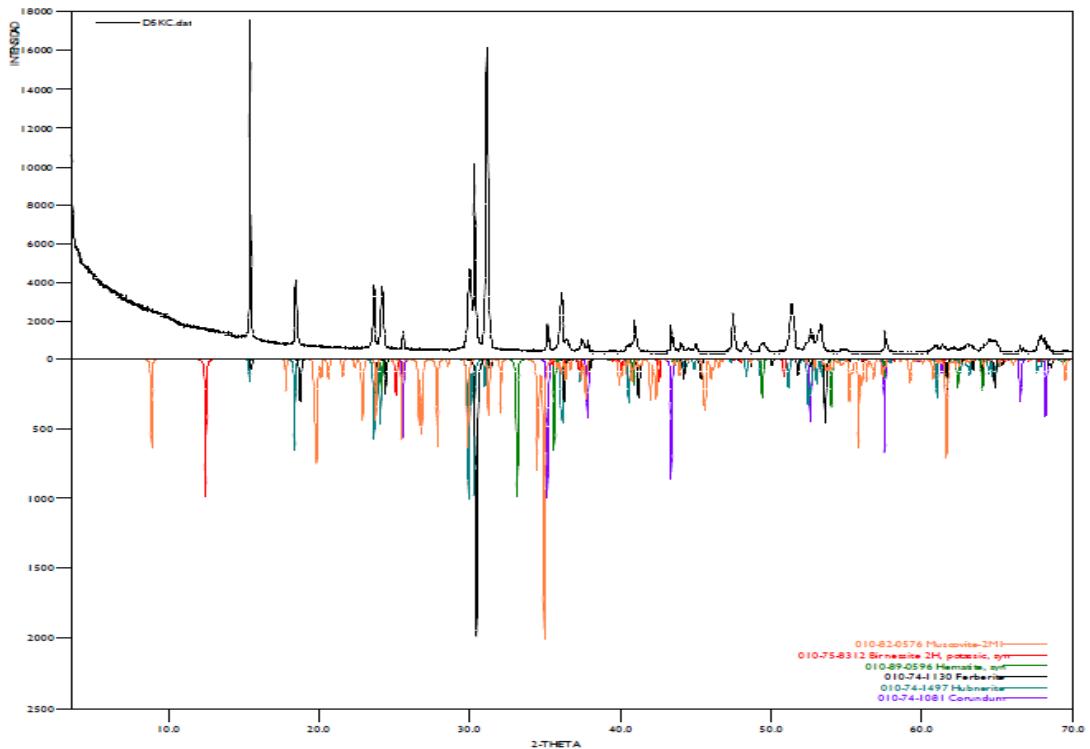
**ANEXO F. RESULTADOS DIFRACCIÓN DE RAYOS- X DEL MINERAL CONCENTRADO**

METODOLOGÍA DEL TRABAJO																							
<b>Preparación de la(s) muestra(s)</b>	Las muestras fueron pulverizadas en un mortero de ágata y llevadas a un tamaño menor de 38 $\mu\text{m}$ (400 mesh). El espécimen seleccionado de cada muestra fue montado en un portamuestra de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal.																						
<b>medición por Difracción de Rayos-X</b>	<p>Se realizó en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con Geometría DaVinci bajo las siguientes condiciones:</p> <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 60%;">Voltaje</td> <td style="text-align: right;">40(kV)</td> </tr> <tr> <td>Corriente</td> <td style="text-align: right;">30(mA)</td> </tr> <tr> <td>Rendija de Divergencia</td> <td style="text-align: right;">0.6mm</td> </tr> <tr> <td>Rendijas Soller Primario</td> <td style="text-align: right;">2.5°</td> </tr> <tr> <td>Muestreo</td> <td style="text-align: right;">0.01526° 2theta</td> </tr> <tr> <td>Rango de Medición</td> <td style="text-align: right;">3.5-70° 2theta</td> </tr> <tr> <td>Radiación</td> <td style="text-align: right;">CuK<math>\alpha</math>1</td> </tr> <tr> <td>Filtro</td> <td style="text-align: right;">Níquel</td> </tr> <tr> <td>Detector</td> <td style="text-align: right;">Lineal LynxEye</td> </tr> <tr> <td>Tipo de barrido</td> <td style="text-align: right;">A pasos</td> </tr> <tr> <td>Tiempo de muestreo</td> <td style="text-align: right;">0.4 segundos</td> </tr> </table>	Voltaje	40(kV)	Corriente	30(mA)	Rendija de Divergencia	0.6mm	Rendijas Soller Primario	2.5°	Muestreo	0.01526° 2theta	Rango de Medición	3.5-70° 2theta	Radiación	CuK $\alpha$ 1	Filtro	Níquel	Detector	Lineal LynxEye	Tipo de barrido	A pasos	Tiempo de muestreo	0.4 segundos
Voltaje	40(kV)																						
Corriente	30(mA)																						
Rendija de Divergencia	0.6mm																						
Rendijas Soller Primario	2.5°																						
Muestreo	0.01526° 2theta																						
Rango de Medición	3.5-70° 2theta																						
Radiación	CuK $\alpha$ 1																						
Filtro	Níquel																						
Detector	Lineal LynxEye																						
Tipo de barrido	A pasos																						
Tiempo de muestreo	0.4 segundos																						
<b>Tipo de Análisis</b>	<p><b>ANÁLISIS CUALITATIVO</b></p> <p>El análisis cualitativo de las fases presentes en la muestra se realizó mediante comparación del perfil observado con los perfiles de difracción reportados en la base de datos PDF-2 del <i>International Centre for Diffraction Data</i>(ICDD).</p>																						

### ANÁLISIS CUANTITATIVO

El análisis cuantitativo de las fases encontradas se realizó mediante el refinamiento por el Método de Rietveld del perfil observado habiéndole agregado a la muestra una cantidad conocida de un estándar interno (Aluminum oxide, Corundum,  $\alpha$ -phase) correspondiente al 20%.

FASE		NOMBRE	CUANTITATIVO
Cristalinos	MnWO <sub>4</sub>	Hubnerita	21,80%
	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Hematita	1,50%
	K <sub>0.46</sub> (Mn <sub>2</sub> O <sub>4</sub> )(H <sub>2</sub> O) <sub>1.55</sub>	Birnessita	N.C
	KAl <sub>2</sub> (AlSi <sub>3</sub> O <sub>10</sub> )(OH) <sub>2</sub>	Moscovita	N.C
	FeWO <sub>4</sub>	Ferberita	23,50%
Total Cristalino			46,80%
Amorfos y Otros			53,20%



**ANEXO G. TABLA DE DATOS DE VARIABLES DE CALCINACIÓN CON NaOH Y LIXIVIACIÓN CON AGUA**

T [°C], t [h], % REACTIVO EXCESO DE LA CALCINACIÓN	TAMAÑO PARTÍCULA MINERAL	MASA MINERAL [gr]	MASA NaOH [gr]	T [°C], t [min] DIGESTION	VOLUMEN LIXIVIADO [L]	Ph	MASA MATERIAL INSOLUBLE SECO [gr]	LECTURA DE W [ppm]	RAZÓN DE DILUCIÓN DEL LIXIVIADO	CONCENTRACIÓN DE W mg/L	MASA W DISUELT [gr]	MASA W EN EL MINERAL [gr]	% DE DISOLUCION DE W
650, 1, 15	D90 #80	5.04	2.973	50, 10	0.618	12.2	1.817	120.5	25	3012.5	1.862	2.3975	77.65
650, 1, 15	D90 #80	5.04	2.965	50, 10	0.65	12.2	2.0322	118.2	25	2955	1.921	2.3975	80.11
650, 1, 15	D90 #140	5.03	2.96	50, 10	0.62	12.2	2.1218	292.5	12.5	3656.25	2.267	2.4858	91.19
650, 1, 15	D90 #140	5.03	2.98	50, 10	0.608	12.2	2.1351	140.9	25	3522.5	2.142	2.4858	86.16
650, 1, 15	D90 #200	5.057	2.975	50, 10	0.59	12.3	1.9308	360.1	12.5	4501.25	2.656	2.7075	98.09
650, 1, 15	D90 #200	5	2.973	50, 10	0.58	12.3	1.9241	362.1	12.5	4526.25	2.625	2.6770	98.07
650, 1, 25	D90 #200	5.02	3.235	50, 10	0.62	12.4	1.7896	337.9	12.5	4223.75	2.619	2.6877	97.43
650, 1, 25	D90 #200	5.03	3.22	50, 10	0.548	12.4	1.9836	382	12.5	4775	2.617	2.6931	97.16
650, 1, 35	D90 #200	5.03	3.489	50, 10	0.586	12.5	2.1398	357.3	12.5	4466.25	2.617	2.6931	97.18
650, 1, 35	D90 #200	5.04	3.48	50, 10	0.588	12.5	1.9509	357.6	12.5	4470	2.628	2.6984	97.40
450, 1, 15	D90 #200	5.06	2.976	50, 10	0.7	12.3	2.8577	169	12.5	2112.5	1.479	2.7091	54.58
450, 1, 15	D90 #200	5.05	2.97	50, 10	0.66	12.3	2.6852	192.9	12.5	2411.25	1.591	2.7038	58.86

550, 1, 15	D90 #200	5	2.976	50, 10	0.582	12.2		236.3	12.5	2953.75	1.719	2.6770	64.22
550, 1, 15	D90 #200	5	2.978	50, 10	0.587	12.2		238.7	12.5	2983.75	1.751	2.6770	65.43
650, 2, 15	D90 #200	5.02	2.98	50, 10	0.564	12.2	1.8540	162.9	25	4072.5	2.297	2.6877	85.46
650, 2, 15	D90 #200	5.02	2.978	50, 10	0.569	12.2	1.8648	158.7	25	3967.5	2.258	2.6877	83.99
650, 3, 15	D90 #200	5.001	2.978	50, 10	0.596	12.4	1.2176	144.5	25	3612.5	2.153	2.6775	80.41
650, 3, 15	D90 #200	5.001	2.978	50, 10	0.596	12.4	1.2176	144.5	25	3612.5	2.153	2.6775	80.41
650, 1, 15	D90 #200	5.03	2.968	30, 10	0.545	12.4	1.8704	172.3	25	4307.5	2.348	2.6931	87.17
650, 1, 15	D90 #200	5.03	2.968	30, 10	0.54	12.4	1.7364	298.3	12.5	3728.75	2.014	2.6931	74.77
650, 1, 15	D90 #200	5.04	2.964	70, 10	0.6	12.3	1.9828	359.5	12.5	4493.75	2.696	2.6984	99.92
650, 1, 15	D90 #200	5.05	2.965	70, 10	0.58	12.3	2.0091	362.7	12.5	4533.75	2.63	2.7038	97.26

El color rojo indica la variable estudiada durante cada experimento

## ANEXO H. TABLA DE DATOS DEL TIEMPO DE LIXIVIACIÓN PREVIA CALCINACIÓN CON SODA

	TIEMPO (MIN)	LECTURA [ppm]	RAZÓN DE DILUCIÓN	PPM SLN	VOLUMEN LIXIVIADO	MASA DE W DISUELTO [gr]	MASA DE W EN EL MINERAL [gr]	% DE DISOLUCION DE W
<b>MUESTRA 1</b>	2	233.9	12.5	2923.75	0.568	1.661	2.515	66.02
	4	298.1	12.5	3726.25	0.568	2.117	2.515	84.14
	6	330.7	12.5	4133.75	0.568	2.348	2.515	93.34
	8	334	12.5	4175	0.568	2.371	2.515	94.27
	10	346.9	12.5	4336.25	0.568	2.463	2.515	97.91
	12	351.3	12.5	4391.25	0.568	2.494	2.515	99.16
	14	344.5	12.5	4306.25	0.568	2.446	2.515	97.24
<b>MUESTRA 2</b>	2	307.2	12.5	3840	0.535	2.054	2.517	81.63
	4	332.2	12.5	4152.5	0.535	2.222	2.517	88.27
	6	352	12.5	4400	0.535	2.354	2.517	93.53
	8	369.9	12.5	4623.75	0.535	2.474	2.517	98.29
	10	368	12.5	4600	0.535	2.461	2.517	97.78
	12	367.8	12.5	4597.5	0.535	2.460	2.517	97.73
	14	363.6	12.5	4545	0.535	2.432	2.517	96.61

**ANEXO I. TABLA DE DATOS DE VARIABLES DE CALCINACIÓN CON Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Y LIXIVIACIÓN CON AGUA**

T [°C], t [h], PROPORCION MINERAL-NaCO <sub>3</sub> DE CALCINACIÓN [°C]	TAMAÑO PARTICULA	MASA MINERAL [gr]	MASA NaCO <sub>3</sub> [gr]	MASA NaNO <sub>3</sub> [gr]	T [°C], t [min] DISOLUCIÓN	VOLUMEN LIXIVIADO [L]	Ph	MASA MATERIAL INSOLUBLE SECO [gr]	LECTURA DE W [ppm]	RAZÓN DE DILUCIÓN DEL LIXIVIADO	CONCENTRACIÓN DE W mg/L	MASA W DISUELTO [gr]	MASA W EN EL MINERAL [gr]	% DE DISOLUCION DE W
550, 2, 1-1.5	D90 #80	5.013	7.54	2.57	80, 30	0.142	11.90	1.833	120.0	100	12000	1.7040	2.6840	63.49
550, 2, 1-1.5	D90 #80	5.011	7.54	2.54	80, 30	0.144	11.88	1.853	121.4	100	12140	1.7482	2.6829	65.16
550, 2, 1-1.5	D90 #140	5.020	7.55	2.52	80, 30	0.144	11.98	1.887	276.6	50	13830	1.9915	2.6877	74.10
550, 2, 1-1.5	D90 #140	5.010	7.51	2.51	80, 30	0.146	12.06	1.994	292.1	50	14605	2.1323	2.6824	79.49
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.220	7.53	2.53	80, 30	0.146	11.79	2.099	376.5	50	18825	2.7485	2.7948	98.34
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.230	7.55	2.53	80, 30	0.144	11.81	2.117	185.6	100	18560	2.6726	2.8001	95.45
550, 2, 1-1.75	D90 #200	5.080	8.78	2.95	80, 30	0.140	11.84	2.334	190.2	100	19020	2.6628	2.7198	97.90
550, 2, 1-1.75	D90 #200	5.080	8.79	2.96	80, 30	0.144	11.91	2.161	182.1	100	18210	2.6222	2.7198	96.41
550, 2, 1-2.0	D90 #200	5.060	10.07	3.33	80, 30	0.149	11.83	2.192	352.6	50	17630	2.6269	2.7091	96.96
550, 2, 1-2.0	D90 #200	5.020	10.06	3.34	80, 30	0.146	11.95	2.180	358.4	50	17920	2.6163	2.6877	97.34

450, 2, 1-1.5	D90 #200	5.025	7.51	2.54	80, 30	0.146	11.39	1.958	103.9	100	10390	1.5169	2.6904	56.38
450, 2, 1-1.5	D90 #200	5.012	7.55	2.56	80, 30	0.146	11.50	2.043	269.6	50	13480	1.9681	2.6834	73.34
650, 2, 1-1.5	D90 #200	5.002	7.52	2.50	80, 30	0.148	11.69	1.891	180.7	100	18070	2.6744	2.6781	99.86
650, 2, 1-1.5	D90 #200	5.005	7.51	2.53	80, 30	0.140	11.81	1.844	189.4	100	18940	2.6516	2.6797	98.95
550, 1, 1-1.5	D90 #200	5.030	7.52	2.53	80, 30	0.153	11.88	1.993	263.1	50	13155	2.0127	2.6931	74.74
550, 1, 1-1.5	D90 #200	5.040	7.52	2.53	80, 30	0.142	11.96	1.967	278.2	50	13910	1.9752	2.6984	73.20
550, 3, 1-1.5	D90 #200	5.060	7.52	2.52	80, 30	0.142	11.86	1.964	184.6	100	18460	2.6213	2.7091	96.76
550, 3, 1-1.5	D90 #200	5.050	7.52	2.52	80, 30	0.146	11.92	1.844	180.0	100	18000	2.6280	2.7038	97.20
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.008	7.51	2.50	60, 30	0.150	11.82	1.851	267.2	50	13360	2.0040	2.6813	74.74
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.004	7.54	2.50	60, 30	0.151	11.85	1.992	268.7	50	13435	2.0287	2.6791	75.72
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.070	7.53	2.55	100, 30	0.130	11.93	1.918	203.0	100	20300	2.6390	2.7145	97.22
550, 2, 1-1.5	D90 #200	5.070	7.56	2.55	100, 30	0.100	12.01	2.028	270.5	100	27050	2.7050	2.7145	99.65

El color rojo indica la variable estudiada durante cada experimento

## ANEXO J. TABLA DE DATOS DEL TIEMPO DE LIXIVIACIÓN PREVIA CALCINACIÓN CON CARBONATO

	TIEMPO (MIN)	LECTURA [ppm]	RAZÓN DE DILUCIÓN	PPM SLN	VOLUMEN LIXIVIADO	MASA DE W DISUELTO [gr]	MASA DE W EN EL MINERAL [gr]	% DE DISOLUCION DE W
PROMEDIO MUESTRAS 1 Y 2	5	251	50	12550	0.1385	1.738175	2.49956476	69.53910648
	10	282.5	50	14125	0.1385	1.9563125	2.49956476	78.26612582
	15	288.6	50	14430	0.1385	1.998555	2.49956476	79.95612004
	20	317.4	50	15870	0.1385	2.197995	2.49956476	87.93510915
	25	332.2	50	16610	0.1385	2.300485	2.49956476	92.035423
	30	359.5	50	17975	0.1385	2.4895375	2.49956476	99.59883976
	35	329.9	50	16495	0.1385	2.2845575	2.49956476	91.39821206

**ANEXO K. ANALISIS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS- X PARA 3  
MUESTRAS DE RESIDUOS SÓLIDOS**

Oxido	% m/m			Elemento	% m/m		
	15%	25%	35%		15%	25%	35%
MnO	42,86	41,59	41,03	Mn	33,19	32,21	31,78
Fe2O3	25,3	25,23	24,34	Fe	17,7	17,65	17,02
Na2O	13,56	12,17	12,67	Na	10,06	9,03	9,40
I	6,94	7,53	9,21	I	6,94	7,53	9,21
WO3	3,38	4,87	4,47	W	2,68	3,86	3,55
SiO2	3,06	3,69	3,54	Si	1,43	1,72	1,66
Al2O3	2,22	2,11	2,03	Al	1,18	1,11	1,08
K2O	0,84	0,97	0,81	K	0,70	0,81	0,68
Bi2O3	0,49	0,49	0,48	Bi	0,44	0,44	0,43
TiO2	0,47	0,47	0,56	Nb	0,32	0,32	0,30
Nb2O3	0,46	0,46	0,44	Ti	0,28	0,28	0,34
ZnO	0,14	0,14	0,13	Zn	0,11	0,11	0,11
CaO	0,09	0,09	0,08	Ca	0,06	0,07	0,05
PbO	0,05	0,05	0,05	Pb	0,05	0,04	0,05
ZrO2	0,05	0,04	0,05	Zr	0,04	0,04	0,04
CuO	0,03	0,04	0,03	Cu	0,02	0,03	0,03
Ta2O5	0,02	0,03	0,02	Ta	0,01	0,02	0,02
Y2O3	0,02	0,02	0,01	Y	0,01	0,01	0,01
Cl	0,01	0,01	0,01	Cl	0,01	0,00	0,01