

Beneficiación de ilmenita mediante reducción con hidrógeno

RESUMEN

En el trabajo presente se describen los ensayos realizados tendientes a la eliminación del hierro de la ilmenita, con la finalidad de producir un sustituto del rutilo. El mismo está basado en la reducción del hierro y su disolución posterior con una solución de cloruro férrico.

Se estudian y establecen las condiciones experimentales para la realización de las siguientes etapas:

- a) Reducción en corriente de hidrógeno del mineral previamente oxidado, que hace una conversión casi cuantitativa al estado metálico del hierro combinado.
- b) Disolución del hierro elemental mediante una solución de cloruro férrico, dejando un residuo enriquecido en titanio.

El procedimiento descrito, estudiado y desarrollado en escala de laboratorio, aplicado a la ilmenita de Aguas Dulces con 50.1 % en TiO_2 , permite obtener un concentrado con un contenido en dióxido de titanio de alrededor del 90%.

A. N. C. A. P.

Centro de
Investigaciones
Tecnológicas
P a n d o

Presentado al
XI CONGRESO
LATINOAMERICANO DE
QUIMICA

Santiago de Chile - Enero de 1972

1.— Sustitutos del rutilo por beneficiación de ilmenita.

1.1 Disponibilidad de materias primas.

Los dos principales minerales del titanio, ilmenita y rutilo, tienen en la tecnología actual, aplicaciones diferentes. La ilmenita es usada primariamente en la manufactura de pigmento de titanio por el proceso del sulfato. El rutilo en cambio, debido a su riqueza elevada en dióxido de titanio y su bajo contenido en hierro, es empleado usualmente como materia prima en el proceso de cloración en la manufactura del pigmento —con ventajas sobre el método del ácido sulfúrico— y del metal mismo producido a partir del tetracloruro de titanio.

La ilmenita es la fuente mineral más abundante y barata, y al presente satisface el 85% de los requerimientos mundiales de titanio. Los recursos de rutilo sin embargo son limitados y si la explotación de sus yacimientos sigue expandiéndose para suministrar el 15 % restante de los requerimientos de la industria, las reservas conocidas se agotarán en unos 15 años. Más aún, dado que la demanda por el rutilo crece a mayor ritmo que la de la ilmenita, su abastecimiento podría hacerse crítico en la próxima década.

Ese consumo creciente del rutilo en la manufactura de tetracloruro de titanio usado en la producción de pigmento y del titanio metálico, junto con la incertidumbre de disponer por un plazo largo de un abastecimiento adecuado, ha conducido en años recientes, a una investigación intensiva para el desarrollo de métodos que permitan el uso de la ilmenita previamente beneficiada (1, 2, 3).

Otra razón compulsiva del interés en sustitutos del rutilo es el

alto costo de este mineral comparado con el de la ilmenita. El precio cotizado por rutilo 96 % en TiO_2 , f.o.b. en puertos del Atlántico, es de U\$S 160 por ton. corta, mientras que el de una ilmenita con alrededor de 54% de TiO_2 es de U\$S 18-19 en iguales condiciones (4).

Al presente entonces, es generalmente aceptado que la beneficiación de la ilmenita es la única solución para satisfacer a la demanda constantemente ascendente por rutilo. Esta situación actual de la industria y del mercado, parecería condicionar la explotación de yacimientos de ilmenita a la alternativa de enriquecerla convirtiéndola en un producto de mayor valor si el mineral no es de buena calidad y/o no existen puertos cercanos a los depósitos, de modo que ella pueda arribar a los mercados con un precio competitivo.

1.2 Investigación y desarrollo de métodos

Estados Unidos debido a la insuficiencia del abastecimiento doméstico de rutilo tiene la necesidad de importar todo el mineral utilizado por su industria. En 1967, la "Office of Emergency Preparedness" autorizó al Departamento del Interior a conducir un programa amplio de investigación para fomentar la expansión en la producción y uso de los minerales titaníferos nacionales. Como parte de ese programa, el Bureau of Mines condujo estudios para acelerar la producción comercial y usos de sustitutos del rutilo natural y examinar los procesos propuestos o investigados. Bajo el programa gubernamental proyectado, los consumidores de rutilo natural ensayaron concentrados experimentales, manufacturados a partir de minerales domésticos, para determinar si ellos podrían ser usados en lugar del mineral en

**ING.
ULISES PUIG y Cía.**

**A I R E
A CONDICIONADO**



VENTA Y SERVICIO:

**RIO BRANCO 1342
ESQ. 18 DE JULIO**

**Teléfonos: 98 26 34
8 47 47**

MONTEVIDEO

A R C A S . A .

EMPRESA CONSTRUCTORA

— **HORMIGON POROSO (en sitio)**

— **MATERIALES AISLANTES,
TERMICOS Y ACUSTICOS**

M. R. "Isotherm"

Dir. Téc. Ing. Ariel Ramos

CERRITO 597, P. 2, Esc 7

TELEFONO : 98 52 54

aplicaciones estratégicas (producción del metal, electrodos de soldadura, cerámicas, etc.); siendo evaluados los procesos de fabricación por el Bureau of Mines.

La "Summit Industrial Corporation" desarrolló a través de su subsidiaria la "Iron Chemical Corporation" un proceso patentado para la producción de concentrados de titanio, el cual fue operado en escala piloto durante el año 1968. Consiste en la reducción por carbón u otro reductor sólido de la ilmenita previamente oxidada, y lavado del hierro metálico mediante una solución de cloruro férrico, suministrando un producto con más del 90% en TiO_2 .

También en 1968, la "Quebec Iron and Titanium" (QIT), productora canadiense de escorias titaníferas, condujo investigaciones en planta piloto de un proceso para obtener un concentrado de dióxido de titanio apto para cloración, a partir de sus depósitos de ilmenita en Allard Lake, Quebec.

Durante el mismo año, la "Western Titanium", la mayor productora de ilmenita de Australia, operó una planta semicomercial proyectada para producir anualmente a partir de ilmenita 10.000 toneladas de un concentrado conteniendo alrededor de 93% de TiO_2 . Este proceso, desarrollado conjuntamente con la Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization, involucra la reducción del hierro a temperaturas inferiores a las de escorificación y posterior reoxidación del hierro en agua aireada y su separación del concentrado de dióxido de titanio por decantación.

1.3 Procesos de beneficiación.

La producción de rutilo a partir de ilmenita fundamentalmente implica la eliminación de hierro y a veces otros materiales de ganga de la ilmenita por medios químicos, metalúrgicos o una combinación de ambos, a fin de lograr un enriquecimiento en dióxido de titanio en la ilmenita procesada.

El producto obtenido ha recibido diversos nombres: "ilmenita beneficiada", "ilmenita enriquecida", "rutilo sintético", "con-

trados de dióxido de titanio" o "sustitutos del rutilo". Sin entrar a considerar las objeciones formales que se han hecho al uso de alguno de esos términos, ellos serán indistintamente usados.

Henn y Barclay (3), a fin de describir adecuadamente la gran variedad de procesos propuestos para la manufactura de sustitutos del rutilo los dividen en diez grupos de acuerdo a sus características individuales. Hartley (5), los clasifica en cuatro grupos con subdivisiones.

Cualquier clasificación debe ser lo suficientemente amplia para sistematizar las decenas de métodos propuestos en informes y patentes cuyas descripciones incluyen datos operacionales y, en algunos casos, una estimación de la calidad del producto obtenido. La clase de producto obtenido sin embargo, no es necesariamente el único factor por el cual deban juzgarse los méritos de un proceso particular, pues la riqueza del concentrado final depende grandemente de la composición de la ilmenita procesada.

La mayor parte de los tratamientos referidos son patentados y es probable que no hayan sido probados en otra forma que no sea en escala de laboratorio. Excepto la producción de escorias titaníferas a partir de ilmenitas de bajo grado, no se ha informado que ninguno esté en explotación comercial y parece lógico suponer que todos, salvo posiblemente los de reciente origen, sufren alguna desventaja ya sea económica o técnica.

La proliferación de métodos de beneficiación es probablemente debida a que en la mayoría de los casos los procesos han sido estudiados para un tipo particular de ilmenita, que constituye la fuente disponible en cada lugar. Por otra parte, esta circunstancia hace que la aplicación práctica de estos procesos dependa de la composición particular del mineral titanífero empleado (6).

Más brevemente, los distintos procedimientos de beneficiación desarrollados pueden ser agrupados en tres categorías generales: a) Fundición reductora en horno

de arco con la producción de arrabio y escoria titanífera.

b) Lixiviación de la ilmenita con ácidos para la eliminación del hierro y eventualmente otras impurezas (CaO, MgO, MnO₂, etc.).

c) Reducción directa de la ilmenita con agentes reductores gaseosos o sólidos seguido por tratamiento químico y/o mecánico del mineral reducido.

La última categoría abarca un conjunto promisorio y vasto de métodos que involucran la reducción de la ilmenita al estado sólido —en condiciones no escorificantes— utilizando carbón como reductor sólido (7, 8, 9, 10), o reductores gaseosos tales como hidrógeno o monóxido de carbono (11, 12, 13, 14, 15). Posteriormente el hierro reducido es separado por tratamiento con ácidos, (16, 17), soluciones de sales férricas (8, 14), separación magnética (18, 19, 20), por fusión (21) o por oxidación por aire del material suspendido en agua y separación por flotación o decantación (7, 10, 22, 23).

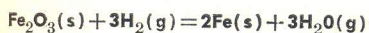
Dentro de los reductores se recuerda en señalar al hidrógeno como el más conveniente, al determinar una velocidad de reacción 2-3 veces mayor que con el uso del monóxido de carbono, lo cual implica un menor tiempo y mejor utilización del reductor (24, 25, 26); y ser más efectivo que el coque a bajas temperaturas (27).

2.— Reducción de la ilmenita con hidrógeno

2.1 Consideraciones acerca de la reacción.

El procedimiento consiste en reducir selectivamente el óxido de hierro contenido en la ilmenita a hierro metálico. Todos los métodos parten de un mineral preoxidado en el cual todo el hierro ha sido llevado a la forma de sesquióxido, Fe₂O₃. El óxido férrico es luego reducido por hidrógeno a altas temperaturas.

La reacción de reducción:



no transcurre a temperatura ambiente ($\Delta F^\circ_{298} = 13.2 \text{ kcal}$), siendo necesario operar a tempe-

raturas mayores que conduzcan a un valor más bajo de la energía libre.

Temperaturas altas favorecen esta reacción endotérmica

($\Delta H^\circ_{298} = 23.1 \text{ kcal}$) que además transcurre con un aumento de entropía al transferirse los átomos de oxígeno de una fase condensada (Fe₂O₃) a una gaseosa (H₂O).

La diferencia de capacidades caloríficas entre productos y reaccionantes, en base a las ecuaciones empíricas de variación de la capacidad calorífica con la temperatura (28), puede expresarse por:

$$\Delta C_P = -11,66 - 0.00526 T + 0.00000402 T^2 + 423400 T^{-2}$$

En el rango de temperatura para la cual esta ecuación es válida, el cambio de energía libre para la reacción de reducción puede estimarse por la expresión:

$$\Delta F^\circ_T = 28194 - 115T + 26.85 T \log T + 2.63 \cdot 10^{-3} T^2 - 6.7 \cdot 10^{-7} T^3 - 211700 T^{-1}$$

La reacción tiene un F° negativo (K mayor a la unidad) por encima de 510°C. En realidad esta condición es demasiado severa, pues de acuerdo a la expresión:

$$\Delta F^\circ_T = \Delta F^\circ + RT \ln \frac{(p_{\text{H}_2\text{O}})^3}{(p_{\text{H}_2})^3}$$

la temperatura de operación y la relación $p_{\text{H}_2}/p_{\text{H}_2\text{O}}$ no son independientes. Como se usa una corriente de hidrógeno, el vapor de H₂O formado es apartado continuamente del sistema por la corriente del gas y se producirán nuevas cantidades a fin de mantener el equilibrio exigido por la constante

$$K = \frac{(p_{\text{H}_2\text{O}})^3}{(p_{\text{H}_2})^3}$$

De este modo el óxido remanente sigue siendo reducido. Estos valores indican la posibilidad de reducción del óxido férrico a temperaturas moderadas pero no indican sobre su velocidad. La reducción completa a hierro metálico es un proceso esencialmente lento y si bien la reacción en sus primeras etapas progresa rápidamente luego la velocidad disminuye de un modo notable.

H O P R E S A

● TECHOS PRETENSIONADOS STALTON

● POSTES ETERNO

● COLUMNAS PARA ALUMBRADOS Y LINEAS ELECTRICAS

● CERCOS PREFABRICADOS EN HORMIGON

FABRICA

JOSE BATLLE Y ORDOÑEZ 5240
TELEFONO: 39 25 26

OFICINAS

CONVENCION 1169
TELEFONO: 98 22 15

AUTO-PALACE

S. R. L.

FIAT
AGENTE AYAX

GENERAL FLORES 2775

CASI GARIBALDI

TELS. 2 47 62 - 2 68 39

C O M P R A

V E N T A

P E R M U T A

U N I D A D E S

NUEVAS Y USADAS

DE AUTOMOVILES

Y CAMIONETAS

UNIVERSIDAD DE LA REPUBLICA
FACULTAD DE INGENIERIA Y AGRIMENSURA
BIBLIOTECA



**MATERIAS
PRIMAS**

**PRODUCTOS
QUIMICOS**

**EQUIPOS
INDUSTRIALES**

PROYECTOS

YI 1627 bis

MONTEVIDEO - URUGUAY

TELEFONOS

98 19 37 y 98 19 34

EMILIO

LALANNE LTDA.

INGENIERO - CONTRATISTAS

P A V I M E N T O S

B I T U M I N O S O S

COLONIA 1342

PISO 2 ESC. 6

TELEF. 98 61 88

Las consideraciones precedentes están basadas en valores para la reducción del Fe_2O_3 , pero la cinética y composiciones de equilibrio para el sistema compuesto por la ilmenita, pueden diferir de las correspondientes al óxido puro (29). Diversos autores (30, 31), han estudiado la cinética y mecanismo de la reacción de reducción de la ilmenita, lo cual aparentemente transcurre hasta los $900^\circ C.$, en dos etapas fundamentales:

a) reducción de la hematita a FeO en la forma $2FeO \cdot TiO_2$, completada a $500-600^\circ C.$

b) una segunda etapa a $600 - 900^\circ C.$ en la que hay una reducción parcial o completa de los óxidos de hierro a hierro metálico y una incipiente reducción del TiO_2 a óxidos inferiores.

Por otra parte la velocidad de la reacción está afectada por el tamaño de la partícula y también parece tener influencia el porcentaje de titanio en el mineral (32). Más aún, la temperatura usada en la oxidación previa influye en la formación de fases distintas en la ilmenita oxidada que pueden alternar su reducción posterior (33)

2.2 Material usado

La arena ilmenítica utilizada en estas experiencias fue obtenida a partir de un preconcentrado de arenas negras del yacimiento de Aguas Dulces (Dpto. de Rocha), de acuerdo a un esquema de separación desarrollado con el fin de determinar la posibilidad de recuperación de los minerales de valor comercial (34). Esta ilmenita responde a la siguiente composición en titanio y hierro:

COMPONENTE	%
TiO_2	50.1
FeO	28.4
Fe_2O_3	15.4

2.3 Procedimiento

Los ensayos fueron realizados en un aparato con la disposición típica comunmente usada para la determinación de carbono en aceros por combustión, pasando una corriente de hidrógeno sobre el lecho de la muestra contenida en una navicilla.

La temperatura deseada es lograda mediante un horno eléctrico de calentamiento regulable. Durante el transcurso del ensayo se efectuó el control permanente de la temperatura por medio de un pirómetro a termocupla.

El volumen de hidrógeno utilizado en la reacción es determinado mediante un medidor de flujo gaseoso.

Luego de purgar el aire del sistema se comienza el calentamiento. En todos los ensayos se hizo un período de precalentamiento de 15 minutos, para llegar desde la temperatura ambiente a la especificada en cada caso.

Transcurrido el tiempo de reacción fijado, la muestra reducida es enfriada en corriente de hidrógeno para evitar su reoxidación.

2.4 Influencia de la temperatura y cantidad de hidrógeno.

En una serie preliminar de ensayos se empleó una toma de ilmenita de 5 g., la cual ocupaba en la navicilla un espesor de 4-5 mm. El hidrógeno usado representa aproximadamente unas cinco veces el estequiométricamente necesario. Los resultados obtenidos figuran en la tabla I, y ellos establecen claramente un aumento de la velocidad de reducción con la temperatura.

TABLA I

INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA REDUCCION DE LA ILMENITA NATURAL

toma: 5 g.
tiempo: 30 min.
flujo de hidrógeno: 130 ml/min.

TEMP. ($^\circ C.$)	% DE REDUCCION
700	32.6
750	39.7
800	43.0
850	55.2
900	59.8

En experiencias posteriores, a fin de mejorar el contacto entre

el reductor gaseoso y la muestra sólida, ésta se redujo a la mitad. Manteniendo el mismo flujo de gas la cantidad de reductor usado en relación a la ilmenita es el doble que en los ensayos anteriores.

Con esta nueva relación reductor: muestra, se obtiene un significativo aumento en la velocidad de la reacción según se ilustra en la Tabla II. En comparación con los datos de la Tabla I, se observa que el porcentaje de reducción aumenta considerablemente con el exceso de hidrógeno usado. Es de señalar que puede haber alguna contribución por la mayor relación superficie: peso que ofrece la muestra.

TABLA II

INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA EN LA REDUCCION DE LA ILMENITA NATURAL

toma: 2.5 g
tiempo: 30 min.
flujo de hidrógeno: 130 mil/min.

TEMP. (° C.)	% DE REDUCCION
700	54.6
750	63.2
800	65.9
850	79.0
900	83.6

2.5 Efecto de la preoxidación.

Todos los procesos patentados incluyen una etapa previa de oxidación del mineral a fin de facilitar su reducción posterior. Por razones económicas y facilidad de operación el aire atmosférico suele ser el agente oxidante preferido. El tiempo requerido para la oxidación completa depende fundamentalmente de la relación ferroso-férrico y variará por lo tanto con cada mineral particular.

Ensayos efectuados con el mismo equipo referido anteriormente pero utilizando una corriente de aire, indican una oxidación cuantitativa del mineral calentado a 900 °C. en un período de 30 minutos. Temperaturas mayores, alrededor de 1.000 °C. o superiores, no son adecuadas pues comienza a observarse un sinterizado del material.

Durante el tratamiento térmico los granos de la arena aumentan de tamaño, según lo muestra el análisis granulométrico del material antes y después de dicho tratamiento (30 min. a 900 °C. en corriente de aire), presentado en la Tabla III.

TABLA III

DISTRIBUCION DE TAMAÑO DE PARTICULA

MALLA US (Tyler)	% EN PESO	
	ilmenita natur.	ilmen. oxid.
+ 80	0.9	2.4
+ 100	1.5	5.6
+ 200	90.6	87.9
- 200	7.0	4.1

Durante el transcurso de la tostación oxidante se producen grietas en los granos del mineral a causa de su hinchamiento y se formarían otros productos por alteración química; contribuyendo aparentemente ambos efectos a un aumento del grado de reducción y por tanto del hidrógeno que reacciona. Este efecto queda indicado en la Tabla IV, en la cual se comparan los porcentajes de reducción logrados en condiciones similares con ilmenita oxidada y no oxidada.

TABLA IV

EFEECTO DE LA OXIDACION PREVIA SOBRE LA REDUCCION

ILMENTA	COMPOSICION		% DE REDUCCION
	% FeO	% Fe ₂ O ₃	
natural	28.4	16.4	83.6
oxidada	0.0	46.7	92.0

Esta etapa de tostación oxidante para convertir al hierro ferroso en férrico conviene cumplirla a temperaturas no exageradamente altas, por razones económicas, para evitar el sinterizado y a fin de facilitar la formación de hematita (Fe₂O₃) y rutilo (TiO₂) como fases separadas con una mínima cantidad de pseudobrookita o una fase no identificada, aparentemente más difícilmente reducible (6,33).

2.6 Progreso de la reducción con el tiempo.

Al comienzo, la reacción progresa muy rápidamente determinando una reducción considera-

ble, pero luego su velocidad sufre un marcado descenso y tiende a completarse muy lentamente. La Tabla V muestra el avance de la reducción con tiempos sucesivamente mayores.

TABLA V

PROGRESO DE LA REDUCCION DE LA ILMENITA OXIDADA

toma: 2.5 g.
temperatura: 900 °C.
flujo de hidrógeno: 130 ml/min.

TIEMPO (min.)	% DE REDUCCION
30	92.0
50	94.0
70	94.7
90	95.2

A fin de no prolongar inconvenientemente el tiempo de reducción, dado el lento avance de la reacción, se consideró esta etapa concluida luego de 90 minutos, cuando aún resta alrededor de un 5% del hierro sin reducir.

3. — Separación del hierro metálico por lixiviación con solución de cloruro férrico

3.1 Disolución del hierro

Cumplida la reducción durante la cual un alto porcentaje del hierro ha sido convertido a la forma elemental, la próxima etapa consiste en separar ese hierro metálico a fin de obtener una fracción enriquecida en titanio. Con tal finalidad, diversos procedimientos señalados anteriormente, han sido considerados (3,35). Muy sumariamente, pueden señalarse entre los procedimientos más comunes las siguientes limitaciones:

a) la simple separación magnética requeriría una molienda del material para cumplirse eficazmente, lo cual suministra un producto finamente dividido no adecuado para la cloración en lecho fluido.

b) La disolución con ácidos diluidos (HCl, H₂SO₄), disuelve simultáneamente pequeñas cantidades de dióxido de titanio, pero además presenta serios problemas en la disposición de grandes volúmenes de la solución ácida agotada.

c) La oxidación del material suspendido en agua a alta temperatura por medio de aire y a veces el agregado de pequeñas cantidades de reactivos, para convertirlo en Fe_2O_3 es muy lenta lo que exige mucho tiempo y por tanto equipos mayores. Más aún, la debilidad de ataque en estas condiciones, posibilita que algo de hierro metálico en el interior de las partículas permanezca inatacado.

En consideración de los inconvenientes señalados, en el presente trabajo se efectuó la disolución del hierro mediante una solución de cloruro férrico, de acuerdo a la siguiente reacción:



Esta es una reacción muy conocida, estudiada desde muy antiguo (36) y aún de vieja aplicación en la determinación analítica de hierro metálico en presencia de sus óxidos (37).

Diversos ensayos efectuados sobre muestras de ilmenita reducida, señalan que al cabo de 10 minutos la reacción ha transcurrido ya en su mayor porcentaje a temperatura ambiente (la temperatura final aumenta debido a su carácter exotérmico). Utilizando soluciones de cloruro férrico con concentraciones entre 50 y 150 g/l., en un moderado exceso con respecto a la cantidad necesaria puede considerarse la reacción cuantitativamente completada al término de los 20-30 minutos.

En ensayos efectuados con soluciones calientes de $FeCl_3$, la disolución fue completada en menor tiempo, dado el efecto de la temperatura sobre la reacción. Pero, el uso de temperaturas altas favorece la hidrólisis y a alrededor de $80^\circ C$. es manifiesta la formación de óxido férrico hidratado de naturaleza coloidal, que de no mediar un eficiente lavado posterior podría quedar impurificando al residuo de dióxido de titanio.

En base a estas consideraciones, la ilmenita reducida (aproximadamente 95% de reducción) fue tratada a temperatura ambiente con una solución de cloruro férrico de 150 g/l., con un exceso del 25

por ciento con relación a la necesidad estequiométrica, durante 30 minutos con agitación ocasional. Al cabo de ese tiempo el residuo es filtrado, lavado con solución de ácido clorhídrico diluido (4%) luego con agua y posteriormente secado.

3.2 Regeneración de la solución férrica.

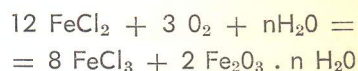
Empleando el método descrito para la disolución del hierro metálico es necesario prever la regeneración de la solución férrica agotada, por exigencias económicas.

Ningún tipo de ensayos se realizaron en este aspecto, pues los métodos preconizados se basan en procesos muy conocidos:

a) Algunos procedimientos (12, 14, 38), electrolizan la solución de lixiviación agotada conteniendo cloruro ferroso, para producir hierro electrolítico y regenerar el

cloruro férrico. Este método podría ser adecuado si hay un fácil mercado para el hierro electrolítico de alto precio, obtenido como subproducto; de lo contrario debido a la inversión y costos de operación que exige puede ser competitivo (35).

b) Otros métodos involucran la oxidación de la solución que contiene el cloruro ferroso con aire u oxígeno, de acuerdo a la siguiente ecuación:



Parte del hierro se oxida regenerando el cloruro férrico y el resto precipita como óxido férrico hidratado, que separado por filtración es lavado y calcinado para producir Fe_2O_3 de alta pureza, como subproducto.

Esta oxidación de las sales ferrosas por medio del oxígeno o del aire es una reacción bien conocida y estudiada (35, 39, 40).

S. A. D. I. L.

Sociedad Anónima de Industrias Laneras

MONTEVIDEO

FABRICACION TOPS EXPORTACION

VERACIERTO 2741

MONTEVIDEO (Uruguay)

Tels.: 58 41 91/94

4. — Resultados y conclusiones

Mediante el procedimiento descrito, se obtiene finalmente un concentrado de titanio (ilmenita beneficiada) que responde a la siguiente composición:

COMPONENTE	%
TiO ₂ (total)	89.6
Ti ₂ O ₃	23.2
FeO	4.2

El producto final aparece como un material de color muy oscuro, negro azulado, y fuertemente magnético. Ambas características parecen estar asociadas a la presencia de óxido de titanio parcialmente reducida, pues por calentamiento al aire se transforma con ganancia de peso, en un material no magnético y de color pardo semejante al de la fracción leucóxeno-rutilo, separada durante el proceso de recuperación de la ilmenita a partir del preconcentrado.

En realidad la aparición de esta conducta no puede explicarse tan fácilmente; debe vincularse a la existencia de óxidos mixtos que el titanio (III) formaría con otros metales presentes en el sistema, y la explicación del efecto total debe involucrar la consideración de vacancias iónicas, ocupación de posiciones intersticiales, presencia de cationes extraños en la red, apartamiento de la estequiometría, fenómenos de desorden, etc. (41, 42).

Su comportamiento magnético haría imposible la separación del hierro metálico por medios magnéticos; hecho que ha sido observado por otros investigadores (30).

La presencia de óxidos inferiores del titanio en el material sería beneficiosa a los efectos de su cloración posterior (35, 43).

El residuo final enriquecido muestra sustancialmente el mismo rango de tamaño de partícula que la arena ilmenítica original.

En definitiva, durante el transcurso de las etapas que compren-

REFERENCIAS

- 1) Mining, annual review, 1966, p. 39
- 2) Stamper, J. W., Titanium, U. S. Bur. Mines Reprint Bull 650 (1970).
- 2) Henn, J.J., Barclay, J.A., U.S. Bur. Mines Information circular 8450 (1970).
- 4) Metals Week. Metals Prices. v. 40, N° 33, p. 11 (1969); a través de ref. 3.
- 5) Hartley, F.R., Methods of Producing Titanium Oxide Concentrate From Ilmenite. 8th. Commonwealth Mining and Metallurgical Congress, Australia and New Zealand, Preprint 51 (1965).
- 6) Pat. S. African 68/2407 (1968); C. A. 70: 80176 v.
- 7) Pat. Australian 247, 110 (1963); C. A. 65: 11857 d.
- 8) Pat. U. S. 3,252,787 (1966); C. A. 72: 114129 r.
- 9) Pat. Ger. 1,941,509 (1970); C. A. 73:133277 z.
- 10) Pat. Indian 96,661 (1966); C. A. 70: 59882 n.
- 11) Pat. Brit. 1,128,449 (1968); C. A. 70: 5994 g.
- 12) Pat. Belg. 661,424 (1965); C. A. 65: 3414 h.
- 13) Pat. U. S. 3,138,451 (1964); C. A. 61: 6677 g.
- 14) Pat. Ger. 1,208,497 (1966); C. A. 64: 10820 g.
- 15) Pat. Ger. 1,218,734 (1966); C. A. 65: 8431 c.
- 16) Pat. U. S. 2,912,320 (1959); C. A. 54: 3147 g.
- 17) Pat. Japan 1117 (1958); C. A. 53: 9594 g.
- 18) Pat. Brit. 754,453 (1956); C. A. 51: 3423 f.
- 19) Pat. Ger. 1,174,812 (1964); C. A. 61: 14246 e.
- 20) Pat. U. S. S. R. 119,179 (1959); C. A. 53: 21566 h.
- 21) Willian, V., Stotler, H.H., J. Metals 22 (1), 50-3 (1970); C.A. 72: 57943 a.
- 22) Becher, R.G., et al., Bur Mines Rept. Inv. 5141 (1955)
- 23) Bhatnagar, Prem P., et al., Proc. Commonw. Mining Met. Congress 9 th. 375-96 (1969); C. A. 73: 133259 v.
- 24) Snopova, E. V., Rotkov, N. I., Sovet. Met. N° 12, 11-20 (1936); C. A. 33: 56067
- 25) Winterhager, H. Barthel, W., Forschungsberg. Wirtschafts- u. Verkehrsministeriums 6056 i. Nordrhein-Westfalen N° 342, (1956); C. A. 51: 13689 i.
- 26) Antonov, V. K., Trudy Inst. Khim., Akad Nauk S.S.S.R. Ural Filial N° 2, 81-95 (1958); C. A. 54: 18243 a.
- 27) Walsh, R. R., et al., Trans. AIME 218,994,1003 (1960); C. A. 55: 5628 d.
- 28) Perry, J. H. Chemical Engineers' Handbook.
- 29) Chuvarov, G. I., Trudy Inst. Met., Akad Nauk S.S.S.R., Ural Filial N° 2, 9-40 (1958); C. A. 54: 9463 a.
- 30) Kamal Hussein, M., El-Tawil S. Z., S. Erzbergban Mattallhuettentw 17, 192-8 (1964); C. A. 61: 3973 c.
- 31) Yamaguchi, A., et al. Nippon Kinzoku Gakaaishi 30 (4), 377-82 (1947); C. A. 65: 8423 b.
- 32) Soares de Moraes, G., ABN (Bol. Assoc. Brasil Metais) 7, 161-75 (1951); C. A. 46: 6056 i.
- 33) Karkhanalava, M. D., Momin, A. C., Econ. Geol. 54, 1095-1102 (1959); C. A. 55: 1303 c.
- 34) Marotta, L., "Esquema de purificación de los minerales pesados", ANCAP, Div. Inv. Científicas, Publ. interna (1968).
- 35) Lo, C. L., "Tiron Chemical Corporation", Comunicación privada.
- 36) Mellor, J. W., Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry, Longmans Green and Co., 1957, Vol. XIV p. 94
- 37) Treadwell, F. P., Tratado de Química Analítica, Manuel Marín, Bs. As., 1950, p. 536.
- 38) Pat. U. S. 2,852,452 (1958); C. A. 53: 104 c.
- 39) Starkenstein, E., Steiger, R., Arch. exptl. Path. Pharmakol. 172, 104-18 (1933); C. A. 28: 1812.
- 40) Ipatieff, V. V. Komarov, V. A., Kurmanaev, D. K., J. Phys. Chem. (U.S.S.R.) 6, 104350 (1935); C. A. 30: 74296.
- 41) Ward, R., Progress in Inorganic Chemistry, Ed. by Cotton A. F., Interscience, 1959, Vol. 1, p. 465.
- 42) Hurlen, T., Acta Chem. Scand. 13, 365-76 (1959).
- 43) Pat. Brit. 772,695; C. A. 51: 11673 f.
- 44) Martres, R. W., Burastero J. J., "Oxidación térmica de la ilmenita", trabajo a publicar
- 45) Pat. U. S. 3, 257,198 (1962); C. A. 65: 8429 d.

de el proceso estudiado, el material tratado sufre en su composi-

ción los cambios mostrados en la Tabla VI.

TABLA VI

Variación de la composición durante el tratamiento

Etapa	Producto	FeO	Fe ₂ O ₃	Fe	TiO ₂
	Ilmenita	28.4	16.4		50.1
Oxidación	Ilmenita oxidada		46.7		
Reducción	Ilmenita reducida	2.6		36.3	
Disolución	Ilmenita beneficiada	4.2			89.6

La etapa de oxidación puede ejecutarse sin complicaciones en las condiciones estipuladas. Más aún con posterioridad a la realización de este trabajo se ha comprobado por análisis termogravimétrico, que puede completarse en el tiempo establecido de 30 minutos a sólo 800 °C., temperatura menor a la usada en estos ensayos (44).

El proceso de disolución del hierro metálico mediante la solución de cloruro férrico, es muy rápido y puede ser completado dentro de amplios límites de temperatura y concentración.

Evidentemente, la etapa fundamental en el costo y tecnología del proceso sería la reducción con hidrógeno. La reducción completa

a hierro metálico es una reacción fundamentalmente lenta aun cuando sea precedida por una etapa de oxidación; y es de importancia señalar que consideraciones termodinámicas, aún para condiciones de equilibrio a 900 °C., limitan la utilización del hidrógeno a valores muy bajos (6). Este pobre aprovechamiento hace necesario reusar el hidrógeno no combinado; y hasta los procedimientos que logran un efectivo contacto entre el mineral y el gas, por fluidización del lecho sólido granular, emplean comunmente relaciones de reciclo de 10 partes de hidrógeno recuperado a 1 parte de carga fresca (11,45). Esto exige secar, recomprimir y recalentar el gas no combinado antes de reciclarlo al reactor.

DONDE SE ENCUENTRE
ESTE SIMBOLO



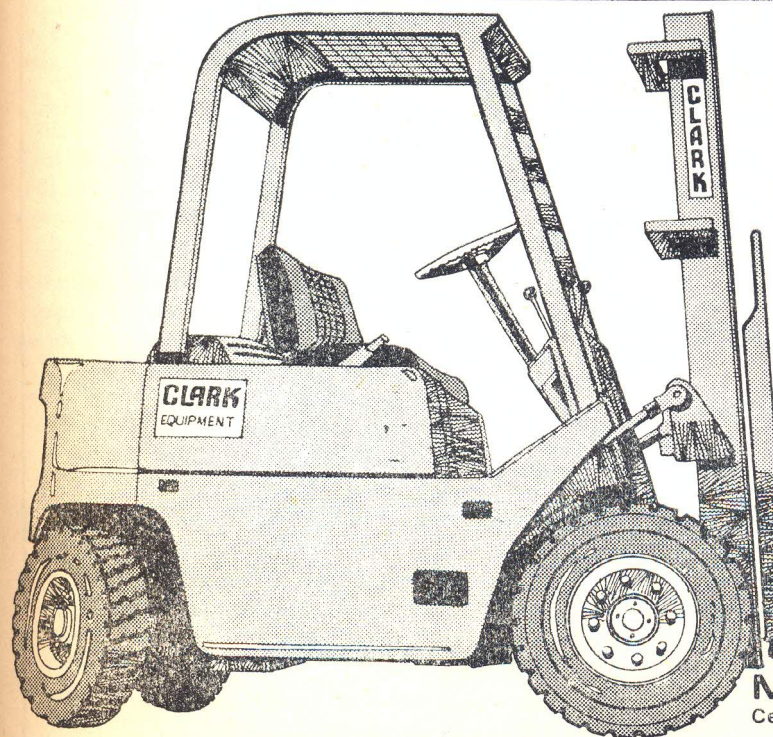
UD. HALLARA:

- La más alta calidad avalada por organismos competentes.
- La tradicional precisión suiza.
- El más capacitado asesoramiento técnico.
- Productos que mejoran y jerarquizan la Construcción en más de 70 países.

Sika Uruguay Ltda.

SORIANO 1040

Tels.: 98.28.04 - 98.26.49



service oficial
autoelevadores
CLARK®

- Repuestos legítimos importados de E.E.U.U. de América
- Personal técnico especializado (entrenado en las plantas de fabricación en Argentina)

ADEMAS CON LA GARANTIA DE SER REPRESENTANTES EXCLUSIVOS PARA EL URUGUAY :

MILLER & MEDEIROS S.A.
Cerro Largo • Rio Branco • Galicia Telf. 91.70.81