

EVALUACIÓN EXPERIMENTAL AL PROCESO DE CONCENTRACIÓN DE COBRE – COBALTO MEDIANTE PRUEBAS DE CONCENTRACIÓN MAGNÉTICA Y FLOTACIÓN DE ESPUMA A ESCALA DE LABORATORIO A PARTIR DE UN MINERAL RICO EN MAGNETITA – PIRITA – CALCOPIRITA.

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL DE MINAS

JORGE AIRTON SANTOS SEPÚLVEDA

PROFESOR GUÍA Mg. FRANCISCO RIVAS SALDAÑA

MIEMBROS COMISIÓN Mg. CARLOS MORAGA CRUZ Mg. KENJI NAITO CHIANG

> CURICÓ, CHILE 2020



CONSTANCIA

La Dirección del Sistema de Bibliotecas a través de su encargado Biblioteca Campus Curicó certifica que el autor del siguiente trabajo de titulación ha firmado su autorización para la reproducción en forma total o parcial e ilimitada del mismo.





Curicó, 2022

RESUMEN

En este trabajo, se realiza un estudio para evaluar un proceso de concentración de minerales de cobalto y cobre con el fin de obtener información sobre la ocurrencia del cobalto y definir un proceso metalúrgico óptimo para aumentar la concentración de este elemento. El mineral, proveniente de la Región de Atacama, contiene magnetita, pirita y calcopirita, además de concentraciones de cobalto interesantes.

Para esto, se realizó un estudio de laboratorio experimental, mediante técnicas de concentración magnética y flotación *batch* a escala de laboratorio bajo condiciones que favorecen la concentración de estos metales, permitiendo establecer relaciones entre las variables de los procesos.

Se determinó que la fracción magnética obtenida producto de la concentración magnética no tiene una relación directa con el cobalto, puesto que las bajas concentraciones de este metal contenidas en ella se deben al arrastre entre partículas durante el proceso de concentración. Además, se determinó que el proceso de concentración magnética previo a la flotación por espuma es fundamental para conseguir una recuperación de cobalto que alcanzó en este estudio el 78,5% y un 55,8% de cobre. De la misma manera, las leyes, con esta metodología alcanzaron valores de 2.380 ppm de cobalto y 3,15% de cobre.

Por último, las pruebas de flotación se vieron fuertemente influenciadas por el pH de la pulpa, estableciéndose una relación entre la recuperación metalúrgica de masa, ley y el pH, siendo los valores de recuperación y ley más altos a pH 11 para el cobalto y el cobre.

Se concluye que el cobalto, en el mineral estudiado, no está asociado a la magnetita y a la pirita, no obstante, puede estar asociado a minerales de cobre como la calcopirita y al apatito. Para eso, se propone una separación magnética y luego una recuperación colectiva a pH básico para recuperar este elemento, sin embargo, se recomienda continuar con esta investigación realizado un estudio mineralógico al concentrado de alta ley de cobalto mediante una técnica microanalítica para evaluar la ocurrencia del cobalto en la muestra estudiada y corroborar o descartar la hipótesis planteada.

ABSTRACT

In this work, a study is carried out to evaluate a process for the concentration of cobalt and copper minerals in order to obtain information on the occurrence of cobalt and define an optimal metallurgical process to increase the concentration of this element. The mineral, from the Atacama Region, contains magnetite, pyrite and chalcopyrite, as well as interesting cobalt concentrations.

For this, an experimental laboratory study was carried out using magnetic concentration and batch flotation techniques on a laboratory scale under conditions that favor the concentration of these metals, allowing to establish relationships between the variables of the processes.

It was determined that the magnetic fraction obtained as a product of the magnetic concentration does not have a direct relationship with cobalt, since the low concentrations of this metal contained in it are due to the drag between particles during the concentration process. In addition, it was determined that the magnetic concentration process prior to foam flotation is essential to achieve cobalt recovery, which in this study reached 78.5% and 55.8% copper. In the same way, the grades, with this methodology, reached values of 2,380 ppm of cobalt and 3.15% of copper.

Finally, the flotation tests were strongly influenced by the pH of the pulp, establishing a relationship between the metallurgical recovery of mass, grade and pH, the recovery and grade values being higher at pH 11 for cobalt and copper.

It is concluded that cobalt, in the mineral studied, is not associated with magnetite and pyrite, however, it may be associated with copper minerals such as chalcopyrite and apatite. For this, a magnetic separation is proposed and then a collective recovery to basic pH to recover this element, however, it is recommended to continue with this investigation by carrying out a mineralogical study of the high grade cobalt concentrate using a microanalytical technique to evaluate the occurrence of the cobalt in the sample studied and corroborate or discard the hypothesis.

AGRADECIMIENTOS

Por sobre todo a Dios, por darme aliento para luchar cada día, inteligencia para adquirir todo conocimiento, salud para vivir, y todo cuanto necesité durante este proceso.

A mi madre, Susana Sepúlveda, quien en todo momento de mi vida ha sido el pilar físico en el cual me he sostenido, y también me ha dado el ejemplo que con esfuerzo y fe todo es posible. A mi Padre, Jorge Santos, por mostrarme el hermoso camino de la minería, siendo para mí un ejemplo de admiración, amor y pasión por este rubro.

A mi amada esposa, Rocsana Castillo, por su apoyo incondicional y ayuda durante todo este camino y en diferentes circunstancias. También por su amor, consejos y animo en todo momento.

A todos mis docentes que han aportado en mi crecimiento intelectual y como persona, pero en especial a mis profesores Francisco Rivas, Carlos Moraga y Kenji Naito, quienes creyeron en mí y quisieron acompañarme en este tramo final, entregándome aliento, conocimientos y consejos.

A toda mi familia, amigos y tutores de práctica, quienes me animaron, apoyaron, aconsejaron e hicieron que esta experiencia estuviera llena de gratos momentos.

ÍNDICE

1	INT	ROD	UCCIÓN	1
	1.1	Obj	etivos	2
	1.1	.1	Objetivo general	2
	1.1	.2	Objetivos específicos	2
	1.1	.3	Alcances	2
2	RE∖	/ISIĆ	DN BIBLIOGRÁFICA	3
	2.1	Cob	alto	3
	2.2	Yaci	imientos de cobalto en Chile	4
	2.3	Oclu	usión de cobalto en pirita	5
	2.4	Met	alurgia del cobalto	3
	2.4	.1	Flotación para minerales de cobre-cobalto	3
	2.4	.2	Flotación iónica	Э
	2.4	.3	Flotación de minerales mixtos óxidos-sulfuros Cu-Co 10	C
	2.4	.4	Flotación inversa	7
	2.5	Prin	cipios de flotación 23	3
	2.5	.1	Flotación Espumante24	4
	2.5	.2	Ángulo de contacto y Ecuación de Young 27	7
	2.5	.3	Variables de la Flotación29	Э
	2.5	.4	Cinética de Flotación	1
	2.5	.5	Reactivos de Flotación	1
	2.5	.6	Indicadores metalúrgicos 34	4
	2.5	.7	Circuitos de flotación 39	Э
	2.5	.8	Equipos de flotación	C
3	MET	rodo	DLOGÍA EXPERIMENTAL	4
	3.1	Cara	acterización de la muestra 44	4

	3.1.	1	Preparación de la muestra 4	14
	3.1.	2	Análisis granulométrico 4	17
	3.1.	3	Densidad y peso específico 4	17
	3.1.	4	Caracterización química 4	18
	3.1.	5	Caracterización mineralógica5	50
	3.2	Flot	ación espumante5	51
	3.2.	1	Conminución del mineral para diseño A y B 5	52
	3.3	Prep	paración de muestra diseño A5	53
	3.3.	1	Flotación diseño A 5	54
	3.3.	2	Separación magnética al concentrado y relave	55
	3.4	Prep	paración de muestras diseño B5	56
	3.4.	1	Separación magnética a las muestras de cada malla	57
	3.4.	2	Flotación diseño B6	51
4	EQU	JIPO	S Y MATERIALES6	53
	4.1	Equ	ipos de caracterización física6	53
	4.2	Equ	ipos de caracterización química6	54
	4.3	Equ	ipos de caracterización mineralógica6	55
	4.4	Equ	ipos de conminución6	57
	4.5	Inst	trumentos para concentración magnética6	58
	4.6	Equ	ipos para las pruebas de flotación6	59
	4.7	Rea	ctivos para Flotación	1
5	RES	ULT	ADOS	72
	5.1	Cara	acterización física del mineral7	72
	5.2	Cara	acterización química del mineral	73
	5.3	Cara	acterización mineralógica7	74
	5.4	Res	ultados obtenidos del diseño A	77
	5.5	Res	ultados obtenidos del diseño B 8	30
6	ANÁ	LISI	S DE RESULTADOS٤	38

6.1	Caracterización Física	88
6.2	Caracterización Química	88
6.3	Caracterización mineralógica	89
6.4	Diseño A	89
6.5	Diseño B	90
6.5	.1 Concentración magnética	90
6.5	.2 Flotación para evaluar el pH	92
7 CO	NCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	94
7.1	Conclusiones	94
7.2	Recomendaciones	95
8 REI	FERENCIAS	97

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 2.1 Franja Ferrífera de Chile (Townley et al., 2017)5
Fig. 2.2 distribución de Fe y Co en un grano idiomorfo de pirita (Ruiz, 1971)7
Fig. 2.3 Contenido de cobalto alrededor de cada framboide (Ruiz, 1971)
Fig. 2.4 Extracción de Cu, Co, Ni y Zn por flotación iónica a diferentes pH y utilizando naftenato de amonio como colector (Pelegrin et al., 1994)10
Fig. 2.5 Circuito de Flotación con dos etapas rougher-scavenger (Tijsseling et al., 2019) 12
Fig. 2.6. Curvas de recuperación de cobre para la etapa de flotación de sulfuros (A) y óxidos (B) (Tijsseling et al., 2019)
Fig. 2.7. Curvas de recuperación de cobalto en la etapa de flotación de sulfuros (A) y óxidos (B) (Tijsseling et al., 2019)
Fig. 2.8. Curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de Cu (A) y oxidados de Cu (B) (Tijsseling et al., 2019)15
Fig. 2.9. Curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de Co (A) y oxidados de Co (B) (Tijsseling et al., 2019)
Fig. 2.10 Recuperación de pirita en función del pH y distintas dosificaciones de xantato (Fuerstenau et al. (2007))
Fig. 2.11 Esquema del proceso de flotación (Fuerstenau et al., 2007)
Fig. 2.12 Representación de las fases en el proceso de flotación (Kawatra, 1992)
Fig. 2.13 Conjunto base del proceso Flotación Espumante (Bustamante, 2017) 27
Fig. 2.14. Clasificación de un sólido según el ángulo θ (Linares, 2011)28
Fig. 2.15 Esquema de un concentrador con dos productos (Bustamante, 2017)
Fig. 2.16 Gráfico representativo de la región de operación en un proceso de flotación, respecto al % recuperado de la especia valiosa v/s ganga (Moraga, 2018)
Fig. 2.17 Esquema de una celda de flotación mecánica (Yianatos, 2014)
Fig. 2.18 Representación de las tres zonas formadas durante la flotación (Bravo, 2004) 42

Fig. 2.19 Representación de una celda columnar (Yianatos, 2014)	43
Fig. 3.1 Proceso de roleo y cuarteo para obtener una muestra representativa	45
Fig. 3.2 Diseño A - Flotación y luego concentración magnética	51
Fig. 3.3 Diseño B - Concentración magnética y luego flotación	51
Fig. 3.4 Proceso de conminución del mineral.	53
Fig. 3.5 Proceso de separación magnética	56
Fig. 4.1 Equipo Ro-Tap (izq). Balanza semi-micro analítica (der).	64
Fig. 4.2 Recipientes de vidrio.	64
Fig. 4.3 Equipo FRX (izq). Equipo ICP-MS (der)	65
Fig. 4.4 Equipo Mineralogía automatizada TESCAM (izq). Equipo DRX (der)	66
Fig. 4.5. Chancador de mandíbulas de laboratorio (izq). Pulverizador de laboratorio (der)	67
Fig. 4.6 Molino de bolas de laboratorio.	68
Fig. 4.7 Imanes de parlantes (izq). Lente de reloj químico (der)	69
Fig. 4.8 Celda de Flotación de laboratorio (izq). Filtro a Presión (der). (Edemet, 2020)	70
Fig. 4.9 Medidor de pH digital (izq). Horno de secado de laboratorio (der)	71
Fig.5.1 Gráfico de distribución tamaño de partícula de tamizado en seco	72
Fig. 5.2 Leyes de FRX por granulometría	73
Fig. 5.3 Difractograma de análisis en DRX. Laboratorio CEM	75
Fig. 5.4 Resultados análisis mineralógico en TESCAN. Laboratorio CEM	76
Fig. 5.5 Leyes de Co en el concentrado y relave presentes en la fase magnética y no magné obtenidas por el diseño A.	tica, 79
Fig. 5.6 Leyes de Cu en el concentrado y relave presentes en la fase magnética y no magné	tica,
obtenidas por el diseño A	79
Fig. 5.7 Gráfico comparativo entre la recuperación de Co y Cu obtenida en la fase magnética y	y no
magnética, presentes en el concentrado de flotación	80
Fig. 5.8 Gráfico de leyes obtenidas mediante FRX a las muestras de la fase magnética	82

Fig. 5.9 Gráfico de leyes obtenidas mediante FRX a las muestras de la fase no magnética.
Fig. 5.10 Leyes de Co v/s recuperación obtenidas al flotar a distintos pH
Fig. 5.11 Leyes de Cu v/s recuperación obtenidas al flotar a distintos pH
Fig. 5.12 Recuperaciones de Co y Cu obtenidas al flotar a distintos pH
Fig. 5.13 Leyes de Co y Cu, entre diseño A y B86
Fig. 5.14 Recuperación de Co y Cu, entre diseño A y B

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Resumen de diferentes características del cobalto (Rocas y Minerales 2020) 4
Tabla 2.2 Menas de cobalto ordenadas por $\%$ del elemento Cobalto (Emsley, 1991)4
Tabla 2.3 Resumen de parámetros utilizados en las pruebas de flotación para minerales mixtos (Tijsseling et al., 2019)11
Tabla 2.4. Reactivos de flotación usados en estudio de minerales mixtos (Tijsseling et al., 2019)
Tabla 2.5 Resumen de diferentes tipos de colectores y sus características (Uribe, 2018)
Tabla 2.6: Resumen de algunos espumantes y sus características (Uribe, 2018) 33
Tabla 2.7: Resumen de algunos Modificadores y sus características (Uribe, 2018) 34
Tabla 3.1 Resumen de análisis realizados para la caracterización mineral 46
Tabla 3.2 Serie de tamices utilizados en análisis granulométrico 47
Tabla 3.3 Elementos químicos identificados por ICP-MS y FRX
Tabla 3.4 Resumen de parámetros para la flotación sin previa separación magnética. 54
Tabla 3.5 Resumen de las pruebas para evaluar pH61
Tabla 3.6 Resumen de parámetros utilizados en las pruebas de flotación para evaluar el pH
Tabla 4.1 Resumen de los principales equipos utilizados
Tabla 5.1: Densidad y peso específico, realizados a muestra completa
Tabla 5.2 Resultados análisis químico por ICP-MS en laboratorio ALS
Tabla 5.3 Fases minerales identificadas por DRX en Laboratorio CEM
Tabla 5.4 Resultados análisis mineralógico en TESCAN. Laboratorio CEM
Tabla 5.5: Leyes de la muestra inicial obtenidas por FRX 77
Tabla 5.6: Valores obtenidos en el cálculo de finos de mineral
Tabla 5.7 Resultados de la fase magnética posterior a la flotación 78
Tabla 5.8 Resultados de la fase no magnética posterior a la flotación 78
Tabla 5.9 Resultado de la separación del material por granulometría

Tabla 5.10 Resultado en términos de masa, del proceso de separación magnética 81
Tabla 5.11 Resumen de las leyes obtenidas mediante FRX a las muestras magnéticas y
no magnéticas
Tabla 5.12 Densidad aparente y peso específico por picnometría de la fase no magnética
Tabla 5.13 Resumen de resultados obtenidos en la prueba de flotación a pH 9 83
Tabla 5.14: Resumen de resultados obtenidos en la prueba de flotación a pH 10 84
Tabla 5.15: Resumen de resultados obtenidos en la prueba de flotación a pH 11 84

1 INTRODUCCIÓN

De acuerdo a la literatura y registros históricos en Chile, han existido yacimientos en donde la mena primaria ha sido cobalto (Co), pero estos corresponden a distritos muy acotados y en donde se llevaba a cabo la explotación de cobalto junto con cobre (Cu), siendo La Cobaltera, zona ubicada en la Comuna de Huasco, Región de Atacama, la faena histórica más relevante la cual en 1903 llegó a producir hasta 20.000 toneladas de cobalto anual (Minería Chilena, 2017). Sin embargo, en la actualidad no es más que un atractivo turístico. No obstante, existen yacimientos ubicados en las cercanías de la ciudad de Huasco, que pueden presentar algún potencial remanente de cobalto como mena primaria. Por otra parte, en la actualidad existen yacimientos con potencial de extraer cobalto como subproducto, siendo principalmente los de tipo óxidos de hierro-cobre-oro, seguidos por los de tipo óxido de hierro-apatito. También se asocian en menor medida a los pórfidos cupríferos y, por último, a los yacimientos polimetálicos de metales base, como yacimientos de veta y *skarn*.

Sin embargo, hoy en día, en el caso del cobalto, los minerales que potencialmente lo contienen no son recuperados en procesos mineros por cobre, oro o hierro, pasando junto con la ganga a los depósitos de relave. En el caso de los minerales sulfurados y sulfosales de cobalto, al igual que la pirita, pirita arsenical y arsenopirita, estos minerales serían concentrados en el relave. Dado que, en la mayoría de los yacimientos chilenos, sean de cobre, oro, hierro o combinaciones, se desconoce la ocurrencia de cobalto y es difícil en una primera instancia determinar si este mineral pudiera constituir un elemento de potencial interés, mucho menos si de estar presente, es recuperable metalúrgicamente (Townley et al., 2017). Por estas implicaciones, en la actualidad se buscan nuevas tecnologías con el fin de tratar minerales que contengan cobalto y recuperar este y todos los metales valiosos contenidos en la mena, evitando que se pierdan en los depósitos de relave y, por ende, incrementar el valor económico a los respectivos yacimientos mineros. En este trabajo, se llevará a cabo un estudio de laboratorio experimental, en el cual se realizará una concentración magnética y flotación *batch* de un mineral Cu-Co, rico en magnetita y pirita, bajo condiciones que promuevan la concentración de estos metales con el fin de lograr estudiar mineralógica y cuantitativamente el comportamiento de ellos en el concentrado, como también, en el relave.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo general

Evaluar el proceso de concentración de cobre – cobalto mediante pruebas de concentración magnética y flotación de espuma a escala de laboratorio a partir de un mineral rico en magnetita – pirita – calcopirita.

1.1.2 Objetivos específicos

- Determinar las propiedades físicas, químicas y mineralógicas para caracterizar el mineral rico en cobre cobalto.
- Realizar pruebas de cinética de flotación colectiva para determinar el tiempo óptimo de flotación.
- Realizar pruebas de concentración magnética y flotación a diferentes pH y determinar la mejor opción para recuperar cobre cobalto.
- Generar un diseño de proceso para concentrar cobre cobalto mediante pruebas de concentración magnética y flotación a escala de laboratorio

1.1.3 Alcances

El presente estudio se llevará a cabo en el laboratorio de procesamiento de minerales de la Escuela de Ingeniería Civil de Minas de la Universidad de Talca, campus Los Niches.

En este estudio no se harán evaluaciones económicas de ningún tipo.

2 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1 Cobalto

El cobalto fue reconocido como elemento básico entre los años 1730 y 1735 por el químico y minerólogo sueco Georg Brandt (Rocas y minerales, 2020).

En la naturaleza se puede encontrar en minerales como la cobaltita, esmaltita y eritrina, entre otros. Además, entre el cobalto, hierro y cobre existe gran afinidad y en algunos casos el cobalto se puede encontrar ocluido al interior de la estructura cristalina de la pirita, o bien, del cobre (Ruiz, 1971).

El cobalto se obtiene por métodos hidrometalúrgicos y pirometalúrgicos mediante la metalurgia de minerales de mena de cobalto, así también como subproducto de la minería del cobre, níquel, hierro y plomo.

Algunas de las cualidades de este elemento son la buena conducción del calor y la electricidad. También, es un elemento duro, fuerte y resistente a la oxidación, el cobalto se usa en diferentes áreas industriales, sobre todo en las aleaciones con hierro o níquel para la fabricación de turbinas de aviones y turbinas de gas, también en aleaciones magnéticas de gran importancia. Además, es utilizado en aleaciones que permiten la fabricación de herramientas de corte de alta temperatura. Las sales de cobalto se utilizan en decoración, pintura y en joyerías. Por otra parte, el cloruro, sulfato, acetato y nitrato de cobalto se emplean en complejos tratamientos de enfermedades relacionadas a deficiencia de minerales en animales, como suplemento alimenticio para ganados bovinos, equinos, entre otros.

Sin embargo, en la actualidad el interés por este metal ha ido en aumento gracias a su implementación en la fabricación de baterías ion litio-cobalto, que prometen ser el futuro de las baterías y pilas recargables. En las tablas 2.1 Y 2.2, se muestra un resumen de sus principales características y las menas principales.

Tabla 2.1 Resumen de diferentes características del cobalto(Rocas y Minerales 2020)			
Número Atómico	27		
Peso Atómico	58,933		
Símbolo Químico	Со		
Punto De Fusión	1.495 °C		
Punto De Ebullición	2.927 °C		
Densidad	8,870 g/cm ³		

Tabla 2.1 Resumen de diferentes características del cobalto (Rocas y Minerales 2020)			
Número Atómico	27		
Poso Atómico	58 033		

Tabla 2.2 Menas de cobalto ordenadas por % del elemento Cobalto (Emsley, 1991)

Nombre mineral	% de Co	Fórmula química
Cobaltpentlandita	67,40	Co ₉ S ₈
Jaipurita	64,76	CoS
Heterogengita	64,10	Co ³⁺ O(OH)
Linneíta	57,95	Co_3S_4
Wairauíta	51,34	CoFe
Esferocobaltital	49,55	CoCO ₃
Cobaltita	35,52	CoAsS
Eritrina	29,53	$Co_3(AsO_4)_2 * 8H_2O$
Carrollita	28,56	$Cu(Co , Ni)_2S_4$

2.2 Yacimientos de cobalto en Chile

A modo general, los yacimientos Au-Cu-Co, Cu-Co, Ni-Cu-Co, entre otros, están muy relacionados con minerales de hierro principalmente pirita. Según lo expuesto por Townley et al. (2017), en Chile los principales yacimientos de cobalto del norte del país se ubican a la Franja Ferrífera de Chile (Fig. 2.1).



Fig. 2.1 Franja Ferrífera de Chile (Townley et al., 2017)

La mineralización en los yacimientos de los distritos mineros de San Juan y Carrizal Alto, en las cercanías de la ciudad de Huasco, región de Atacama se presenta en sistemas epitermales y la mineralización de cobalto se presenta en forma de sulfosales (cobaltita) y en un horizonte superior oxidado con presencia de arsenato de cobalto (eritrina). Los cuerpos de vetas se encuentran hospedados en rocas metamórficas de edad Paleozoico a Triásico y en rocas intrusivas del Batolito Costero.

Por otro lado, En el Distrito Minero de Tambillos- Minillas, en la región de Coquimbo, existen cuerpos vetiformes, brechas y mantos con mineralización de sulfuros de cobre y sulfosales de cobalto (cobaltita). En niveles oxidados superiores predomina mineralización secundaria de cobre, con solamente escasas ocurrencias de eritrina.

2.3 Oclusión de cobalto en pirita

Los minerales de cobalto y hierro tienen gran afinidad y en algunos casos el cobalto se puede encontrar ocluido al interior de la estructura cristalina de pirita, fenómeno que se conoce como pirita cobaltífera. Sin embargo, de esta ocurrencia es poco lo que sabe, pero existen algunos estudios al respecto, por ejemplo, Ruíz (1971) llevó a cabo un estudio en España, para identificar zonas de cobalto en cristales de pirita, con muestras provenientes de la República del Congo. La roca que se examinó era una dolomía laminada de grano fino, sus componentes principales eran dolomita, cuarzo, además de granos microscópicos de pirita y carbonatos.

Para estudiar la distribución del cobalto se examinaron más de 10 granos idiomorfos microscópicos de pirita, directamente de la roca (muestra de dolomía laminada) y otros 10 fueron examinados en un concentrado obtenido por solución en HC₁₂N; con la ayuda de una microsonda MS 46 Cameca.

Los resultados indicaron que todos los cristales de pirita contienen un borde de pirita cobaltífera que rodea a un núcleo de pirita normal. El núcleo generalmente se distingue que es idiomorfo a diferencia del resto del cristal. Esto fue tomado como evidencia que la formación del núcleo tomó lugar en una roca no consolidada, mientras que el borde se produjo en una roca parcialmente cementada.

El contenido de cobalto en el borde del cristal pirítico es uniforme y en cantidades considerables (4% para este caso). Esto indica que el contenido de hierro en esa zona es más bajo. La relación Fe-Co puede cambiar mucho y abruptamente. En algunos cristales, además del borde cobaltífero, hay zonas internas de contornos idiomorfos que se consideran como zonas de crecimiento, las que también son enriquecidas en cobalto. No se logró encontrar ninguna relación entre el tamaño de cristal y un número de zonas cobaltífera.

En la Fig. 2.2, a una escala de 100×100 micrones, se puede observar la distribución de Fe y Co en un grano idiomorfo de pirita.

Por otra parte, la distribución de cobalto en la pirita framboidal no parece tan regular como en la pirita idiomorfa. Esto se puede observar en la Fig. 2.3, en donde se muestra una tendencia alta de contenido de cobalto (nuevamente 4%) alrededor de cada framboide, sin embargo, en este tipo de grano los resultados mostraron ser un poco confusos.



Fig. 2.2 distribución de Fe y Co en un grano idiomorfo de pirita (Ruiz, 1971)



Fig. 2.3 Contenido de cobalto alrededor de cada framboide (Ruiz, 1971)

Los autores concluyen que si el sistema, definido a escala de una muestra de mano, se cerró durante el crecimiento de pirita, el cobalto debe haber estado inicialmente ubicado en la dolomita, en al agua intersticial, en materia orgánica o en alguna otra fase de sulfuro de la que no queda rastro. Ahora bien, estas afirmaciones son generales y tentativas, ya que no existen pruebas suficientes para cerrar la conclusión.

2.4 Metalurgia del cobalto

Habashi (1997), señala que el cobalto se puede extraer como subproducto de los procesos de flotación, para la extracción de otros metales, y ocasionalmente tratando de manera directa una mena de cobalto por procesos hidrometalúrgicos, pirometalúrgicos y electrometalúrgicos. Aunque la mayoría de los métodos de extracción se basan en la hidrometalurgia, en los concentrados de cobalto y las aleaciones, también se han reducido a metal mediante métodos pirometalúrgicos. La mayoría de los concentrados de cobalto libres de arsénico pueden mezclarse, por ejemplo, con cal y carbón y fundirse en una atmósfera reductora para dar aleaciones de cobalto-cobre-hierro. Se obtienen dos tipos de aleaciones blancas que contienen un 40% de cobalto que se procesa para dicho metal, y la aleación roja que contiene aproximadamente el 4% de cobalto que se procesa para el cobre. La recuperación del cobre de la aleación roja produce una escoria rica en cobalto que puede ser reciclada con los minerales. El proceso hidrometalúrgico implica la lixiviación de concentrados para obtener una separación de cobalto contenido en solución de los otros iones metálicos. Los procesos electrometalúrgicos se utilizan en la extracción electrolítica del metal a partir de soluciones de lixiviación y en el refinado del cobalto que se ha extraído por métodos hidrometalúrgicos o pirometalúrgicos.

2.4.1 Flotación para minerales de cobre-cobalto

Hanco y Manuel (2018), señalan que los minerales de cobre-cobalto son tratados mediante flotación selectiva, flotando en orden el cobre y el cobalto, o por la flotación colectiva, seguida por la separación de los minerales de cobre y de cobalto. También agregan que en genera el método preferido es la flotación selectiva para una óptima recuperación de cobre y cobalto en sus respectivos concentrados. En este proceso se agrega cal (CaO) al circuito de molienda, para mantener un pH de 10 a 11 en el circuito de cobre. La pulpa es acondicionada por 10 a 15 minutos con pequeñas cantidades de cianuro de sodio, alrededor de 25 g/ton. Mayores cantidades de cianuro tienden a deprimir el cobre. Después de la flotación de cobre,

la pulpa es acondicionada por hasta 15 minutos con ácido sulfúrico, para alcanzar un pH 8, y se agregan pequeñas cantidades de sulfato de cobre, xantato isopropílico y un espumante adecuado para la flotación del cobalto.

En el caso de la flotación colectiva, el concentrado después de la limpieza es alimentado al circuito de separación, donde la pulpa es acondicionada con cal hasta un pH 11, y, si es necesario, con una pequeña cantidad de cianuro de sodio para deprimir los minerales de cobalto. Los sulfuros de cobre son posteriormente flotados en forma selectiva.

2.4.2 Flotación iónica

Existe la posibilidad de recuperar de manera colectiva Co, Cu, Ni y Zn, a partir de soluciones muy diluidas empleando la flotación iónica. Esto es posible debido a que la industria procesadora de minerales niquelíferos, que utilizan los métodos hidrometalúrgicos, a menudo desecha altos volúmenes de licores residuales, los cuales contienen una gran variedad de elementos metálicos y iones de distinta naturaleza. Las investigaciones realizadas han demostrado que la flotación iónica permite recuperar elementos metálicos desde dichos licores en unos pocos minutos. Este método utiliza los principios de la flotación de los minerales, para extraer y separar los componentes de las soluciones.

Este proceso de flotación iónica fue introducido por Félix Seba, en la década de los 60. El cual apunta a un conjunto de etapas de flotación destinadas a la extracción de los iones presentes en las soluciones. En la labor de reactivos colectores se utilizan sustancias tensoactivas, las cuales forman compuestos complejos con los iones y flotan con las burbujas de aire adicionadas al proceso. La efectividad del proceso depende principalmente de la sustancia tensoactiva y de los valores de los parámetros químicos del proceso.

Pelegrin et al. (1994) trabajaron con flotación iónica y como sustancias tensoactivas utilizaron una serie de reactivos, por ejemplo, sales de ácidos carboxílicos,

alquilsulfatos, aminas y sus derivados. La elección de alguno de ellos depende del tipo de ion metálico en solución, su concentración, estabilidad de los compuestos formados con las sustancias tensoactivas, posibilidad de regeneramiento del reactivo, entre otras. Además, a modo de colector para el cobalto y níquel utilizan kxantogenato o el naftenato a pH entre 2,5 y 9, y para el cobre el naftenato de metales alcalinos a pH entre 6 y 7,5

En la Fig. 2.4, se muestran los resultados de este método, para la recuperación de Co, Cu, Ni y Zn, del tipo no ferroso, utilizando como colector el naftenato de amonio.



Fig. 2.4 Extracción de Cu, Co, Ni y Zn por flotación iónica a diferentes pH y utilizando naftenato de amonio como colector (Pelegrin et al., 1994)

2.4.3 Flotación de minerales mixtos óxidos-sulfuros Cu-Co

Tijsseling et al. (2019), investigaron el comportamiento de minerales mixtos oxidosulfuro de Cu-Co en la flotación; siendo la bornita (Cu_5FeS_4), calcopirita ($CuFeS_2$) y calcosina (Cu_2S) los sulfuros de cobre, y como óxidos de cobre la malaquita ($Cu_2CO_3(OH)_2$) y crisocola ((Cu, Al)₂ $H_2Si_2O_5(OH)_4 * nH_2O$). Por otra parte, los óxidos de cobalto presentes eran kowelzita ((Cu, Co)₂ $CO_3(OH)_2$) y cupro-asbolano $((Ni, Co)_{2-x}Mn^{4+}(0, OH)_4 * nH_2O)$; y solo se observó la carrollita $(CuCo_2S_4)$ como sulfuro de cobalto.

Para las pruebas de flotación se utilizaron distintos tipos de colectores en dos etapas de flotación *rougher-scanvenger*, en la primera se buscó flotar los sulfuros y en la segunda etapa los óxidos, los cuales fueron previamente activados mediante un proceso de sulfidización o sulfuración potencial controlada, para luego recuperarlos.

La sulfidización consiste en la activación de la superficie oxidada del mineral, usando un agente sulfurizante que libera iones de sulfuro en la solución por medio de hidrólisis. Los iones de azufre se introducen al mineral oxidado por medio de los poros del cristal, convirtiéndose de esta manera, receptivos a los colectores sulfhidrilos. Algunos sulfurizantes comunes son: sulfuro de hidrogeno de sodio (*NaSH*), sulfuro de sodio (*Na*₂*S*) y sulfuro de amonio ((*NH*₄)₂*S*). Además, las pruebas de flotación se llevaron a cabo en un rango de colectores, incluyendo xantato, fosforodithioato, dithiofosfato, thiocarbamato y un tipo de mezcla.

Para los ensayos utilizó una muestra representativa de 500 g de mineral mixto el cual se llevó a una molienda en tres rangos de tiempo: 5, 10 y 15 min. A partir de los resultados se fijó una molienda de 10 min como tiempo óptimo, ya que cumplido ese tiempo se obtuvo un P_{80} bajo las 95 micras.

En la Tabla 2.3 y 2.4, se resumen las condiciones al interior de la celda utilizadas para las pruebas de flotación, y se muestra de manera general los reactivos utilizados para los experimentos.

Tabla 2.3 Resumen de parámetros utilizados en las pruebas de flotación para minerales mixtos (Tijsseling et al., 2019)		
Celda	DENVER 1 dm ³	
Velocidad de impeler	1.200 rpm	
Flujo de aire	7 L/min	
рН	ambiente	

Porcentaje sólido	35 %	
Tiempo de flotación	20 min	
Intervalo de paleteo	Cada 10 segundos	

Tabla 2.4.	Reactivos de flotación	usados en estu	dio de minerales	mixtos (Tijsseling et
al., 2019)				

Reactivo	Dosificación	Uso
Espumante MIBC	50 ppm	Agente sulfurizante
Dosificación de NaSH	(CPS) 300 – 400 mV	Para sulfuros de Co
Colector SIPX	30 g/ton	Para minerales de Co
Colector Danafloat 068 (DF068)	30 g/ton	Para minerales de Cu-Co
Danafloat 245 (DF245)	30 g/ton	Para minerales de Cu
Danafloat 507(DF507B)	30 g/ton	Para sulfuros con superficie oxidada
Danafloat 571 (DF571)	30 g/ton	Agente sulfurizante

En la Fig. 2.5, se muestra el circuito de flotación con dos etapas *rougher-scavenger*, para sulfuros y óxidos.



Fig. 2.5 Circuito de Flotación con dos etapas rougher-scavenger (Tijsseling et al., 2019)

De los resultados de cada flotación con su respectivo colector, se puede observar el comportamiento de los minerales mixtos óxido-sulfuro de cobre cobalto

En la Fig. 2.6 A, se observa la recuperación de cobre para la etapa de flotación de sulfuros. El colector que dio mejor resultado fue tiocarbamato (DF507B) con una recuperación de 68%, mientras que el colector DF068 fue el que entregó la recuperación más pobre (52%). Esto se puede explicar, ya que este último colector es específico para el Co en medios ácidos.



Fig. 2.6. Curvas de recuperación de cobre para la etapa de flotación de sulfuros (A) y óxidos (B) (Tijsseling et al., 2019)

En la Fig. 2.6 B, se presenta la recuperación de Cu en la etapa de flotación de óxidos, en la cual se puede observar un incremento en la recuperación en comparación a la etapa anterior. Para la mezcla de colector fosforodithioato-MBT (DF571), la recuperación aumentó en un 10 % en esta etapa, mientras que para el colector ditiofosfato (DF245) la recuperación aumentó en un 20%. Del total de contenido de cobre, un 38% pudo ser encontrado en minerales de cobre oxidado, y en la etapa de flotación de óxidos el incremento máximo en la recuperación de cobre fue de 20%. Asumiendo que los óxidos son solo recuperados en la etapa de flotación de óxidos, los minerales de cobre oxidado fueron recuperados en un aproximado de 52%. Lo que significa un aumento de un 20% en comparación a la recuperación usando SIPIX y sulfuración de óxidos de cobre, que fue de un 30%. Entonces en esta etapa de flotación de óxidos de Cu, los colectores dithiofosfato y tiocarbamato (DF245 y DF507B) superaron a el colector xantato SIPIX, junto con ambos colectores fosforodithioato (DF068 y DF571).

Por otra parte, en la etapa de flotación de sulfuros de cobalto, se puede apreciar en la Fig. 2.7 A, que la recuperación de cobalto es relativamente baja con todos los colectores, llegando a una recuperación máxima de 31% de cobalto con el colector tiocarbamato (DF507B) y una recuperación mínima de 24% con el colector DF068. Además, el colector (DF571) entrega mejores resultados para la recuperación de cobalto que en para la del cobre.



Fig. 2.7. Curvas de recuperación de cobalto en la etapa de flotación de sulfuros (A) y óxidos (B) (Tijsseling et al., 2019)

Para la etapa de flotación de minerales oxidados de cobalto, se observa en la Fig. 2.7 B, que en todos los casos hubo un incremento en la recuperación del cobalto respecto de la etapa anterior, pero con diferencias notables entre las recuperaciones de cada colector en esta etapa, a diferencia de la etapa de flotación de sulfuros. Para el colector DF245, la recuperación aumentó en 18%, mientras que para el colector DF571 la recuperación de cobalto aumentó en un 10%. Ahora bien, comparando las curvas de ambas etapas se aprecia que solo hubo un aumento de 18% en la etapa de flotación de óxidos por sobre la etapa anterior, lo cual es muy bajo considerando que un 77% del contenido total de cobalto pertenece a minerales oxidados, según análisis químico. Esto indica que el proceso que se aplicó de sulfuración de los minerales oxidados no fue óptimo.

En cuanto a las curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de cobre *rougher-scavenger*, se puede apreciar en la Fig. 2.8 A, que el colector DF245 muestra resultados metalúrgicos superiores con una ley inicial de 28%. Esto se podría deber a su composición como un ditiofosfato, los cuales son conocidos por ser colectores muy selectivos para minerales de cobre, mientras que el colector DF507B tiene una estructura tiocarbamato los cuales son fuertes pero muy poco selectivos, por eso representa la mayor recuperación. En cuanto a las curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de minerales oxidados, se observa en la Fig. 2.8 B, que el colector DF245 genera el mejor resultado con una alta recuperación de 83% y una ley de 5,3%.



Fig. 2.8. Curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de Cu (A) y oxidados de Cu (B) (Tijsseling et al., 2019)

En las curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de cobalto, se puede notar en la Fig. 2.9 A, que el colector DF245 permite obtener la mayor cantidad de cobalto contenido en el concentrado, el cual decrece desde las 4.600 a 3.800 ppm durante el proceso de flotación, esto nuevamente confirma la selectividad de una estructura ditiofosfato. Además, se puede notar que inicialmente la diferencia de leyes entre los distintos colectores es notoria, pero a medida avanza la flotación, estas se igualan perdiendo selectividad y ganando poder de recuperación.

En cuanto a las curvas de recuperación-ley, para la etapa de flotación de minerales oxidados de cobalto, se puede notar en la Fig. 2.9 B, que con el poderoso colector DF507B se tiene la ley más alta, 5.080 ppm, con un incremento en la recuperación de óxido de cobalto de un 16% en comparación a la etapa anterior, también se puede relacionar los aumentos de ley producidos por la etapa *rougher*, y el decrecimiento con la etapa *scavenger*.



Fig. 2.9. Curvas de recuperación-ley para la etapa de flotación de sulfuros de Co (A) y oxidados de Co (B) (Tijsseling et al., 2019)

Dentro de los resultados es importante destacar que en todos los casos la adición de *NaSH* condujo a recuperaciones altas de cobre y cobalto. En cuanto a los minerales oxidados de cobalto no respondieron bien al proceso de flotación diseñado, se recuperaron bajas concentraciones y pobremente enriquecidas por lo que sugieren plantear una nueva estrategia para la concentración de minerales oxidados de cobalto. Además, el estudio logró demostrar que la recuperación de cobre puede ser incrementada considerando colectores alternativos, a los comúnmente usados (xantatos), por ejemplo, la aplicación de cobre, e incluso, de cobalto desde minerales mixtos óxido-sulfuro. Por último, se observó que el mejor colector fue el ditiofosfato (DF245), ya que produjo la recuperación más alta de minerales sulfurados y de cobre oxidado después de su sulfuración. Sin embargo, la recuperación de óxidos de cobalto permaneció baja.

2.4.4 Flotación inversa

Según Ruiz (1971), el cobalto puede alojarse en la estructura cristalina de la pirita, por lo tanto, en estos casos para concentrar este elemento, es necesario realizar el proceso de flotación inversa, en el cual se logra deprimir mediante distintos reactivos este mineral.

Los reactivos más comunes para depresar pirita son los inorgánicos como modificadores de pH, oxidantes, especies de cianuro. Y dentro de los orgánicos están los polímeros de polisacáridos, poliacrilamidas (PAM), extractos de madera, dietilentriamina (DETA), entre otros. Por último, existen colectores que ofrecen un gran poder selectivo frente a sistemas complejos que involucran pirita, estos son los colectores no-xantato, por ejemplo, el ditiofosfato (DTP), el ditiofosfinato (DTPI) o el colector de tipo tionioncarbamato (TC) utilizados con frecuencia en la flotación de minerales de sulfuro, solos o en combinación con xantatos. Se presenta a continuación una descripción de los depresantes más utilizados.

2.4.4.1 Depresantes inorgánicos

Modificadores de pH

Se sabe que el destino de la pirita en los circuitos de flotación es fuertemente dependiente del pH. Sin activación, la pirita exhibe mala flotabilidad en condiciones alcalinas. Por lo tanto, utilizando álcalis, por ejemplo: NaOH, Na₂CO₃ y cal, para regular el pH de la solución y hacer que la pirita no se pueda flotar, es uno de los métodos más utilizados en la flotación de sulfuros.

Se han propuesto varios mecanismos para explicar la acción deprimente de los iones hidroxilo. Se cree comúnmente que la interacción entre los iones de hidroxilo y las especies de la superficie da como resultado un hidroxilo de hierro hidrófilo en la superficie de pirita que impide la adsorción de xantato (Fuerstenau et al., 2007). También, Janetski et al. (1977) estudiaron la depresión de la flotación de pirita

desde un punto de vista electroquímico y descubrieron que un aumento en el pH facilitaba la oxidación de la pirita.

Fuerstenau et al. (2007), estudiaron la flotación de pirita en diferentes condiciones de pH con varias concentraciones de xantato, y los resultados se muestran en la Fig. 2.10. Se puede observar que a bajas concentraciones de xantato, la flotación de pirita presenta dos valores máximos en torno a pH 4 y 8 con depresión alrededor de pH 7. El alto rendimiento de flotación a pH 4 se debe a formación de productos ricos en azufre y el rendimiento a pH 8 se debe a la formación de complejos de hidróxido de hierro-xantato en la superficie de pirita. También, se ha explicado que la depresión de la pirita alrededor del pH 7 se debe a una alta densidad de hidróxido férrico en la pirita, que, sin embargo, desaparece con el aumento de la concentración de xantato. Se ha interpretado que esto se debe a la reducción de hidróxidos férricos en especies ferrosas como resultado de la oxidación de xantato a dixantógeno. La depresión de la pirita observada por debajo del pH 2 se debe a la descomposición del xantato, mientras que la depresión por encima del pH 11 se debe a la inestabilidad termodinámica del dixantógeno y la formación de islas de hidróxido férrico en la superficie de la pirita. Si bien está claro que la flotación o la depresión dependen del equilibrio de especies hidrofóbicas e hidrofílicas en la superficie, el hallazgo anterior indica que varios equilibrios iónicos pueden modificar las superficies de pirita solo por un cambio en el pH.

Oxidantes

Amplios estudios han confirmado una correlación entre la flotación de minerales sulfurados y el potencial de pulpa (Eh). El Eh influye en la composición superficial de los sulfuros por oxidación superficial (Tolley et al, 1996). Esta oxidación de la superficie puede mejorar la flotación de estos minerales al formar especies de azufre elemental, que facilitan la flotación sin colector. Sin embargo, la oxidación extensiva generalmente reduce la flotabilidad mineral al formar recubrimientos de óxidos/hidróxidos metálicos hidrófilos y estables. El Eh también influye en la adsorción de los colectores de xantato en las superficies minerales, ya que la interacción del colector de minerales depende del potencial.



Fig. 2.10 Recuperación de pirita en función del pH y distintas dosificaciones de xantato (Fuerstenau et al. (2007))

Cianuro

Las especies de cianuro se han usado comúnmente para deprimir la flotación de minerales de sulfuro de hierro. La depresión de pirita por el cianuro puede ser el resultado de uno o más de los siguientes mecanismos:

- El cianuro puede deprimir la flotación de la pirita al reemplazar los iones de xantato en la superficie de la pirita, similar a los iones de hidroxilo.
- La adsorción de cianuro en la superficie de pirita conduce a la formación de compuestos de cianuro de hierro insolubles, que precipitan en la superficie de pirita, haciendo que la superficie sea hidrofílica e inhibiendo la adsorción de iones de xantato.
- El cianuro también puede reaccionar con azufre o polisulfuros producidos por la oxidación de la superficie para formar tiocianato, eliminando así la entidad hidrofóbica de la superficie.

- La adición de cianuro puede inhibir la actividad electroquímica en la superficie de la pirita, lo que interfiere con la adsorción y oxidación del xantato.

Aunque el cianuro es un depresor efectivo para la pirita, es altamente tóxico y su uso continúa planteando preocupaciones ambientales y riesgos para la salud. En cantidades excesivas, el cianuro puede ser mortal para humanos y animales. Cuando se deposita en los tranques de relaves, contamina las fuentes de agua circundantes.

2.4.4.2 Depresantes orgánicos

Los depresores inorgánicos, aunque efectivos, son perjudiciales para el medio ambiente y causan un costo adicional durante el manejo. Depresores orgánicos, con fuentes ricas, biodegradables y a un precio relativamente económico están atrayendo gran atención y poseen el potencial de funcionar como depresores alternativos. Los depresores orgánicos comúnmente investigados para la flotación de pirita incluyen polímeros de polisacáridos (almidón, dextrina, goma guar, carboximetilcelulosa y quitosano), poliacrilamidas (PAM), extractos de madera (biopolímeros basados en lignosulfonato), dietilentriamina (DETA), entre otros. La química y los modos de interacción de estos compuestos poliméricos son altamente complejos. Sin embargo, los depresores orgánicos tienen las siguientes características similares en sus estructuras:

- Un esqueleto o segmento de hidrocarburos que puede adsorberse en superficies minerales hidrofóbicas.
- En la mayoría de los casos, grandes cantidades de grupos hidroxilo que se distribuyen a través de las estructuras poliméricas capaces de ionización o enlace de hidrógeno.
- Grupos polares fuertemente hidratados como SO₃²⁻, COO⁻, etc., que también se dispersan con frecuencia a través de la molécula.

En general, el polímero se adsorbe en la superficie mineral a través de diversas interacciones. Las funcionalidades hidrofílicas mejoran el carácter hidrofílico de la superficie, facilitando la depresión del mineral a través de la posibilidad reducida de unión de partículas con burbujas. La depresión mineral inducida por polímeros depende mucho de características químicas de los polímeros, como la funcionalidad del polímero, densidad de carga y peso molecular. Las condiciones de flotación, es decir, pH, fuerza iónica de la fase acuosa, composición de sólidos, iones disueltos, entre otros, también afectan significativamente su efectividad.

Colectores no-xantato

Fuerstenau et al. (2007), señalan que el xantato a pesar de ser un colector fuerte, no puede proporcionar la selectividad deseada en un sistema complejo que involucra pirita. Respecto a este, otros colectores como el ditiofosfato (DTP), el ditiofosfinato (DTPI) o el colector de tipo tionioncarbamato (TC) se utilizan con frecuencia en la flotación de minerales de sulfuro, solos o en combinación con xantatos, así satisfacen la selectividad contra los sulfuros de hierro y tienen un fuerte poder colector similar al del xantato. Estos colectores, según el autor, son reactivos formadores de quelatos cuya estructura posee átomos donantes dotados de afinidad química hacia iones metálicos específicos, lo que les confiere una alta selectividad. Los ditiofosfatos son los colectores más utilizados después de los xantatos, funcionan de manera similar en el sistema de pirita que los ditiofosfatos o ditiofosfatógenos metálicos que forman xantatos. Sin embargo, el ditiofosfato es más difícil de oxidar a ditiofosfatógeno que el xantato a dixantógeno. Se ha encontrado experimentalmente que el dietil ditiofosfatógeno se forma a pH 4 o menos en presencia de pirita, pero no a pH 6 o más. El rechazo de pirita en medio básico cuando se usa ditiofosfato como colector lo ha hecho muy conocido.

Además, Fairthorne et al. (1997), agregan que los colectores de tipo tionioncarbamato y tiourea son promotores específicos de sulfuros de cobre que exhiben una selectividad excelente para los sulfuros de cobre contra los sulfuros de hierro. Los tres átomos donantes importantes, N, O y S se incorporan en los grupos

funcionales de estos colectores. La selectividad de estos colectores para los sulfuros de cobre se debe a una especificidad de iones metálicos que interactúa con los iones cúpricos formando un complejo insoluble pero no con iones ferrosos, férricos o de plomo. Estos colectores, señala el autor, preceden a los xantatos y ditiofosfatos debido a su mayor selectividad contra pirita y mayor estabilidad a pH bajo.

Por lo tanto, se puede afirmar que la pirita muestra un buen rendimiento de flotación en presencia de xantato en condiciones de pH ácido a neutro debido a la formación de dixantógeno y posiblemente complejo de hidróxido de hierro-xantato. A condiciones alcalinas, cuando se produce la activación de Cu²⁺ / Pb²⁺ para mejorar la adsorción de xantato, también se encuentran altas recuperaciones de flotación de pirita.

También, en esta revisión se han tratado los mecanismos fundamentales de los depresores comúnmente utilizados y los colectores no xantatos para controlar la flotación de la pirita. Yufan Mu (2016), afirma que la mayoría de estos reactivos funcionan mediante la inhibición de la adsorción del colector en la superficie de la pirita mediante una o más de las siguientes acciones:

- Mantener un alto valor de pH que promueve la degradación del dixantógeno.
- Controlar el valor de Eh mediante purga de gas o la adición de reductores tales como especies de sulfoxilo o cianuro que proporcionan una condición desfavorable para la formación de dixantógeno.
- Formar una barrera física hidrófila en la superficie de pirita tal como hidróxidos metálicos, por aireación, complejo de cianuro de hierro o capa de polímero orgánico para evitar la adsorción de xantato.
- Prevenir y/o reducir la activación de Cu²⁺ / Pb²⁺ de la pirita mediante la eliminación de iones activadores de la superficie de la pirita mediante agentes quelantes como DETA.
- Utilizando colectores específicos que permiten la selectividad contra la pirita.

El autor reafirma que, los efectos anteriores dan como resultado una capa superficial hidrófila sobre la pirita, lo que reduce su flotación. La combinación de dos o más de los reactivos mejora el rendimiento de la depresión y reduce la dosis de cada reactivo.

También añade que los depresores inorgánicos han demostrado ser efectivos; sin embargo, sus aplicaciones están limitadas por preocupaciones ambientales o económicas. Los polímeros orgánicos se han considerado como depresores de pirita más favorables. La química del polímero juega un papel decisivo en la acción de la depresión. Parámetros como peso molecular, contenido de grupos funcionales, densidad de carga y configuración son importantes. También son importantes el pH de la solución, la fuerza iónica, entre otros factores, pues afectan la adsorción, la conformación y el grado de hidratación de los polímeros en la superficie de pirita. Una deficiencia con la aplicación de todos los minerales de sulfuro presentes en altas dosis. Sin embargo, una importante ventaja de los depresores orgánicos sobre los reactivos inorgánicos es que los polímeros tienen mayor flexibilidad y potencial para ser modificados a través de varios procesos que pueden mejorar efectivamente su selectividad, así como el efecto de depresión.

2.5 Principios de flotación

Castro (2003), define el proceso de flotación en su forma más simple como una labor de concentración mineral, en el cual, se procura separar las partículas de mineral finamente molidos de menas útiles de las que son estériles o ganga. El proceso comprende el tratamiento químico de una pulpa de mineral, a fin de crear condiciones favorables para la adhesión de ciertas partículas de minerales a las burbujas de aire. El autor afirma que, el objetivo principal es la separación de especies minerales finamente divididas, a partir de una pulpa acuosa, aprovechando sus propiedades de afinidad (hidrofílico) o repulsión (hidrofóbico) con el agua. En la operación, se añaden reactivos como modificadores, espumantes y colectores, cada
uno de ellos cumple con funciones distintas. Además, las concentraciones de estos impactan en la recuperación y ley del concentrado producido.

En la actualidad, este proceso es uno de los más importantes dentro de la metalurgia extractiva, ya que, ha permitido la explotación de yacimientos complejos y de bajo contenido, los cuales, serian llamados como marginales sin la ayuda de la flotación.

Bravo (2004) define dos tipos de minerales según su comportamiento en contacto con el agua.

Minerales Hidrofílicos

Minerales que pueden ser mojados por el agua, ya que tienen cierta afinidad por ella, los constituyen los óxidos, sulfatos, silicatos y carbonatos. Estos representan en su mayoría a los minerales estériles conocidos como ganga dentro de un proceso de flotación espumante. Su afinidad hace que permanezcan en suspensión en la pulpa para posteriormente descender.

Minerales Hidrofóbicos

Son aquellos minerales que no se mojan con el agua, como los metales nativos, sulfuros de metales o especies como el grafito, carbón bituminoso, talco y otros. Esta propiedad evita el mojado de las partículas minerales y así puede adherirse a las burbujas de aire inducidas y finalmente ascender a la superficie

2.5.1 Flotación Espumante

Los minerales que poseen propiedades hidrofóbicas por naturaleza son mucho más fácil de manejar, pero a la mayoría se le debe provocar dicha característica mediante la adición de reactivos que reduzcan la tensión superficial de la interface sólido-agua y permita la adsorción espontánea de burbujas de aire, de esta manera el sistema partícula-burbuja ascienda hasta la superficie formando una especie de colchón de espuma mineralizado que se mantiene estable, permitiendo por rebalse el abandono del sistema, formando una corriente mineralizada.

Así la representación esquemática del proceso de flotación se muestra en la Fig. 2.11.



Fig. 2.11 Esquema del proceso de flotación (Fuerstenau et al., 2007)

Fases de Flotación Espumante

La flotación de minerales por el método de flotación por espuma se basa en el contacto entre tres fases: sólida, líquida y gaseosa. Las dos últimas están representadas casi siempre por agua y aire, siendo la fase sólida representada por el mineral que se desea recuperar (Lupo y Utani, 2014). La representación de las 3 fases en el proceso de flotación se muestra en la Fig. 2.12.



Fig. 2.12 Representación de las fases en el proceso de flotación (Kawatra, 1992)

Donde:

- γ S/A: energía de superficie entre la fase sólido-aire
- γ S/L: energía de superficie entre la fase sólido-agua
- γ L/A: energía de superficie entre la fase agua-aire
- heta: ángulo de contacto entre el sólido y burbuja de aire dentro de un líquido

Por lo tanto, este proceso complejo, se conforma de un conjunto de reactivos, parámetros del mineral, química de superficies e incluyendo parámetros de los equipos. Dicho conjunto forma la base del proceso de flotación espumante, el que se ve representado en la Fig. 2.13.



Fig. 2.13 Conjunto base del proceso Flotación Espumante (Bustamante, 2017)

2.5.2 Ángulo de contacto y Ecuación de Young

En la Fig. 2.12, se puede observar un ángulo que se forma entre una burbuja de aire y la superficie de un sólido inmerso en un líquido. Este valor se conoce como ángulo de contacto (θ). Según Bustamante (2017), dicho valor varía de acuerdo a las propiedades de la partícula sólida y el líquido en el proceso de adhesión partícula-burbuja.

También afirma que, la respuesta de una superficie mineral en relación a los reactivos de flotación en el agua depende de las tensiones que actúan en la superficie. Para que sea factible la flotación de partículas sólidas o líquidas, más densas que el medio líquido, es preciso que la adherencia de las partículas a las burbujas de gas sea mayor que la tendencia a establecer un contacto entre las partículas y el líquido. Ahora bien, el autor señala que, este contacto entre sólido-líquido se determina mediante el valor de θ formado, y este valor es un parámetro que se usa para describir la hidrofobicidad de las superficies minerales.

Thomas Young (1805), propuso estudiar el ángulo de contacto de una gota de líquido colocada sobre una superficie sólida plana, como un equilibrio de las

tensiones interfaciales sólido-líquido, sólido-gas y líquido-gas. Como resultado de su trabajo, propuso la siguiente ecuación para determinar el ángulo de contacto.

$$\cos\theta = \frac{\gamma S/A - \gamma S/L}{\gamma L/A}$$
(2.1)

Entonces, puede definirse como el ángulo formado por el sólido en un contacto trifásico S (sólido) / L (líquido) / A (aire, gas), indicando mojabilidad del sólido; es decir mientras mayor sea el ángulo de contacto, menor será la mojabilidad, o dicho de otra manera, mayor será el grado de hidrofobicidad; por ejemplo, si θ tiende a 90° se dice que la partícula es hidrófoba, por el contrario sí θ tiende a 0° la partícula es hidrófoba, por el contrario sí θ tiende a 0° la partícula es hidrófila (Linares, 2011). En la Fig. 2.14 se observa una representación gráfica de este ángulo.





Fig. 2.14. Clasificación de un sólido según el ángulo θ (Linares, 2011)

Donde:

- γ S/A: energía de superficie entre la fase sólido-aire
- γ S/L: energía de superficie entre la fase sólido-agua
- γ L/A: energía de superficie entre la fase agua-aire
- heta: ángulo de contacto entre el sólido y burbuja de aire dentro de un líquido.

Es posible aumentar θ con el uso de sustancias tensoactivas (espumantes), ya que estas forman una película hidrófoba alrededor de las partículas gracias a que presentan una molécula no polar (hidrófoba) que es atraída por las burbujas de aire en ascensión y otra polar (hidrófila) atraída por la fase dispersa (Bustamante, 2017).

2.5.3 Variables de la Flotación

En el proceso de flotación se deben tomar en cuenta ciertos aspectos operacionales que son relevantes, ya que, si uno de ellos se modifica, puede cambiar el proceso completamente. Gonzales (2016) señala que algunas de las variables de mayor importancia para el proceso de flotación son:

Granulometría

El tamaño de partículas tiene gran importancia ya que la flotación requiere que las especies minerales útiles tengan un grado de liberación adecuado para su posterior concentración.

Tipo de reactivo

Existen varios reactivos que se pueden utilizar en el proceso de flotación. Estos se clasifican en colectores, espumantes y modificadores, cada uno con diferentes características y funciones. Se utilizan dependiendo de la naturaleza del mineral de interés que se requiere concentrar y recuperar.

Dosis de reactivo

La cantidad a utilizar de cada reactivo seleccionado depende del tonelaje con el que se va a trabajar y esto es posible determinar mediante pruebas metalúrgicas que se realizan preliminarmente. Cada reactivo cuenta con una descripción de sus características, dosificaciones de trabajo, y el medio en que se debe desarrollar el proceso de flotación, para que se efectúe de manera óptima.

Porcentaje de sólido

En general, si se va a trabajar a una escala de laboratorio, se puede utilizar la relación (20-30%) de sólido y el resto de líquido, tomando en cuenta en qué celda se va a realizar la flotación. Una manera de calcular este porcentaje es a través de la concentración de porcentaje peso/peso (P/P) o con la densidad del material. La concentración de las soluciones es la cantidad de soluto contenido en una cantidad determinada de solvente o solución; en este caso sería el peso del sólido la incógnita que corresponde al porcentaje de sólido utilizado en el proceso de flotación.

$$\% p/p = \frac{peso \ del \ solido}{peso \ del \ solido + peso \ del \ fluido}$$
(2.2)

Desde la ecuación de la concentración del porcentaje peso/peso se despeja como incógnita al peso del sólido requerido para mantener la condición establecida.

Regulación del pH

Al ser un proceso fisicoquímico la flotación es sumamente sensible al pH, Especialmente cuando se trata de flotación selectiva. Cada fórmula de reactivos tiene un pH óptimo en el cual se obtendrá el mejor resultado operacional.

Tiempo de residencia

El tiempo de residencia dependerá de la cinética de flotación de los minerales, de la cinética de acción de reactivos, del volumen de las celdas, porcentaje de sólidos de las pulpas en las celdas y de las cargas circundantes.

2.5.4 Cinética de Flotación

La cinética de flotación estudia la velocidad a la cual flotan las partículas. Es decir, la variación del contenido de mineral de interés recuperado en el concentrado en función del tiempo. Los modelos más usados para realizar el ajuste de datos experimentales y cálculo de los parámetros cinéticos de flotación de acuerdo con Bustamante (2017) son:

- Modelo de García-Zúñiga
- Modelo de Klimpel

2.5.5 Reactivos de Flotación

Son sustancias químicas que se emplean en los procesos de flotación, estos tienen como objetivo, generar las condiciones químico-físicas dentro del sistema, que fomentan la recuperación y separación de los minerales de interés de la ganga. Existen tres grupos importantes: colectores, espumantes y modificadores.

Colectores

Son compuestos heteropolares, es decir poseen polos diferentes, que tienen la característica de ser solubles en agua. Tienen por objetivo lograr que la partícula pase de ser hidrofílica, a comportarse como una partícula hidrofóbica. Esto lo logran por medio de sus características inocuas, ya que poseen una parte polar que les permite unirse a la superficie de un mineral, generando una envoltura en forma de película que consigue eliminar los sitios iónicos que interactúan con el agua. Ahora bien, el poder que posee cada colector para cumplir con su objetivo es medido por la dosis y lo compleja que resulte la flotación del mineral por unidad de colector empleado, por otra parte, la selectividad de estos, va a depender de la habilidad para flotar selectivamente el o los minerales deseados (Uribe, 2018). Algunos de los colectores más conocidos y utilizados, se muestran en la Tabla 2.5.

Carga iónica	Clasificación	Composición	Aplicaciones y Propiedades		
Aniónicos	Xantatos	-Etil-Na Etil-K	-Flotación de minerales de sulfuro, Cu- Zn y Cu-Pb, Zn		
		-Isopropil-Na,	-Colectores etílicos para minerales de Cu, Pb y Zn, y para Au, Ag, Co, Ni y		
		Isopropil-K	FeS ₂		
		-Amil-K secundario, Amil-K	-Colectores más activos, pero menos selectivos, usados para minerales tratados con Na_2S y para sulfuros de Co-Ni		
	Ditiofosfatos	-Dietil-Na	-Minerales de sulfuros Cu-Zn, selectivo, no espumante Ag-Cu-Pb-Zn sulfuro, selectivo, espumante.		
		-Dietil-Cresil- P ₂ S ₂ 15%,25%, 31%	-Principalmente usado para minerales de PbS y Ag_2S		
		-Di-sec-butil-Na	-Sulfuros de Au-Ag-Cu-Zn; no son buenos para Pb		
	Tionocarbamato	Etil-isopropíl (Z- 200)	Colector selectivo, para sulfuros de cobre (o ZnS con Cu activado) en presencia de FeS_2		
	Alquil Sulfatos y Sulfonatos	$C_{12} - C_{10}$ (dodecil-cetil)	Colectores para minerales de hierro, cromita, barita, carbonados de cobre, $CaCO_3$, CaF_2 , $BaSO_{4-}$		
Catiónicos	Aminas, acetato de aminas, sales de amonio y amidas	-Animas primarias y secundarias	-Usadas para separar KCl de NaCl y para flotar ${\rm SiO}_3$		
		-Acetato de aminas	-Usadas para flotar cuarzo, silicatos, calcopirita.		
		-Sales de amonio cuaternarias			
No iónicos	Aceites no solubles	Kerosene, diésel, hidrocarburos líquidos	Colectores para fluoritas, minerales de hierro, cromita, esquelita, $CaCO_2$, $MgCO_3$, apatita, ilmenita, molibdenita		

 Tabla 2.5 Resumen de diferentes tipos de colectores y sus características (Uribe, 2018)

Espumantes

Reactivos orgánicos, que al igual que los colectores son de carácter heteropolar donde los grupos polares interactúan con el agua y los grupos apolares se encuentran en la interfaz agua/aire. Estos reactivos cumplen diversas labores dentro del proceso de flotación, siendo la más importante la generación de espuma estable que permita remover el concentrado de las celdas de flotación. Además, su aplicación resulta vital para formar burbujas finas que mejoren la dispersión de las burbujas dentro de la celda de flotación, ayudan a prevenir la coalescencia de las burbujas de aire, aporta en la disminución de la velocidad de ascenso de las burbujas hacia la superficie de la pulpa, y por último, aumenta la resistencia de la película de la burbuja y la estabilidad de la espuma formada, cuando esta sale a la superficie (Uribe, 2018). Algunos de los espumantes más conocidos se muestran en la Tabla 2.6.

-Aceite de pino	
-Ácido de cresílico	-Éter metal glicol polipropinel u Dowfroth y
Constituyentes activos son: terpinol y el cresol	aerofroth 65
Usados en los inicios de la	-Muy usados en la actualidad
flotación, actualmente están restringidos	- Generan espumas más estables que los alcoholes
Funcionan muy bien en procesamiento de minerales arcillosos	Muy solubles
	 -Aceite de pino -Ácido de cresílico Constituyentes activos son: terpinol y el cresol Usados en los inicios de la flotación, actualmente están restringidos Funcionan muy bien en procesamiento de minerales arcillosos

Tabla 2.6: Resumen de algunos espumantes y sus características (Uribe, 2018)Alcoholes AlifáticosAlcoholes aromáticosÉteres poliglicólicos

Modificadores

Estos reactivos cumplen un rol fundamental dentro de la flotación debido a sus características y propiedades permiten variar las condiciones fisicoquímicas, según se requieran en el sistema, para mejorar la eficiencia del proceso (Uribe, 2018). Los modificadores más relevantes y sus funciones se describen en la Tabla 2.7.

2.5.6 Indicadores metalúrgicos

Bustamante (2017) señala que los indicadores metalúrgicos son valores adimensionales que determinan la calidad de separación del mineral de interés de la ganga, en las diferentes etapas de concentración. Estos números son utilizados a escala de laboratorio para posteriormente dimensionar equipos y plantas de concentración. Cada uno de estos valores en cada etapa del proceso de concentración es obtenido a partir de un balance de masas considerando la entrada o alimento de mineral, la ley (o tenor), las pérdidas en cada proceso de flotación y las leyes finales obtenidas por concentración.

La separación y muestreo se realiza en estado estacionario, esto significa que todo lo que ingresa es igual a lo debe salir durante el proceso. De este modo se garantiza que el muestreo está generando datos correctos y que son constantes en el tiempo.

Reguladores de pH -Cal (CaO), Hidróxido de sodio (NaOH), Carbonato de sodio (Na $_2$ CO $_3$), Ácidos fuertes (HCl, H $_2$ SO $_4$)	Controlan la acidez o alcalinidad de la pulpa. Cambian la concentración del ion hidrógeno de la pulpa, lo cual tiene como propósito incrementar o decrecer la adsorción del colector.
Depresantes Inorgánicos: Ca y Mg, Silicatos, Cianuros. Orgánicos: Polisacáridos, ácidos húmicos.	Disminuyen la flotabilidad de un mineral haciendo su superficie más hidrofílica o impidiendo la adsorción de colector. Pueden ser inorgánicos (previenen que los colectores interactúen con los minerales), u orgánicos (actúan induciendo hidrofilicidad en partículas hidrofóbicas).
Activadores -Cationes polivalentes: Cu^{+2} -Aniones polivalentes: S^{2-} - Surfactantes catiónicos: Aminas	Aumentan la flotabilidad de ciertos minerales, mejorando o ayudando a la adsorción de un colector.

Tabla 2.7: Resumen de algunos Modificadores y sus características (Uribe, 2018)

DispersantesEvitan que las lamas floten. Pueden ser inorgánicos-Poli fosfatos $(P_n 0_{3n+1})^{n+2}$ solubles en agua como silicatos y fosfatos; u orgánicos- Poli fosfatos $(mNa_2 * nSi0_2)$ como polisacáridos, los cuales deben tener un peso- Polisacáridos (dextrina,
celulosa, almidones, etc.)molecular- DispersantesEvitan que las lamas floten. Pueden ser inorgánicos- Poli fosfatos (mNa_2 * nSi0_2)molecular- Polisacáridos (dextrina,
celulosa, almidones, etc.)floculantes.



Fig. 2.15 Esquema de un concentrador con dos productos (Bustamante, 2017)

Los flujos másicos del mineral deben mantenerse en un constante balance de masa de la siguiente manera:

$$\begin{bmatrix} Flujo \ math{``asico} \ de \ mineral \\ que \ entra \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Flujo \ math{``asico} \ de \ mineral \\ que \ sale \end{bmatrix}$$
(2.3)

Microscópicamente se tiene:

$$\begin{bmatrix} Mineral \ de \ interés \\ que \ entra \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Mineral \ de \ interés \\ que \ sale \end{bmatrix}$$
(2.4)

Es decir, según la figura 2.15:

$$A = C + t \tag{2.5}$$

$$A * t_a = C * t_c + t * t_t$$
 (2.6)

35

Además, existen diferentes índices o valores que representan calidad del proceso de concentración en diferentes relaciones, así como también índices que relacionan la capacidad del circuito de concentración, que son usados para escalamiento.

2.5.6.1 Índices de calidad

Representan información de la calidad obtenida de los productos del proceso, ya sea, en la etapa de concentración o en toda la planta (Bustamante, 2017).

Recuperación (R)

Es la relación entre el peso del mineral de interés que hay en el concentrado obtenido, respecto a la cantidad de mineral que ingresó como alimento.

$$R = \frac{Peso \ del \ mineral \ de \ interés \ en \ concentrado}{Peso \ del \ mineral \ de \ interés \ en \ alimento}$$
(2.7)

Si desglosamos el término del concentrado y alimento de la ecuación (2.6) se tiene que:

$$\begin{bmatrix} Peso \ del \ mineral \\ de \ interés \ en \\ concentrado \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} Peso \\ de \\ Concentrado \end{bmatrix} * \begin{pmatrix} Ley \\ de \\ Concentrado \end{pmatrix} = C * t_c \quad (2.8)$$
$$\begin{bmatrix} Peso \ del \ mineral \\ de \ interés \ en \\ Alimento \end{bmatrix} = A * t_a \quad (2.9)$$

Entonces, reemplazando (2.8) y (2.9) en (2.7), se obtiene:

$$R = \frac{C * t_c}{A * t_a} \tag{2.10}$$

Razón de enriquecimiento (R_E)

Es la relación entre la ley del mineral útil en el concentrado, respecto a la ley del mismo mineral de alimento (Bustamante, 2017).

$$R_E = \frac{t_c}{t_a} \tag{2.11}$$

Este valor debe ser mayor a la unidad, ya que, en caso de que se iguale a la unidad la concentración no se está efectuando. En cambio, mientras más lejano se encuentre de la unidad, mejor será la concentración, mostrando un enriquecimiento del concentrado en aumento respecto al alimento, en términos de ley.

2.5.6.2 Índices de capacidad

Son aquellos valores que proporcionan información para escalamiento, dimensionamiento y selección adecuada de equipos de concentración (Bustamante, 2017).

Razón de concentración (R_c)

Es la relación entre el flujo másico de sólidos en la alimentación, respecto al flujo de sólidos en el concentrado. Se obtiene solo información de capacidad que ayuda, por ejemplo, a calcular tonelaje de alimentación para producir 1 tonelada de concentrado.

$$R_C = \frac{A}{C} \tag{2.12}$$

Rendimiento de concentración (V)

Es la relación entre flujo másico en el concentrado, respecto al flujo másico de sólidos en la alimentación. Es decir, es la inversa de R_c, por tanto, también proporciona información de tonelaje.

$$V = \frac{C}{A} = \frac{1}{R_C} \tag{2.13}$$

Por otra parte, Moraga (2018) señala que, para evaluar la eficiencia de un proceso de flotación, la literatura define una línea, o bien, una región en donde los resultados de la flotación deben operar. Esta área se construye, al graficar la recuperación (R) de un mineral de interés contra la recuperación (R) de la ganga, de esta manera se facilita el análisis y la toma de decisiones en cuanto a diseño y escalamiento. Así la representación de la región de operación se muestra en la Fig. 2.16.

En la práctica no se consigue el óptimo en una sola etapa de flotación, es por esto que surge la necesidad de combinar distintas etapas, dando uso a las características de cada una de ellas, configurando así distintos circuitos de flotación.



Fig. 2.16 Gráfico representativo de la región de operación en un proceso de flotación, respecto al % recuperado de la especia valiosa v/s ganga (Moraga, 2018)

2.5.7 Circuitos de flotación

Moraga (2018) señala que, los circuitos son una herramienta útil y muy necesaria cuando se tiene más de una especie mineralógica de interés, ya sea que se pretenda obtener diferentes productos comercializables o separar especies contaminadas y gracias a su aplicación se logra realizar una eficiente separación selectiva. Existen tres etapas de flotación y estas se pueden combinar según el objetivo con el que se diseñe el circuito.

Flotación Rougher (Primaria)

En esta etapa el mineral proveniente de molienda es sometido a una primera separación, en donde se busca obtener el máximo de recuperación para que su relave no contenga especies de interés, además disminuye los flujos de mineral a tratar en etapas siguientes.

Flotación Cleaner (Limpieza)

En esta etapa el mineral que se recibe proviene de la flotación *rougher*, y se somete a una limpieza que maximiza la ley de concentrado, por lo general esta etapa es la encargada de generar el producto final de la planta.

Flotación Scavenger (Repaso/Barrido)

Esta etapa maximiza la recuperación, y es usada para complementar las etapas anteriores con la finalidad de re-tratar los relaves, y así evitar pérdidas de las especies valiosas.

2.5.8 Equipos de flotación

En su definición más simple se puede decir que un equipo de flotación es un reactor que en la jerga minera se le denomina celda de flotación. Es en dicha celda donde se generan las condiciones para promover el contacto partícula-burbuja, la adhesión entre ellas y la separación selectiva de especies.

Ahora bien, la estructura de una celda de flotación debe cumplir con ciertas características, tales que:

- Se promueva la óptima suspensión y dispersión de la pulpa.
- Sea posible la inyección de gas.
- Disponga de una zona sin turbulencia, para la formación y remoción de la espuma.
- Se adapte a las necesidades de recuperación metalúrgica y/o calidad del concentrado.
- Permita la manipulación de los parámetros operacionales como flujo de gas, rpm, nivel de pulpa, entre otros.

Estos equipos de flotación se clasifican en dos grupos, dependiendo de la forma de agitación en celdas mecánicas y celdas neumáticas.

2.5.8.1 Celdas mecánicas

Las celdas mecánicas son las más comunes y las más usadas en la industria. Se caracterizan por tener un impulsor. El eje del impulsor es un tubo concéntrico hueco que sirve de conducto para el ingreso del gas al interior de la pulpa, lo que ocurre en el espacio entre el impulsor y estator o difusor, es la dispersión de pequeñas burbujas de 1 - 3 mm.

En la zona próxima al arreglo impulsor-estator existe una agitación vigorosa de la pulpa, para favorecer el contacto partícula-burbuja. A partir de un nivel medio de la

celda se tiene una zona de menor turbulencia, donde el agregado partícula-burbuja asciende con menor probabilidad de romperse. A medida que las burbujas se mueven al nivel del labio de la celda, son arrastradas hacia el exterior por el empuje de las burbujas que vienen atrás, tal como se observa esquemáticamente la celda de flotación mecánica en la Fig. 2.17.



Fig. 2.17 Esquema de una celda de flotación mecánica (Yianatos, 2014)

Además, en este tipo de celdas pueden diferenciarse tres grandes zonas, en las cuales ocurren diferentes procesos, los que se describen a continuación:

Zona de agitación o mezclado

Es aquella donde se produce la colisión de la partícula con la burbuja, para esto se debe agitar la pulpa con el objetivo de que todas las partículas se mantengan en suspensión.

Zona de mineralización

Favorece la migración de las burbujas hacia la zona de espuma. En esta las partículas hidrofóbicas adheridas a la burbuja se elevan hasta la superficie, donde se acumulan para formar la zona de espuma.

Zona de espuma

La principal función de la espuma es acumular minerales flotables de manera estable para ser retirados de la celda. Se muestra la representación gráfica de dichas zonas, en la Fig. 2.18.



Fig. 2.18 Representación de las tres zonas formadas durante la flotación (Bravo, 2004)

2.5.8.2 Celdas neumáticas

Celdas columnares

Las celdas de columna son los equipos neumáticos que con mayor frecuencia se usan en flotación, son requeridos en etapas de limpieza de concentrados debido a que en este tipo de celdas se consiguen las mejores leyes, aunque con menores recuperaciones. Normalmente tienen una altura de 9 a 15 m y están compuestas de secciones cuadradas o rectangulares. En estas celdas la pulpa es alimentada por la parte superior, específicamente por debajo de la zona de espuma cargada, esta desciende y se encuentra en contracorriente con las burbujas ascendentes. Las partículas flotables se adhieren a las burbujas en la zona de colección, siendo transferidas a la zona de limpieza (espuma), donde el agua de lavado limpia la espuma de partículas de ganga arrastradas mecánicamente. El agua de lavado se agrega sobre o dentro de la espuma, normalmente con un arreglo de tubos perforados. El gas ingresa a la columna a través de inyectores o *spargers* instalados horizontalmente en uno o más arreglos. El diseño de los inyectores de gas es tal que permite que sean reemplazados sin detener la operación (Fig. 2.19).



Fig. 2.19 Representación de una celda columnar (Yianatos, 2014)

3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En este capítulo se aborda la metodología empleada para caracterizar la muestra mineral con la que se trabajó y definir los parámetros que se utilizaron en las etapas de concentración magnética y flotación espumante.

En relación a la muestra, se realizó una caracterización física, química y mineralógica para definir el diseño de proceso que posteriormente se utilizó con el fin de concentrar minerales de cobre y cobalto.

Para las pruebas de concentración, se utilizaron 2 diseños de procesos. Uno que consistió en una flotación y luego en base a los resultados se realizó una separación magnética. El otro proceso, comenzó con una separación magnética y luego flotación de la fracción no magnética.

A continuación, se describe en detalle la metodología, parámetros analizados y equipos utilizados durante el desarrollo de esta investigación.

3.1 Caracterización de la muestra

La muestra utilizada se obtuvo del distrito minero de San Juan, ubicado en la Región de Atacama, y se trabajó en la Facultad de Ingeniería de la Universidad de Talca en la ciudad de Curicó.

3.1.1 Preparación de la muestra

Antes de caracterizar el mineral se realizó una reducción de tamaño de la muestra recopilada, la cual venía previamente chancada a una granulometría de ³/₄ de pulgada, este chancado fue realizado en las dependencias del distrito San Juan con la finalidad de facilitar su transporte.

Roleo y cuarteo de la muestra

Se efectuó uno de los métodos más conocidos, correspondientes al roleo y cuarteo con el fin de conseguir una muestra que fuera lo más homogénea y representativa posible. Esto se consiguió de la siguiente manera (Fig. 3.1):

- Se depositó el mineral sobre un *nylon* seco, limpio, sin orificios y del tamaño adecuado para la cantidad de muestra; la idea es generar una especie de cono con el material.
- Se procedió a mezclar el mineral tomando una punta del nylon a la vez, llevando el mineral a la esquina contraria, este proceso se repite, por lo menos, 5 veces por punta.
- Luego de homogenizar el material, este se lleva al centro del *nylon* y se debe aplastar para formar una torta circular plana.
- Dicha torta circular es dividida en 4 partes iguales con la ayuda de una espátula.
- Se retiran dos partes contrarias, con la ayuda de una espátula, y se separan.
- Con las otras dos partes que quedan en el *nylon*, se procede a repetir el proceso de roleo y cuarteo.



Fig. 3.1 Proceso de roleo y cuarteo para obtener una muestra representativa.

Este proceso se realizó varias veces hasta obtener muestras homogéneas y representativas de distintos pesos, según el tipo de análisis a realizar.

Con las muestras preparadas se realizaron análisis de caracterización física y química mediante la técnica de FRX en el laboratorio de Procesamiento de Minerales de la Escuela de Ingeniería Civil de Minas de la Universidad de Talca. Los análisis químicos por ICP-MS se realizaron en el laboratorio ALS ubicado en Santiago y la mineralogía determinada mediante la técnica de DRX y Mineralogía Automatizada en un equipo Tescan, se realizó en el Centro de Estudios Mineralógicos (CEM) en Santiago. En la Tabla 3.1 se indica un resumen de los ensayos realizados.

Tabla 3.1 Resumen de análisis realizados para la caracterización mineral						
Tipo de	Encavo	Tipo de	Objetivo	Laboratorio		
caracterización	LIISayo	muestra	Objetivo			
	Cranulamatría	Complete	Determinar granulometría			
	Granulometria	Completa	muestra inicial			
Física	Donsidad	Complete	Determinar densidad	INSIDAD		
FISICa	Densidad	Completa	aparente muestra inicial			
	Peso específico	Completa	Determinar peso específico	UTalca, ICM		
	reso específico	compieta	muestra inicial			
	ICP	Fino –	Determinar presencia de	ALS		
		Grueso	Co - Cu	ALG		
	FRX	Por malla,	Determinar concentración	UTalca, ICM		
			Cu – Fe según tamaño de			
		compieta	partículas			
Química			Determinar cantidad de			
	FRX	Por malla	minerales magnéticos			
		senarada nor	(MM) y no magnéticos	UTalca ICM		
		magnetismo	(MNM) y concentración Cu			
		magnetismo	 Fe según tamaño de 			
			partículas en MM y MNM			
	DRX	Completa	Determinar menas de Co y	CEM		
	DIX	compieta	Cu			
Mineralógica	ógica Mineralogía Automatizada		Determinar menas de Co v	CEM		
		Por malla	Cu			
	(TESCAN)					

Para la realización de pruebas de concentración magnética y flotación espumante se utilizó el mismo método de roleo y cuarteo para obtener muestras representativas,

y estas se realizaron en el laboratorio de Procesamiento de Minerales de la Escuela de Ingeniería Civil de Minas.

3.1.2 Análisis granulométrico

Tomando una muestra completa, representativa, se realizó un ensayo de tamizado en el Ro-Tap, bajo un sistema de 8 tamices (capacidad máxima del equipo), durante 10 min. La serie de tamices que se empleó se indica en la Tabla 3.2. EL objetivo de este ensayo es determinar la granulometría de la muestra inicial con la que se trabajará y determinar la composición química de las distintas fracciones de tamaño para evaluar la homogeneidad o heterogeneidad de la mineralogía según el tamaño de partículas.

Tabla 3.2 Serie de tamices utilizados en análisis granulométrico								
#	3⁄4	1⁄4	20	40	70	100	200	> 200
μ m	20 mm	6,35 mm	841	420	210	150	74	< 74

3.1.3 Densidad y peso específico

La densidad es la relación entre la masa y el volumen de una sustancia, por tanto, las unidades se expresan en unidades de peso sobre unidades de volumen (gr/cm³). El peso específico se refiere al peso de una sustancia en determinado volumen, medido en condiciones determinadas, por ejemplo, una temperatura dada.

Densidad aparente

El cálculo de la densidad aparente se efectuó mediante el siguiente procedimiento:

- Se tomó un recipiente de volumen conocido y se pesó.
- Se adicionó el mineral en el recipiente, sin aplicar fuerza o vibración.
- El mineral fue pesado.
- Se calculó la diferencia de masa para obtener el peso del mineral.

- Se calculó la densidad aparente.

$$\rho = \frac{\text{Masa mineral (g)}}{\text{Volumen recipiente } (c^3)}$$
(3.1)

El valor obtenido se utilizó para determinar cuántos gramos de mineral y mililitros de agua se utilizarían en la celda de flotación.

Peso específico por picnometría

El cálculo de peso específico por picnometría se realizó mediante el siguiente procedimiento:

- Se pesó el picnómetro vacío con su tapa (W₁).
- El mineral se introdujo en el picnómetro, hasta llenar aproximadamente 1/3 del volumen del recipiente, luego se colocó la tapa y se pesó el conjunto (W₂).
- Se llenó parcialmente el picnómetro, que contenía al mineral, con agua destilada y se calentó a baño maría para sacar las burbujas de gas, se deja enfriar, se completó el frasco con agua destilada hasta arriba y se colocó la tapa, el agua sube por su perforación, se secó exteriormente y se pesó (W₃).
- Se vació el picnómetro y se rellenó con agua, se tapó y secó el exterior, luego se pesó (W₄).

El peso específico por picnometría se calculó con la siguiente ecuación:

$$PE = \frac{w_2 \cdot w_1}{(w_4 \cdot w_1) \cdot (w_3 \cdot w_2)}$$
(3.2)

3.1.4 Caracterización química

En la segunda etapa de caracterización se determinó la composición química de la muestra de 2 maneras en 2 diferentes etapas

Primero, se determinó la composición química mediante la técnica de ICP-MS para determinar la presencia de cobalto, cobre y otros elementos químicos de interés. En la Tabla 3.3 se observan los elementos químicos identificados en este análisis.

Tabla 3.3 Elementos químicos identificados por ICP-MS y FRX								
	Ag	Be	Со	Ga	Mn	Р	Sc	ΤI
ICP-MS	Al	Bi	Cr	К	Мо	Pb	Sr	U
	As	Са	Cu	La	Na	S	Th	V
	Ва	Cd	Fe	Mg	Ni	Sb	Ti	W
	Mg	Sr	Mn	Со	Ag	Sb	Ва	W
FRX	Са	Al	Р	Fe	La	V	Мо	Ni
	Cd	As	K	Sr	Cr	Cu	U	Na
	S	Ti	Bi	Be				

Se prepararon 2 muestras de tamaño mayor y menor a 150 μ m (malla #100 ASTM), con el fin de determinar la variación composicional entre estas dos fracciones de tamaño y se enviaron al laboratorio ALS ubicado en Santiago.

Posterior a esto, junto al análisis granulométrico se realizó un análisis químico de fluorescencia de rayos X (FRX) a lo retenido en cada malla, con el propósito de determinar cómo varía la ley de cobre y cobalto en las diferentes fracciones de tamaños obtenidas en el análisis con el Ro-Tap, además de otros elementos indicados en la Tabla 3.3. También, se calculó los finos de Cu y Co. Para esto, se tuvo que verter el material retenido en cada malla en su respectivo recipiente y efectuar el siguiente proceso:

 El material retenido en las mallas #3/4, #1/4, #20, #40, #70 se procesó por la pulverizadora (cada malla fue un proceso independiente), donde se molieron hasta que todas sus partículas quedaran de un tamaño menor a 100 μm.

- Se vertió cada muestra molida en un *nylon*, donde fue roleada y aplanada, para formar una torta circular.
- De cada torta circular se tomaron pequeñas paladas de material en diferentes sectores de esta, las cuales abarcaron desde la superficie hasta el fondo de la torta, estas fueron depositadas en un muestrero circular, dejando 1/3 del recipiente sin llenar, por último, se tapó el muestrero con papel sellante adecuado para el equipo FRX.
- Se introdujo cada muestrero al compartimiento del trípode y se realizó el análisis químico mediante FRX por un tiempo de 60 s.

Para el cálculo de finos se emplea la siguiente ecuación:

$$Fino \ total \ mineral = peso \ total * \frac{Ley \ min}{100}$$
(3.3)

3.1.5 Caracterización mineralógica

Finalmente, en el laboratorio CEM se analizó una muestra completa mediante un análisis de difracción de rayos x (DRX) con el objetivo de identificar la mineralogía de las especies más abundantes. Asimismo, se envió otra muestra la cual fue dividida en 3 fracciones de tamaño (63, 106 y 212 μ m) y se determinó cualitativamente la abundancia de minerales y la asociación mineralógica con la técnica de Mineralogía Automatizada utilizando un equipo Tescan.

3.2 Flotación espumante

En base a la caracterización se presenta en la Fig. 3.2 y 3.3 las metodologías utilizadas para los procesos de flotación *batch* a escala de laboratorio.



Fig. 3.2 Diseño A - Flotación y luego concentración magnética.



Fig. 3.3 Diseño B - Concentración magnética y luego flotación.

3.2.1 Conminución del mineral para diseño A y B

Trituración de la muestra completa

Se redujo toda la muestra a un tamaño más pequeño mediante un chancador de mandíbulas, al que se le puede variar las aperturas; en primer lugar, se procesó el material con la apertura máxima, luego con la media y se finalizó pasándolo por la abertura mínima, para así lograr el tamaño deseado.

Pulverización del material

Antes de iniciar la pulverización del mineral este es pasado manualmente, en cantidades de aprox. 400 g por la malla #10 (apertura de 2mm) para hacer una separación del material que se va a pulverizar, siendo este el que quede retenido en el tamiz.

Luego se prepara la pulverizadora, limpiándola de todo material residual de otros procesos, y se ajusta la abertura de los discos en 4 mm. Además, para evitar producir exceso de material fino se tomaron las siguientes medidas:

- Primero, se pulveriza todo el material en el equipo
- En segundo lugar, se clasifica con el tamiz #10
- Por último, el mineral que quedó retenido en el tamiz se pasa nuevamente por la pulverizadora.

De esta manera se asegura una óptima pulverización y que el 100% del material cumple con la granulometría para el proceso siguiente (Fig. 3.4).



Fig. 3.4 Proceso de conminución del mineral.

3.3 Preparación de muestra diseño A

Luego de la primera etapa de pulverización, el material debió ser pasado una vez más por un tamizaje manual. Se utilizó la malla #40, siendo el material que quedó retenido en esta el que se pulverizó nuevamente, teniendo el cuidado de ir clasificando el material cada vez que se pasó por el equipo para evitar el exceso de finos. Por esta razón se tomaron las siguientes medidas:

- Primero, se pasa por el equipo todo el material retenido en la malla #40
- En segundo lugar, se reclasifica con el tamiz #40
- Por último, el mineral que quedó retenido en el tamiz pasa nuevamente por la pulverizadora.

Una vez que se consiguió que todo el material pasara la malla #40, este es sometido al tercer proceso de tamizaje manual, para ello se trabajó con la malla #100. De esta manera se consiguió separar el material con una granulometría entre 425 y 150 micras, tamaño adecuado para efectuar la separación magnética eficientemente (proceso que se efectuará para el diseño B) el cual se determinó mediante pruebas preliminares. Por otra parte, el material <#100 se sometió a un proceso de roleo y cuarteo, para obtener la muestra completa (350 g) que se llevó a flotación según el diseño A, ya que, este material cumplía con la granulometría de flotación. Sin embargo, el material restante igual debió ser apartado en un recipiente para su posterior separación magnética según el diseño B.

3.3.1 Flotación diseño A

Se realizó una prueba de flotación sin antes efectuar la separación magnética, con el fin de evaluar si el alto contenido de magnetita en la pulpa afecta en la recuperación de Co-Cu. Una vez finalizada la flotación y estando secos los productos se realizó la separación magnética al concentrado y relave. La prueba se realizó bajo los parámetros mostrados en la Tabla 3.4.

separación magnética.	
Celda	EDEMET 1,5 litros
Agitación acondicionamiento	850 rpm
Agitación flotación	1.000 rpm
Flujo de aire	10 L/min
рН	11
Porcentaje sólido	30 % - (350 g)
Volumen de agua	1,1 L
Tiempo de acondicionamiento	10 minutos
Dosificación de MIBC	20 ppm
Dosificación de PAX	30 g/ton
Tiempo de flotación	20 min
Intervalo de paleteo	10 segundos

navémetres nava la flotación sin nyovia

Procedimiento estándar para las pruebas de flotación.

- Se limpian 2 bandejas
- Se limpia el electrodo con agua destilada, revisando el valor del pH indicado por el instrumento, si el valor de pH es incorrecto limpiar y calibrar el instrumento a temperatura ambiente.
- Se limpia la celda 1,5 L. y todo el equipo de flotación EDEMET.
- Se instalan todas las herramientas de flotación (rotor, paleteador y medidor pH).
- Se deposita el material al interior de la celda.
- Se vierte el volumen de agua al interior de la celda
- Se obtienen los reactivos y se añaden al interior de la celda con ayuda de 50 ml de agua rociada con pipeta.
- Se configura el equipo según los parámetros de flotación.
- Se inicia la etapa de acondicionamiento.
- Durante la etapa de acondicionamiento, ajustar el pH con lechada de cal.
- Preparar dos pizetas al mismo pH de la celda y añadir periódicamente para limpiar las paletas, espuma y añadir agua de reposición.
- Finalizado el acondicionamiento se inicia la prueba de flotación.
- Una vez finalizada la flotación se procede a filtrar cada bandeja de concentrado y relave.
- Se rotula cada papel filtro con el nombre de la respectiva muestra y se lleva al horno de secado durante 8-12 horas aprox. a una temperatura de 100°C.

3.3.2 Separación magnética al concentrado y relave

Una vez que finalizada la flotación de la muestra completa y estando secos los productos se procedió a concentrar magnéticamente el concentrado y relave, respectivamente, para ello se tuvo que:

- Verter el material en una superficie limpia y plana

- Con ayuda de un imán y un lente de reloj químico, se procedió a separar el contenido magnético de lo no magnético, depositándolo en otro recipiente de vidrio.
- Luego de la concentración se pesó el contenido de la fase magnética y no magnética y se analizó con el equipo de FRX.



Fig. 3.5 Proceso de separación magnética.

3.4 Preparación de muestras diseño B

El material que se obtuvo con una granulometría entre 425 y 150 micras, producto del proceso en el punto 3.3, junto con el material restante <#100 que no se utilizó en la flotación diseño A, fue el que se utilizó para la metodología del diseño B, que inicia con un análisis granulométrico previo a la concentración magnética con el objetivo de separar la muestra por granulometría.

Análisis granulométrico del material obtenido

El material se sometió a un análisis Ro-Tap con sistema de mallas #50, #70, #100, <#100. Para efectuar el análisis se tuvo que:

- Pesar el material.

- Rolear y cuartear hasta conseguir muestras homogéneas de 400 g aprox.
- Limpiar cuidadosamente cada malla y el equipo.
- Configurar el equipo para un tiempo de 10 min.
- Verter el material al sistema de malla (superior) e iniciar el análisis.
- Terminado el proceso, se retiró el material retenido en cada malla en recipientes distintos, previamente tarados, y se pesó cada uno de ellos.

3.4.1 Separación magnética a las muestras de cada malla

Una vez que finalizo el análisis granulométrico para cada muestra, se procedió a almacenar cada una de ellas en sus respectivas bolsas, obteniéndose un total de 4 muestras M_1 (#50), M_2 (#70), M_3 (#100), M_4 (<#100); siendo cada una de estas la suma de todas las muestras generadas durante el análisis y respectivas a cada malla.

Posterior a esto, se concentró magnéticamente el material de cada una de las 4 muestras (proceso independiente para cada muestra), esto se realizó de la misma manera que se indicó en el punto 3.3.2

Entonces para cada una de las muestras M_1 , M_2 , M_3 y M_4 se obtuvo una fase magnética y no magnética, obteniéndose las siguientes muestras:

- M_1 , M_2 , M_3 y M_4 no magnético (M_1NM , M_2NM , M_3NM y M_4NM)
- M_1 , M_2 , M_3 y M_4 magnético (M_1M , M_2M , M_3M y M_4M)

Medición de la composición química a fases magnéticas y no magnéticas de cada muestra

Antes de seleccionar y preparar el material con el que se realizaron las pruebas de flotación, del diseño B, fue necesario un análisis de composición química por FRX a cada una de las muestras que se obtuvieron del proceso de concentración

magnética, con la finalidad de conocer en cuál de las dos fases se encuentra la mayor cantidad de cobalto; para ello se efectuó lo siguiente, siendo para cada muestra un proceso independiente.

- Se vertió cada muestra obtenida en un *nylon*, donde fue roleada y aplanada, para formar una torta circular.
- De cada torta circular se tomaron pequeñas paladas de material en diferentes sectores de esta, las cuales abarcaron desde la superficie hasta el fondo de la torta, estas fueron depositadas en un muestrero circular, dejando un 1/3 del recipiente sin llenar, por último, se tapó el muestrero con papel sellante adecuado.
- Se introdujo cada muestrero al compartimiento del trípode y se realizó el análisis químico mediante FRX por un tiempo de 60 s.

Selección de la fase que continua a la flotación

Conociendo los resultados del proceso anterior y determinando por medio de ellos que la fase magnética no contiene cantidades importantes de Co (< 0,02 ppm), se decidió descartar esta para los procesos de flotación. Por lo tanto, las 4 muestras de la fase no magnética fueron las que siguieron el proceso de acondicionamiento para las pruebas de flotación *batch* a escala de laboratorio.

Separación de muestra para molienda

En esta etapa se definió que solo sería necesario llevar a molienda las muestras M_1NM y M_2NM , ya que, las muestras M_3NM y M_4NM cumplían con la granulometría para flotación.

Roleo y cuarteo

Se realizó un roleo y cuarteo de la muestra M₁NM siguiendo las indicaciones mencionadas con anterioridad. Se realizó el número de veces necesario hasta que se consiguieron 2 muestra representativa y homogéneas de aprox. 1 kg, las que se utilizaron para determinar el tiempo óptimo de molienda para esta muestra. Por otra parte, la muestra M₂NM tenía una masa de 1 kg por esta razón se llevó directamente a molienda saltándose este proceso.

Cinética de molienda con la muestra representativa

Antes de efectuar la molienda y determinar el tiempo óptimo de esta, fue necesario establecer el número de bolas necesarias para moler 1 kg de material, para ello se tuvo que:

- Calcular el volumen del molino (Vm).
- Determinar el tamaño de las bolas, seleccionando tres bolas al azar y midiendo su diámetro.
- Calcular el volumen de la bola (Vb1) con el promedio del diámetro de las tres bolas.

A partir de los datos anteriores, se obtiene el volumen que deben ocupar las bolas en el molino mediante la siguiente ecuación:

$$Vb = Vm * 40\% * Factor de empaquetamiento$$
 (3.4)

En donde,

- Teóricamente el volumen de bolas en el molino debe ser de 40%
- Factor de empaquetamiento: 0,52 (especificación del fabricante)
Y finalmente se calcula el Nº de bolas a utilizar con la siguiente ecuación:

$$N^{\circ} = Vb/Vb1 \tag{3.5}$$

Mediante el cálculo se determinó que el número de bolas a utilizar en cada molino es de 110 bolas.

El procedimiento de molienda fue el siguiente:

- Limpiar los molinos y el total de bolas a utilizar.
- Introducir las bolas y cada muestra representativa a cada molino, cerrarlos e iniciar la molienda con un tiempo de duración de 30 min para la muestra M₁NM y luego se evaluó la curva granulométrica y se determinaron 10 minutos más, nuevamente se evaluó y se añadieron 5 minutos más. Para la muestra M₂NM inició con 12 minutos de molienda, luego se evaluó y se determinó 8 minutos más, ya que aún no cumplía con la granulometría requerida.
- Por último, cada muestra se llevó al Ro-Tap para un ensayo de tamizado en seco durante 12 min, utilizando los tamices #50, #70, #100, #200, #325 y <#325. Luego el mineral que quedó retenido en cada tamiz fue pesado, para determinar la curva granulométrica, con la cual se estableció el tiempo de molienda.

El tiempo de molienda para la muestra M_1NM fue de 45 minutos, mientras que para la muestra M_2NM fue de 20 minutos.

Molienda y separación de muestras

Una vez determinado el tiempo óptimo de molienda, se procedió a moler todo el mineral restante (M_1NM y M_2NM), para luego realizar el correspondiente roleo y cuarteo de todo el material, con la finalidad de tomar una muestra representativa de aproximadamente 500 g y calcular el P_{80} del material que se va a flotar. Por

último, mediante roleo y cuarteo se separaron el número de muestras necesarias para las pruebas de flotación (21 muestras de 300 g).

Densidad y peso específico

Una vez finalizado el análisis granulométrico para determinar el P₈₀, con este mismo material se calculó la densidad y peso específico, ya que, sus características cambiaron después de la separación magnética. Estos cálculos se realizan según las indicaciones en el punto 3.1.3.

3.4.2 Flotación diseño B

Las pruebas de flotación fueron realizadas en celdas de laboratorio con las muestras de mineral no magnético obtenido en la etapa anterior, ya que es en esta fase donde se logró concentrar Cu-Co. En este proceso se consideraron 3 pruebas de flotación, para evaluar los resultados variando el pH como se indica en la Tabla 3.5.

Tabla 3.5 Resumen de las pruebas para evaluar pH			
	рН		
Prueba Nº1	9		
Prueba N°2	10		
Prueba N°3	11		

Pruebas de flotación para evaluar el pH

Estas pruebas fueron realizadas con el objetivo de conocer el pH óptimo de flotación, donde se alcance la mejor concentración de Cu-Co. Para ello se realizaron tres pruebas bajo las condiciones estándar descritas en la Tabla 3.6 y según el procedimiento estándar de flotación descrito en el punto 3.3.1.

Celda	EDEMET 1,5 litros
Agitación acondicionamiento	850 rpm
Agitación flotación	1000 rpm
Flujo de aire	10 L/min
рН	9-10-11 (respectivamente)
Porcentaje sólido	20 % - (300 g)
Volumen de agua	1,2 L
Tiempo de acondicionamiento	10 minutos
Dosificación de MIBC	20 ppm
Dosificación de PAX	30 g/ton
Tiempo de flotación	20 min
Intervalo de paleteo	10 segundos

Tabla 3.6 Resumen de parámetros utilizados en las pruebas de	e flotación
para evaluar el pH	

4 EQUIPOS Y MATERIALES

En esta sección se describen los equipos y materiales utilizados para realizar las labores experimentales de caracterización física, química, mineralógica, conminución, concentración magnética y flotación (Tabla 4.1).

Tabla 4.1 Resumen de los principa	Tabla 4.1 Resumen de los principales equipos utilizados				
Caracterización física	Ro-tap, tamices, matraz, balanza de precisión,				
	recipientes de vidrio, agitador magnético.				
Caracterización química	Pistola portátil FRX, equipo ICP-MS.				
Caracterización mineralógica	Equipo automatizado TESCAN y DRX.				
Conminución	Triturador de mandíbulas, pulverizador, molino de				
Commutation	bolas.				
Concentración magnética	Imanes, lentes de reloj químico, recipientes de				
concentration magnetica	vidrio.				
Flotación	Celda de flotación 1,5 L, filtro de presión, medidor				
	de pH digital, horno de secado, reactivos.				

4.1 Equipos de caracterización física

Ro-Tap

Equipo utilizado para los ensayos de tamizaje en seco. A este se le pueden insertar mallas desde la #4 a la #635 y cuenta con espacio para instalar hasta 8 tamices a la vez. Tiene una rapidez de tamizaje de 218 y 150 golpes por minuto (Fig. 4.1-izq).

Balanza semi-micro analítica

Equipo utilizado para el pesaje de los reactivos de flotación. Este posee un intervalo de carga entre 0,001 a 220 g, su calibración es interna y automática (Fig. 4.1-der).



Fig. 4.1 Equipo Ro-Tap (izq). Balanza semi-micro analítica (der).

Recipientes de vidrio

Utilizados para contener temporalmente el material con que se trabajó, ya sea para pesar en balanza o almacenar las fases magnéticas o no magnéticas, entre otros (Fig. 4.2).



Fig. 4.2 Recipientes de vidrio.

4.2 Equipos de caracterización química

Equipo portátil de Fluorescencia de Rayos X

Equipo utilizado para los análisis de elementos presentes en el concentrado y relave, obtenidos del proceso de flotación. Permite realizar análisis rápidos, precisos y confiables para elementos presentes en diversos materiales, aplicable a roca pura, material tipo detrito o testigos de exploración. Este dispositivo posee un tubo con ánodo de plata que va desde los 6 a 50kV y 0-200 μ A, permitiendo identificar incluso elementos como el magnesio, aluminio, silicio y fósforo (Fig. 4.3-izq).

Espectrometría de masas por plasma acoplado inductivamente (ICP-MS)

Se utilizó esta técnica para determinar la presencia de cobalto, cobre y otros elementos químicos de interés al ser una técnica altamente sensible y capaz de determinar de forma cuantitativa casi todos los elementos presentes en la tabla periódica y que tengan un potencial de ionización menor que el potencial de ionización del argón a concentraciones muy bajas (nanogramo/litro o parte por trillón). Se basa en el acoplamiento de un método para generar iones (plasma acoplado inductivamente) y un método para separar y detectar los iones (espectrómetro de masas) (Fig. 4.3-der; Universidad de Burgos, 2020).



Fig. 4.3 Equipo FRX (izq). Equipo ICP-MS (der).

4.3 Equipos de caracterización mineralógica

Mineralogía Automatizada (TESCAM)

Se utilizó el equipo VEGA3 LHM, el cual trae incorporado un software que permite realizar barridos completos o puntuales en la muestra e identificar todas las fases

minerales que la contienen. Se debe preparar una base de datos con minerales llamada SIP (*species identification protocol*), mediante la cual un detector de rayos X identifica químicamente en cada pixel la partícula y lo compara con la SIP para identificar el mineral. Además, el equipo cuenta con un detector de electrones retrodispersados (BSE), lo cual permite generar imágenes de las partículas basadas en la composición química. Gracias a dichas herramientas, el TESCAM permite identificar, cuantificar y mapear la ocurrencia de minerales en una muestra, además determinar asociación y grado de liberación de partículas (Fig. 4.4-izq).

Difracción de Rayos X (DRX)

Este equipo permite conocer la estructura interna de la materia de forma detallada y así determinar la fase cristalina en estado sólido de diferentes muestras. A través de esta técnica se puede analizar una muestra o el material sin destruirlo ni alterarlo. Además, para muestras que no sean cristalinas, la DRX de polvo o policristal permite determinar el grado de "amorficidad", tamaño de grano, entre otras aplicaciones. Además, cuentan con los softwares Diffrac EVA y TOPAS, para evaluación y cuantificación de las fases cristalinas (Fig. 4.4-der; DATYC Instituto de Química, 2020).



Fig. 4.4 Equipo Mineralogía automatizada TESCAM (izq). Equipo DRX (der).

4.4 Equipos de conminución

Chancador de mandíbulas

Equipo utilizado para la reducción primaria del mineral el cual posee 2 placas de acero (mandíbulas) que trituran el mineral. Es posible variar la abertura de mandíbulas por medio de una llave. Este se alimenta por la parte superior donde posee una tolva de alimentación modular extraíble, con protección posterior contra proyecciones (Fig. 4.5-izq).

Pulverizador

Equipo utilizado para la reducción secundaria del mineral, específicamente para las partículas que poseen un tamaño igual o mayor a 2 mm. Este posee dos discos que realizan la molienda del mineral, a los cuales es posible variar la abertura entre discos. Este se alimenta por el costado y por su parte posterior se retira la bandeja con el producto (Fig. 4.5-der).



Fig. 4.5. Chancador de mandíbulas de laboratorio (izq). Pulverizador de laboratorio (der).

Molino de bolas

Equipo utilizado para la reducción secundaria del mineral, específicamente para las partículas que poseen un tamaño mayor a 212 µm. Posee dos molinos, cada uno

con una capacidad de 1 kg. Además, cuenta con una tapa acondicionada para disminuir el ruido que se genera al moler el mineral (Fig. 4.6).



Fig. 4.6 Molino de bolas de laboratorio.

4.5 Instrumentos para concentración magnética

Imanes

Son materiales constituidos por una combinación de dos óxidos de hierro, de color negruzco, muy pesado. Gracias a que tiene la propiedad de atraer el hierro, el acero y otros metales ferromagnéticos es que se puede emplear en procesos de separación magnética de minerales magnéticos como la pirrotina y la magnetita (Fig. 4.7-izq).

Lente de reloj químico

Material utilizado como barrera entre el mineral a tratar y el imán, de esta manera el imán no se ve envuelto en mineral magnético, facilitando así el proceso de separación (Fig. 4.7-der).



Fig. 4.7 Imanes de parlantes (izq). Lente de reloj químico (der).

4.6 Equipos para las pruebas de flotación

Celda de Flotación EDEMET

Las pruebas de flotación se realizaron en una celda EDEMET con capacidad de 1,5 litros. Esta celda destaca por la reproducibilidad experimental entre cada experiencia, entregando un gran control operacional de las condiciones físicas y químicas involucradas. Entre las características principales de la celda, se encuentra su resistente motor trifásico de 0,37 kW, que entrega la potencia suficiente para desarrollar todo tipo de pruebas. Este equipo cuenta con un panel programable de ajuste de condiciones operacionales, como la velocidad de agitación, tiempos de procesamiento, entre otras. También cuenta con un paleteador automático, que permite controlar los intervalos de tiempo y velocidad en la cual se retira el concentrado desde la celda. Por otro lado, el caudal de aire ingresado a la celda es regulado por dos flujómetros que entregan la precisión que un proceso de flotación requiere (Fig. 4.8-izq; Edemet 2020).

Filtro a presión

Equipo utilizado para eliminar el exceso de agua de los concentrados y relaves. Este es un cilindro de acero inoxidable que cuenta con un manómetro para controlar la presión existente en el filtro. Además, posee una llave de descompresión y una válvula de conexión rápida (Fig. 4.8-der, Edemet, 2020).



Fig. 4.8 Celda de Flotación de laboratorio (izq). Filtro a Presión (der). (Edemet, 2020)

Medidor de pH digital

Equipo utilizado para medir el pH de líquidos y semi-sólidos. Estos equipos utilizan una sonda que reacciona con el líquido que se mide, la electrónica interna de este lee la salida de la sonda, y una pantalla digital muestra el resultado. Estos medidores son más fiables y precisos que el uso de tiras de prueba o reactivos líquidos (Fig. 4.9-izq).

Horno de secado

Equipo utilizado para el secado de los concentrados y relaves mineros. Este posee tres compartimientos con una capacidad total de 225 L y un intervalo de temperaturas de 0 a 300 °C.



Fig. 4.9 Medidor de pH digital (izq). Horno de secado de laboratorio (der).

4.7 Reactivos para Flotación

Xantato amílico de potasio Y Aerophin 3418^a

Agentes químicos externos que actúan como colector de las partículas minerales sulfuradas, induciendo el comportamiento hidrofóbico de estas.

Metil isobutil carbinol (MIBC)

Reactivo que se utiliza como agente espumante, es decir, para formar la espuma de flotación con características fisicoquímicas que permitan la adecuada adhesión y contención de las partículas de concentrado.

Lechada de cal

Se utiliza para controlar los niveles ligeramente básicos de pH del medio durante las pruebas de flotación, promoviendo de esta manera la depresión de los minerales que representan a la ganga.

5 RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en la caracterización del material, concentración magnética y las pruebas de flotación que se desarrollaron en la etapa experimental de la presente investigación.

5.1 Caracterización física del mineral

Se determinó la granulometría del mineral, el que fue previamente chancado en las dependencias del Distrito San Juan, mediante un ensayo de tamizado en seco, también se determinó la densidad aparente y peso específico de la muestra inicial.

Análisis granulométrico de la muestra

En la Fig. 5.1, se representa la distribución de tamaños obtenida por medio de un ensayo de tamizado en seco, para una muestra representativa de 0,5 kg, se obtuvo el P_{80} en la malla $\frac{34}{20}$ (20 mm)



Fig.5.1 Gráfico de distribución tamaño de partícula de tamizado en seco.

Densidad aparente y peso específico

En la Tabla 5.1, se presentan los valores de la densidad aparente y el peso específico medido por picnometría.

Tabla 5.1: Densidad y peso específico, realizados a muestra completa			
Muestra completa	Valor $[g/cm^3]$		
Densidad aparente	1,99		
Peso específico por picnometría	4,10		

5.2 Caracterización química del mineral

Análisis químico por FRX a cada granulometría

En la Fig. 5.2, se representan gráficamente las leyes obtenidas en las pruebas de Fluorescencia de Rayos X, según las distintas granulometrías del ensayo de tamizaje.



Leyes de Co; Cu; Fe; S por malla

Fig. 5.2 Leyes de FRX por granulometría.

Análisis químico por ICP-MS

A continuación, en la tabla 5.2 se muestran los resultados entregados por el laboratorio ALS a las dos muestras enviadas para realizar análisis multi-elemento por ICP-MS.

		Mue	stra					
Elemento	unidad	200	201	Elemento	unidad	200	201	
Ag	ppm	2	2	Na	%	0,05	<0,05	
AI	%	0,48	0,44	Ni	ppm	1670	1600	
As	ppm	90	80	Р	ppm	14650	16200	
Ba	ppm	<50	<50	Pb	ppm	<20	<20	
Be	ppm	<10	<10	S	%	>10,0	>10,0	
Bi	ppm	<20	<20	Sb	ppm	<50	<50	
Са	%	4,17	4,11	Sc	ppm	<10	<10	
Cd	ppm	<10	<10	Sr	ppm	10	20	
Со	ppm	860	1180	Th	ppm	<50	<50	
Cr	ppm	10	10	Ti	%	0,17	0,16	
Cu	ppm	6960	8930	TI	ppm	<50	<50	
Fe	%	>50	>50	U	ppm	<50	<50	
Ga	ppm	<50	<50	V	ppm	1490	1360	
К	%	0,2	0,1	W	ppm	<50	<50	
La	ppm	60	70	Zn	ppm	60	60	
Mg	%	1,81	1,28	Au	ppm	0,17	0,39	
Mn	ppm	1040	1040	Pt	ppm	0,05	0,1	
Мо	ppm	<10	<10	Pd	ppm	0,1	0,15	

Tabla 5.2 Resultados análisis químico por ICP-MS en laboratorio ALS

5.3 Caracterización mineralógica

Los ensayos mineralógicos DRX y Mineralogía Automatizada en equipo TESCAN fueron realizados en el laboratorio CEM en Santiago. Los resultados del análisis DRX se presentan en la Tabla 5.3. Además, se solicitó identificar las fases minerales arcillosas menoras a 2 micrones, pero el laboratorio informó que no fue posible obtener la masa mínima necesaria para realizar el análisis, por lo cual la cantidad de arcillas en la muestra es muy baja. En la Fig. 5.3 se observa el difractograma,

donde el *peak* con mayor intensidad, en el centro del difractograma coincide con la ubicación de la magnetita.



Fig. 5.3 Difractograma de análisis en DRX. Laboratorio CEM.

Por otra parte, la distribución de las fases minerales encontradas mediante análisis de Mineralogía Automatizada en un equipo TESCAN se presentan en la Fig. 5.4 y Tabla 5.4.



Fig. 5.4 Resultados análisis mineralógico en TESCAN. Laboratorio CEM.

Fase Mineral	63 μm	106 μm	212 μm
Hematita/Magnetita	61,23	55,38	54,16
Pirita	25,55	20,86	17,03
Apatito	5,21	9,03	9,77
Cuarzo	2,00	3,31	4,55
Filosilicatos (Biotita, Clorita)	1,55	3,36	3,37
Sulfuros de Cu (Cpy, Bo, Cc, Dg)	0,97	1,05	1,34
Monacita	0,01	0,06	0,02
Otros	3,49	6,95	9,76
Total %	100	100	100

Tabla 5.4 Resultados análisis mineralógico en TESCAN. Laboratorio CEM

Composición química del mineral antes de la concentración magnética

En la Tabla 5.5, se presenta el promedio de la composición química que se obtuvo al analizar las muestras con un tamaño de partícula entre #70 y -#200, determinadas mediante la técnica de fluorescencia de rayos X. Esta composición química se realizó para los siguientes elementos: Cobalto, Cobre, Hierro, Azufre.

Tabla 5.5: Leyes de la muestra inicial obtenidas por FRX					
Со	Cu	Fe	S		
ppm	%	%	%		
1.390	1,980	48,99	17,52		

Cálculo de finos

Para el cálculo de los finos de cada una de las especies de interés, se utilizó un promedio de las leyes obtenidas entre la #70 y -#200, ya que con esa granulometría se trabajó. Y se utilizó la ecuación (3.3)

Tabla 5.6: Valores obtenidos en el cálculo de finos de mineral						
	Со	Cu	Fe	S		
	%	%	%	%		
Ley	0,139	1,98	48,99	17,52		
Finos (ton)	0,00002	0,0002	0,007	0,002		
Finos (kg)	0,020	0,297	7,349	2,628		

5.4 Resultados obtenidos del diseño A

A continuación, se presentan los resultados obtenidos de la metodología A, para el proceso de concentración de cobre y cobalto.

Una vez finalizado el proceso de conminución de todo el material, apartada la muestra y la posterior flotación y concentración magnética de esta, se obtuvieron los resultados que se muestran en la Tabla 5.7 para la fase magnética y Tabla 5.8 para la fase no magnética.

	Ley Cabeza (%)	Concentrado magnético	Relave magnético	R (%)	Re	R relave (%)	Re relave
Со	0,11	0,071	0,088	18,3	0,6	56,7	0,8
Cu	1,58	0,59	0,19	10,6	0,4	8,5	0,1
Fe	35,02	64,87	68,3	52,5	1,9	138,2	2,0
S	36,8	8,8	3,68	6,9	0,2	7,1	0,1
Masa (g)	350	21,2	168,3				

Tabla 5.7 Resultados de la fase magnética posterior a la flotación.

Razón de concentración masa alimentación / masa concentrado	16,5
Recuperación en peso: (masa concentrado / masa alimentación) x 100	6,1

	Ley Cabeza (%)	Concentrado no magnético	Relave no magnético	R (%)	Re	R relave (%)	Re relave
Со	0,11	0,146	0,105	37,6	1,3	67,6	1,0
Cu	1,58	1,6	0,97	28,7	1,0	43,5	0,6
Fe	35,02	29,74	22,47	24,1	0,8	45,5	0,6
S	36,8	40,84	23,6	31,5	1,1	45,4	0,6
Masa (g)	350	97,0	64,0				
Razón de concentración masa alimentación / masa concentrado 3.6							
Recuperación en peso: (masa concentrado / masa alimentación) x 100							27,7

Además, en las figuras 5.5 y 5.6 se presentan las gráficas comparativas de ley para el Co y Cu, obtenidas en el concentrado y relave de las respectivas fases.



Fig. 5.5 Leyes de Co en el concentrado y relave presentes en la fase magnética y no magnética, obtenidas por el diseño A.





Fig. 5.6 Leyes de Cu en el concentrado y relave presentes en la fase magnética y no magnética, obtenidas por el diseño A.

Por último, en la Fig. 5.7 se presenta la gráfica de recuperación Co y Cu en las respectivas fases magnéticas y no magnéticas, del concentrado de flotación.



Fig. 5.7 Gráfico comparativo entre la recuperación de Co y Cu obtenida en la fase magnética y no magnética, presentes en el concentrado de flotación.

5.5 Resultados obtenidos del diseño B

A continuación, se presentan los resultados obtenidos por medio de la metodología del diseño B.

Separación del material por granulometría

Una vez finalizado el proceso de acondicionamiento del material para la concentración magnética, este se llevó al equipo Ro-Tap, para separar el material en cuatro grupos según granulometría, esto se puede observar en la Tabla 5.9.

	M1 (#50)	M2 (#70)	M3 (#100)	M4 (<#100)
Masa fracción (g)	3.533	2.477	1.901	7.267

Tabla 5.9 Resultado de la separación del material por granulometría.

Concentración magnética de las muestras obtenidas

En la Tabla 5.10 se muestra la eficiencia del proceso en cuanto a masa obtenida de material magnético y no magnético por muestra.

	M1 (#50)		M2 ((#70)	M3 (#100)		M4 (<#100)	
Masa fracción (g)	3.533		2.	2.477		901	7.267	
	M1M	M1NM	M2M	M2NM	МЗМ	M3NM	M4M	M4NM
Masa por frac.	2.142	1.391	1.474	1.003	1.189	712	4.298	2.969
%	60,6	39,4	59,5	40,5	62,6	37,4	59,1	40,9

Tabla 5.10 Resultado en términos de masa, del proceso de separación magnética.

Leyes obtenidas de la concentración magnética

En la Tabla 5.11 se observan los resultados de las leyes obtenidas por medio de FRX, a cada una de las cuatro muestras sometidas al proceso de Concentración Magnética.

magneticas y	no magneticas.						
Fase magnética							
	Co [ppm]	Cu [%]	Fe [%]	S [%]			
M1M	100	0,25	56,60	2,78			
M2M	145	0,30	57,00	2,56			
M3M	198	0,34	61,00	2,21			
M4M	420	0,61	61,51	4,10			
	Fas	se no magnét	ica				
M1NM	2.080	2,05	31,21	22,36			
M2NM	1.840	1,94	30,64	21,75			
M3NM	1.134	1,72	22,58	13,94			
M4NM	530	1,48	32,36	11,10			

Tabla 5.11 Resumen de las leyes obtenidas mediante FRX a las muestras
magnéticas y no magnéticas.

Además, en las Figs. 5.8 y 5.9 se presentan las gráficas de leyes para los minerales de interés, según su respectiva fase o fracción.



Fig. 5.8 Gráfico de leyes obtenidas mediante FRX a las muestras de la fase magnética.



Fig. 5.9 Gráfico de leyes obtenidas mediante FRX a las muestras de la fase no magnética.

Densidad aparente y peso específico por picnometría

Una vez que todo el material de la fase no magnética cumplió con la granulometría para el proceso de concentración por flotación, se calculó la densidad aparente y peso específico de dicha fase, en la Tabla 5.12 se puede observar su resultado.

Fase no magnética	Valor $[g/cm^3]$
Densidad aparente	1,71
Peso específico por picnometría	3,79

Tabla5.12Densidadaparenteypesoespecíficoporpicnometría de la fase no magnética.

Resultados de la flotación a diferentes pH

A continuación, en las Tablas 5.13, 5.14 y 5.15 se presentan los resultados obtenidos en las pruebas de flotación a diferentes pH, para concentrar Cu y Co.

- Prueba N°1 a pH 9

				-			-
	Ley Cabeza (%)	Ley concentrado (%)	Ley relave (%)	R (%)	Re	R relave (%)	Re relave
Со	0,074	0,085	0,079	18,9	1,2	87,5	1,1
Cu	1,74	3,03	1,43	28,5	1,7	67,4	0,8
Fe	30,44	26,27	28,46				
S	14,33	16,48	11,75				
Ni	0,217	0,362	0,171				
Masa (g)	300	49,06	245,88				

Tabla 5.13 Resumen de resultados obtenidos en la prueba de flotación a pH 9

Razón de concentración masa alimentación / masa concentrado	6,1
Recuperación en peso: (masa concentrado / masa alimentación) x 100	16,4

Prueba N°2 a pH 10 -

	Ley Cabeza (%)	Ley concentrado (%)	Ley relave (%)	R (%)	Re	R relave (%)	Re relave
Со	0,073	0,1913	0,0533	74,3	2,6	51,7	0,7
Cu	1,78	2,7	1,23	43,0	1,5	49,0	0,7
Fe	31,21	32,18	31,88				
S	16,6	22,9	11,12				
Ni	0,2155	0,337	0,159				
Masa (g)	300	85,05	212,55				

Tabla 5.14: Resumen de resultados	s obtenidos en la	prueba d	le flotación a	рН 10
		pi acida a	le netacien a	p = •

Razón de concentración masa alimentación / masa concentrado	3,5
Recuperación en peso: (masa concentrado/masa alimentación) x 100	28,4

Prueba N°3 a pH 11 -

Tabla 5.15: Resumen de resultados obtenidos en la prueba de flotación a pH 11							
	Ley Cabeza (%)	Ley concentrado (%)	Ley relave (%)	R (%)	Re	R relave (%)	Re relave
Со	0,086	0,238	0,0	78,5	2,8	0,0	0,0
Cu	1,6	3,1	1,08	54,9	1,9	47,8	0,7
Fe	32,61	34,35	29,84				
S	15,05	27,0	9,37				
Ni	0,224	0,377	0,189				
Masa (g)	302	93,27	209				

Razón de concentración masa alimentación / masa concentrado	3,2
Recuperación en peso: (masa concentrado/masa alimentación) x 100	30,9

También, en las Figs. 5.10 y 5.11 se presentan las gráficas comparativas para el Co y Cu respectivamente, de las leyes v/s recuperaciones obtenidas en cada prueba de flotación.



Fig. 5.10 Leyes de Co v/s recuperación obtenidas al flotar a distintos pH.



Fig. 5.11 Leyes de Cu v/s recuperación obtenidas al flotar a distintos pH.

Además, en la Fig. 5.12 se presenta la gráfica comparativa de las recuperaciones alcanzadas en cada prueba de flotación, para el Co y Cu.



Recuperación v/s pH

Fig. 5.12 Recuperaciones de Co y Cu obtenidas al flotar a distintos pH.

Por último, en las Figs. 5.13 y 5.14 se presentan los gráficos comparativos entre las leyes y recuperación de Co y Cu obtenidas mediante la metodología A v/s metodología B.



Fig. 5.13 Leyes de Co y Cu, entre diseño A y B.



Flotación-separación mag. v/s separación mag.-Flotación

Fig. 5.14 Recuperación de Co y Cu, entre diseño A y B.

6 ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los diferentes análisis de los resultados más relevantes obtenidos de la etapa experimental.

6.1 Caracterización Física

Análisis granulométrico de la muestra inicial

En la Fig. 5.1, se observa la distribución de tamaños obtenida por medio del ensayo de tamizado en seco y se determinó que el P₈₀ de la muestra inicial se encuentra en la malla $\frac{3}{4}$ (20 mm). También, se observó que sólo un 18% del mineral presentó el tamaño adecuado para las pruebas de flotación, ya que se encontró bajo un tamaño de 212 µm (0,21 mm). Por tanto, se debió moler el 82% del mineral para que este pudiera ser utilizado para las pruebas de flotación.

6.2 Caracterización Química

Análisis FRX a cada granulometría

Como se pudo apreciar en la Fig. 5.2, se observan las leyes obtenidas por las pruebas de Fluorescencia de Rayos X, según las distintas granulometrías del ensayo de tamizaje. En esta figura, se observó que existe una relación entre el tamaño de partícula, o bien, grado de molienda, con la ley. Por ejemplo, para las especies químicas representadas en el gráfico (cobalto, hierro, azufre y cobre) es claro ver cómo las leyes aumentan a medida disminuye el tamaño de partícula (mayor tiempo de molienda) hasta la malla #70 (212 μ m); Además, es en este punto donde se tiene la mayor ley de Co y S, pero pasando la malla #70 las leyes de ambas especies van disminuyendo. Por otra parte, se observó que las leyes de Cu y Fe tienen su valor más alto en la malla #100 y a medida sigue disminuyendo su tamaño de partícula, también los hacen sus leyes, pero muy suavemente. Por lo tanto, esta

información aclaró que, para las pruebas de flotación se necesitaba una granulometría a un $p_{80} < \#70$.

Análisis químico por ICP – MS espectrometría de masa FRX

Como se pudo notar en la Tabla 5.2 mediante el análisis ICP-MS se encontraron cantidades considerables de Cu (0,67 – 0,89%) y Co (860 – 1.180 ppm), lo que hace posible el proceso de concentración, además, este análisis reflejó que el elemento más abundante en la muestra era el Fe (>50%), lo cual refleja la relación de este mineral con la Franja Ferrífera del Norte de Chile y además la asociación de las menas de Cobalto y Cobre con el hierro.

6.3 Caracterización mineralógica

A partir de los resultados de los ensayos mineralógicos por DRX y TESCAN de la Tabla 5.3 y 5.4, se pudo observar que coinciden con la información entregada por el análisis químico, ya que, la especie química más abundante en la muestra es el hierro, presente en el mineral magnetita (61,2% valor más alto) y pirita (25,5% valor más alto). También, en la Fig. 5.3 se observó el difractograma, donde el *peak* con mayor intensidad, en el centro del difractograma coincide con la ubicación de la magnetita. Por otra parte, en estos análisis no se encontraron minerales de cobalto, por esta razón se cree que este elemento esta ocluido en algún mineral como la pirita o calcopirita, lo que de acuerdo a la literatura son posibles estas ocurrencias.

6.4 Diseño A

Al analizar los resultados del proceso mediante la metodología A, en ambos productos (concentrado y relave) se puede observar que no es muy favorable esta metodología para la concentración de Cu-Co, ya que, la recuperación y leyes de ambos metales es muy baja en el producto magnético, como también, en el no magnético; Llegando a alcanzar una recuperación máxima para el Co de 37% y una ley máxima de Co de 1.446 ppm, aumentando en tan solo 346 ppm a partir de la ley de cabeza, esto en la fase no magnética. Esto mismo se logra apreciar para el caso del Cu, ya que, alcanza una recuperación máxima de 28,7% y una ley máxima de 1,6% aumentando en tan solo 0,02% a partir de la ley de cabeza, como se puede apreciar en la Tabla 5.8 y en las Figs. 5.5, 5.6 y 5.7.

Por otra parte, en la Tabla 5.7, y en la Fig. 5.7, se puede notar que los valores en la recuperación y ley de Co son muy bajos en el concentrado y relave, esto concuerda con los resultados obtenidos en la fase magnética resultante del proceso de Concentración Magnética (diseño B), ya que, en base al análisis químico de estos productos, se descarta que esté asociado el cobalto a la magnetita (al ser la especia más abundante), además, debido a esto se descartó la fase magnética para los procesos de flotación. Fue debido a estos resultados que se decidió diseñar una metodología B, implementando la concentración magnética antes de la concentración por flotación probando a diferentes pH.

6.5 Diseño B

6.5.1 Concentración magnética

Al evaluar la eficiencia del proceso para las cuatro muestras, se puede observar en la Tabla 5.10, que para cada una de ellas se obtiene un porcentaje muy similar de fase magnética (60% aprox.) y no magnética (40% aprox.) esto da a entender que en el rango de granulometrías que se trabajó no se produjo diferencias significativas de recuperación, en porcentaje, entre cada muestra, pero si existe una diferencia notoria en cuanto al tiempo requerido para realizar la separación magnética según la granulometría, ya que, a menor tamaño de partícula el tiempo requerido es mucho mayor, haciendo el proceso menos eficiente, por ende el proceso fue más eficiente en cuanto a tiempo-resultado en las muestras M1 y M2. En la Tabla 5.11 se muestran los resultados de la composición química después de la separación magnética, el análisis se realizó a los productos magnéticos y no magnéticos, considerado los elementos de Cobalto, Cobre, Hierro y Azufre.

Se puede notar que la fracción magnética está compuesta principalmente de hierro (59% aprox.) asociado principalmente a magnetita, obteniendo su mayor valor en la muestra M4M (61,51%), además se aprecia una tendencia inversamente proporcional entre el tamaño de partícula y la obtención de Fe, Co y Cu, ya que, a menor tamaño de partícula la obtención de dichos metales aumenta. Esto se puede apreciar en la Fig. 5.8. Con respecto al cobalto, las leyes en la fracción magnética alcanzan valores máximos de 420 ppm en la muestra M4M (fina) y mínimos de 100 ppm en la muestra M1M (gruesa).

En cuanto a la fracción no magnética, se puede observar el fenómeno inverso, es decir, a medida que disminuye el tamaño de partícula también lo hacen las leyes de Co, Cu, S y Fe, a excepción del Fe en la muestra M4NM que aumenta a su valor más alto. Esto se puede apreciar en la Fig.5.9. Con respecto al cobalto, las leyes alcanzan valores de 2.080 ppm en la muestra M1NM (gruesa) y de 530 ppm en la muestra M4NM (fina), superando notoriamente las leyes con respecto a todas las muestras de la fracción magnética. Es decir, se puede concluir de manera indirecta que el cobalto no estaría asociado a la fracción rica en magnetita.

Densidad aparente y peso específico por picnometría

Como se pudo observar en Tabla 5.12, los valores de densidad y peso específico disminuyeron luego de haber retirado la magnetita de la muestra, mediante el proceso de concentración magnética, pasando de una densidad inicial de la muestra de 1,99 a 1,71 g/cm³, y de un peso específico inicial de 4,10 a 3,79. Entonces, se puede decir que, al separar la magnetita de la muestra inicial, siendo esta analizada químicamente y descartada por no tener relación con los minerales de interés, se disminuyó la densidad de la muestra, permitiendo calcular la nueva concentración

de solido en peso de mineral que se utilizó en las pruebas de flotación de espuma a diferentes pH.

6.5.2 Flotación para evaluar el pH

Al analizar los resultados de las flotaciones a distintos pH, se puede notar que para el caso de la recuperación y ley de cobalto los mejores se obtienen a pH 11, puesto que en esta prueba alcanzó una ley y recuperación máxima, siendo de 2.380 ppm y 78,5% respectivamente, muy por encima de los valores obtenidos en la prueba a pH 9 siendo su ley y recuperación de 850 ppm y 18,9% respectivamente, como se puede apreciar en las Tablas 5.13, 5.14 y en la Fig. 5.10.

Por otra parte, para el caso del Cu se puede notar un comportamiento similar. En la prueba a pH 11 se alcanza el valor más alto de ley y recuperación, siendo 3,1% y 54,9% respectivamente; Sin embargo, el valor más bajo de ley fue en la prueba a pH 10 siendo de 2,7% y donde la recuperación aumentó considerablemente respecto a la prueba a pH 9 aumentando de un 28,5% a 49,0%, esto se ve reflejado en las Tablas 5.13, 5.14 y 5.15 y en las Fig. 5.11 y 5.12.

Comparación diseño A y B

Al comparar los resultados en términos de recuperación en porcentaje de cobalto y cobre, obtenidos a partir de las dos metodologías desarrolladas, se puede observar que para ambos metales la metodología B resulta ser favorable, ya que, para el caso del cobalto la recuperación es prácticamente duplicada pasando de 37,6% a 78,5%. Además, para el caso del Cu se observa el mismo comportamiento siendo la recuperación de un 28,7% en la metodología A y llegando a valores de 55,8% de recuperación en la metodología B. Esto se puede apreciar en la Fig. 5.13.

Ahora bien, si se analiza y comparan los resultados en términos de ley de cobalto y cobre, obtenidos mediante las dos metodologías previamente mencionadas, se puede observar un comportamiento similar al anterior, puesto que la metodología B favorece a ambos metales; para el caso del Co, se puede apreciar un incremento superior a 900 ppm entre la primera y segunda metodología. Y para el caso del Cu, el valor de la ley es aproximadamente el doble entre la primera y segunda metodología, pasando de 1,6% a 3,15%. Esto se puede apreciar en la Fig. 5.14.

7 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

7.1 Conclusiones

Se realizó una caracterización y concentración de cobalto - cobre en una muestra proveniente del distrito minero de San Juan, ubicado en la Región de Atacama.

Se realizó una caracterización física, química y mineralógica. Los resultados de la caracterización física indican que, la muestra inicial es un mineral relativamente denso 1,99 g/cm³. La caracterización química indica que el mineral contiene cantidades considerables de cobre (0,67 - 0,89%) y cobalto (860 - 1.180 ppm), además, este análisis reflejó que el elemento más abundante en la muestra era el Fe (>50%) y mediante la caracterización mineralógica se determinó que la especie mineral más abundante en la muestra es magnetita (61,2%) y pirita (25,5%) lo que coincide con el análisis químico, sin embargo, este último análisis no determino la existencia de minerales de cobalto, por lo que se cree que puede encontrarse ocluido en alguna otra especie mineralógica.

Se realizó una concentración magnética y los resultados indican que la fase magnética, principalmente magnetita, no tiene relación directa con el cobalto, puesto que las bajas concentraciones de este metal contenidas en ella se deberían al arrastre entre partículas durante el proceso con el imán.

Se observó que la concentración de Cu y Co por flotación de espuma, sin realizar previamente la concentración magnética, se ve fuertemente afectada en términos de recuperación y ley, esto se debería a que la fase magnética presente en la pulpa no tiene relación con ambos metales y solo se interpone en la interacción del mineral de interés y los reactivos.

Sin embargo, se pudo determinar que el proceso de concentración magnética previo a la flotación es fundamental para conseguir una buena recuperación de cobalto y de cobre logrando recuperaciones de hasta 78,5 y 55,8% respectivamente. Con respecto a las pruebas de flotación los resultados indican que a diferentes pH existe una relación entre la recuperación metalúrgica (masa y ley) y el pH de la pulpa, siendo los valores de recuperación y ley más bajos a pH 9 y los valores más altos a pH 11, para ambos metales Cu (55,8% - 3,15%) y Co (78,5% - 2.380 ppm).

Si bien este estudio no es concluyente en relación a determinar dónde se encuentra el cobalto, es posible inferir en base a los resultados mineralógicos, de concentración magnética y flotación que este elemento no está asociado a la magnetita y posiblemente a la pirita, por tanto, es posible que el cobalto se asocie a fases ricas en cobre como la calcopirita u otra como al apatito, el cual no fue analizado en esta investigación.

Por último, los resultados del presente trabajo indican que es posible concentrar Cu-Co mediante procesos de concentración magnética y posterior flotación.

7.2 Recomendaciones

A partir de los resultados de este estudio, se recomienda realizar un análisis mineralógico al concentrado de cobre – cobalto obtenido en la etapa de flotación para determinar la mineralogía de este y mediante técnicas microanalíticas, determinar la ocurrencia de cobalto en las especies minerales, pues es posible que esté ocluido en alguna fase mineral.

Realizar pruebas de flotación para evaluar diferentes colectores y mezclas de ellos, principalmente entre Xantatos y Ditiofosfatos, además de flotar a distintas concentraciones de sólidos en de la pulpa, para evaluar cómo afecta en la recuperación de Co y Cu.
Realizar otro diseño de circuito de flotación, añadiendo una tercera etapa de flotación selectiva, ya sea para el Co o Cu de esta manera concentrarlos de manera independiente.

8 REFERENCIAS

Bravo Gálvez, A. C. (2004). Manual de Flotación. Casapalca.

- Bustamante Rúa, M. O. (2017). Apuntes de Flotación de Minerales. Medellín, Colombia
- Castro, S. (2003). Flotación Fundamentos y Aplicaciones . Universidad de Concepción, Concepción.
- Edemet. (2020). Celdas de Flotación de Laboratorio. Obtenido de edemet.cl
- Emsley, J. (1991). The Elements. Sec. Ed. Clarendon Press, Oxford. 251 pp.
- Fuerstenau, M., Jameson, G., Yoon, R.H. al. (2007). Froth Flotation: A Century of Innovation. Society for Mining, Metallurgy, and Exploration. 891 pp.
- Gonzales Arias, S. D. (2016). Concentración "up grading" de minerales de niquel a partir de lateritas, usando flotación espumante.
- Habashi, F. (1997). Handbook of extractive metallurgy. En F. Habashi, Handbook of extractive metallurgy.
- Hanco, C., & Manuel, O. (2018). Reemplazo de los colectores convencionales (xantatos) por colectores innovadores en el proceso de flotación de minerales cupriferos. Arequipa.
- Kawatra, S. K. (1992). Froth Flotation Fundamental Principles.
- Linares Gutiérrez, N. (2011). Fundamentos de flotación de minerales.
- Lupo, W. y Utani, W. (2014). Recuperación del cobre por flotación de los minerales sulfurados del yacimiento Sulfubamba-Apurimac. Cusco, Perú.
- Minería Chilena (2017). El negocio del cobalto en Chile podría mover unos US\$1.200 millones anuales. Recuperado el 11 de mayo de 2019, de https://bit.ly/2VNhIKj
- Moraga, C. (2018). Flotación de minerales. Apuntes de curso Flotación de Minerales. Escuela de Ingeniería Civil de Minas, Universidad de Talca.
- Pelegrin, P., Fernandez, E., Verestovoy, A., Mendoza, C. (1994). Recuperación de níquel, cobalto, cobre y zinc desde soluciones diluidas por medio de la flotación iónica. Revista Minería y Geología.

- Rocas y minerales. (2020). El Cobalto. (recuperado el 04 de julio de 2019, de https://www.rocasyminerales.net/cobalto)
- Ruiz, J. L. (1971). Cobalt Zoning in Microscopic Pyrite from Kamoto, Republic of the Congo (Kinshasa). Mineral. Deposita, 167-176.
- Tijsseling, L.T., Dehaine, Q., Rollinson, G.K., Glass, H.J. (2019). Flotation of mixed oxide sulphide copper-cobalt minerals using xanthate, dithiophosphate, thiocarbamate and blended collectors. Minerals Engineering, Vol 138, pp 246-256.
- Townley, B., Díaz, A., Luca, R., (2017). Estado del arte y potenciales recursos Co y Mn en Chile. Santiago: Advanced Mining Technology Center, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas U. Chile.
- Universidad de Burgos (2020). Espectrometría de Masas de Plasma (ICP-MS). Obtenido de https://bit.ly/3ophJR8
- Uribe, L. (2018). Reactivos de Flotación, Apuntes de curso Procesamiento de Minerales, Escuela de Ingeniería Civil de Minas, Universidad de Talca.
- Yianatos, J. (2014). Caracterización de celdas de flotación de gran tamaño. Lima, Perú.
- Yufan Mu, Y. P. (2016). The depression of pyrite in selective flotation by different reagent. Minerals Engineering.