

# ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL

Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas

Departamento de Ciencias Químicas y Ambientales

"CARACTERIZACIÓN Y SIMULACIÓN ESTRUCTURAL DE COMPUESTOS DE ARCILLAS LOCALIZADOS EN EL YACIMIENTO LOMA LARGA Y POSTERIOR DISEÑO DE UN PROCESO PARA MEJORAR SU CALIDAD"

# **TESIS DE GRADO**

Previo a la obtención del Título de

# **INGENIERO QUÍMICO**

Presentado por:

MARÍA OLIVIA AVILES GALARZA

ANDREA DESIRÉ ORTEGA SUASNAVAS

Guayaquil- Ecuador

2015

# AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios, mi fuente de alegría, quien ha guiado mis pasos durante toda mi vida, en cada momento, en cada meta, en cada sueño y ha sido mi sustento en los momentos difíciles. A mis padres Jorge y Janet, que han sido mi apoyo incondicional e inspiración a lo largo de mi vida estudiantil y quienes han forjado con amor y sacrificio a la persona en que me he convertido. A mi novio Carlos, que me ha alentado a cumplir mis sueños sin dejarme vencer por los obstáculos que aparezcan en el camino. A mis amados abuelitos y demás familiares. A nuestro tutor Dr. Mauricio Cornejo, al Dr. Juan María Menéndez Aguado y a la Dra. Katthy López por su apoyo en el desarrollo de este estudio. A todas las

personas que integran el Laboratorio de Ensayos Metrológicos у Materiales (LEMAT) y del Laboratorio de Mineralurgia de la FICT quienes facilitaron los equipos y nos brindaron su ayuda incondicional a lo largo del trabajo. A la ESPOL, profesores, amigos y compañeros que han sido parte de esta meta.

#### Andrea Ortega Suasnavas.

# AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios, por ser mi guía incondicional a lo largo de mi carrera y vida. A mi familia por ser mi ejemplo y fuente de inspiración a seguir, por darme el todo el apoyo, paciencia y los consejos necesarios para seguir mis metas. A mis profesores y amigos, quienes me otorgaron consejos y enseñanzas a lo largo de mi carrera. A mi tutor el Dr. Mauricio Cornejo por su gran apoyo y dedicación en el desarrollo de esta tesis. A la Dra. Katthy López y al Dr. Juan María Menéndez por haber brindado su conocimiento y ayuda técnica. A todos los que forman parte de Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales (LEMAT), el Laboratorio Mineralurgia FICT, a de de los

Ingenieros técnicos docentes que contribuyeron con su tiempo y conocimiento para el desarrollo de esta tesis.

# María Olivia Aviles Galarza

# DEDICATORIA

Quiero dedicar esta tesis principalmente a Dios, quien me ha mostrado su luz y amor en mis momentos más oscuros, a mis amados padres Jorge y Janet, por su entrega y amor incondicional y a mi novio Carlos por sus consejos, su amor y comprensión.

"Cada célula de nuestro cuerpo debe estar destinada a amar, no sólo a las personas que nos rodean, sino a todo proyecto que emprendamos. Ésa es la clave del éxito".

# **DEDICATORIA**

#### A Dios.

A mis padres Juan Carlos y Olivia Margarita, y a mi hermano Carlos Alberto.

Al PhD. Mauricio Cornejo, por su gran colaboración y dedicación en el desarrollo de esta tesis.

"Nuestra recompensa se encuentra en el esfuerzo y no en el resultado. Un esfuerzo total es una victoria completa." [Mahatma Ghandi]

María Olivia Aviles Galarza

# TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

Ing. Diego Muñoz PRESIDENTE

Ing. Mauricio Cornejo (PhD.)

DIRECTOR DE TESIS

Ing. Fernando Morante (PhD.)

#### VOCAL PRINCIPAL

# **DECLARACIÓN EXPRESA**

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, nos corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

María Olivia Avilés Galarza

Andrea Desiré Ortega Suasnavas

#### RESUMEN

La presente tesis tiene por objeto caracterizar las arcillas encontradas en el Yacimiento Loma Larga ubicado en la provincia de Azuay, el cual es manejado por la empresa INV Metales; y, posteriormente, en base a los resultados obtenidos, proponer un proceso de beneficiamiento con el fin de homogenizar las propiedades de las arcillas y que éstas puedan ser usadas en diversos procesos industriales.

La caracterización incluye los siguientes análisis: Difractometría de Rayos X (XRD), Análisis Termo Gravimétrico (TGA), Espectrometría Infrarroja (FT-IR), y finalmente Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Además, de acuerdo al tipo de arcilla encontrada, se simula su estructura química utilizando el programa Material Studio para un mayor entendimiento de la molécula y sus enlaces.

Este trabajo demuestra que las arcillas de este yacimiento requieren un proceso distinto al propuesto, ya que empleando separación mediante hidrociclones no es posible remover la pirita en su totalidad, lo cual invalida técnicamente al proceso para la aplicación de la arcilla resultante en la síntesis de organoarcillas.

Esta investigación da paso a desarrollar el beneficiamiento de organoarcillas a escala industrial y también al desarrollo de Matriz Productiva ecuatoriana en el futuro.

## ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	I
ÍNDICE GENERAL	II
ABREVIATURAS	VI
SIMBOLOGIA	VII
ÍNDICE DE TABLAS	VIII
ÍNDICE DE FIGURAS	Χ
ÍNDICE DE ECUACIONES	XXI
INTRODUCCION	XXII

# **CPÍTULO I: GENERALIDADES**

1.1.	Anteceo	dentes	1
1.2.	Descrip	ción geológica del proyecto	5
1.3.	Definici	ón del tema	7
1.4.	Plantea	miento del problema	9
1.5.	<b>5.</b> Justificación		10
1.6.	.6. Hipótesis		12
1.7.	Objetivo	DS	12
	1.7.1 (	Objetivo General	12
	1.7.2 (	Objetivos Específicos	12
1.8	Metodo	logía general	13

# CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

2.1	Arcillas		15
	2.1.1	Clasificación de las arcillas	16
	2.1.2.	Propiedades físicas y químicas de las arcillas	21
		a. Superficie específica	22
		b. Capacidad de absorción	23
		c. Hidratación e hinchamiento	23
		d. Plasticidad	24
2.2.	Libera	ción de Materiales	25
	2.2.1.	Trituración	26
	2.2.2.	Molienda	27
2.3.	Proces	so de Concentración de Materiales	28
	2.3.1.	Hidrociclón	29
	2.3.2.	Flotación	30
	2.3.3.	Separación magnética	31
2.4.	Carac	terización de Arcillas	32
	2.4.1.	Difracción de Rayos X (XRD)	32
	2.4.2.	Análisis Térmico Gravimétrico (TGA)	34
	2.4.3.	Espectrofotometría Infrarroja (FT-IR)	35
	2.4.4.	Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	36
САР	ITULO II	I: EXPERIMENTACIÓN	
3.1	Caract	terización de las muestras de arcillas	38

	3.1.1	Difracción de rayos X (XRD)	40
	3.1.2.	Análisis Térmico Gravimétrico	44
	3.1.3.	Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)	46
	3.1.4.	Microscopía electrónica de barrido	48
3.2	Simula	ación Estructural Química	51
3.3	Diseño	o de Planta Piloto	52
	3.3.1.	Reducción de tamaño	52
	3.3.2.	Proceso de concentración de la arcilla	55
	3.3.3.	Simulación del Proceso	58
	3.3.4.	Dimensionamiento del hidrociclón	59
	3.3.5.	Cálculo del número de hidrociclones por batería	64
	3.3.6.	Costos	65

# CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1	Caracter	ización de las muestras de arcillas	68
	4.1.1.	Difracción de rayos X (XRD)	68
	4.1.2.	Análisis Térmico Gravimétrico	73
	4.1.3.	Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)	80
	4.1.4.	Microscopía electrónica de barrido	83
4.2	Simulac	ión Estructural Química	84
4.3	Simulac	ión del Proceso	87
4.4	Diseño d	e Planta Piloto	90

4.4.1	1. Cálculo de los Costos	94
CAPÍTUL	O V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	
5.1 Concl	lusiones	98
5.2 Reco	omendaciones	100
ANEXOS		103
BIBLIOGE	RAFIA	182

#### ABREVIATURAS

- XRD Difractómetro de Rayos X
- **TGA** Analizador Termo-gravimétrico
- **DSC** Calorimetría Diferencial de Barrido
- DGT Derivada Termo-gravimetría
- **SEM** Microscopio Electrónico de Barrido
- **FT-IR** Espectrometría Infrarroja de la Transformada de Fourier
- **ONU** Organización de Naciones Unidas
- **ESPOL** Escuela Superior Politécnica del Litoral
- **LEMAT** Laboratorio de Estudios Meteorológicos y de materiales
- **CIDNA** Centro Ecuatoriano de Investigación y Desarrollo de Nanotecnología
- FICT Facultad de Ingeniería en Ciencias de la Tierra
- **ASTM** Sociedad Estadounidense para Pruebas y Materiales
- **BSEP** Detector de electrones retrodispersados difractados
- SEI Imagen de Electrón Secundario
- BEI Imagen de Electrón Retrodispersado
- **EDS** Espectrómetro de Energía Dispersiva
- **ZnO** Zincita
- **KBr** Bromuro de Potasio

# SIMBOLOGÍA

%	Porcentaje
°C	Grados Centígrados
Si	Silicio
AI	Aluminio
0	Oxígeno
Fe	Hierro
С	Carbono
н	Hidrógeno
Cu	Cobre
Ni	Níquel
T-O	Hoja Tetrahedral-Octahedral
T-O-T	Hoja Tetrahedral-Octahedral-Tetrahedral
Km	Kilometro
mm	Milímetro
cm	Centímetro
um	Micra
pulg	Pulgada
ml	Mililitro
uL	Microlitro
mg	Miligramo
g	Gramo
kg	Kilogramo
ton	Tonelada
S	Segundo
min	Minuto
h	Hora
Ра	Pascal
HP	Caballo de Fuerza
m3	Metro cúbico
cm3	Centímetro Cúbico
gal	Galón
Psi	Libras por pulgada cuadrada
%V	Porcentaje de Volumen
Kw-h	Kilovatio hora
\$	Dólar
USD	Dólares Americanos

#### **INDICE DE TABLAS**

Tabla 1.1	Estadísticas de la producción minera	7
	correspondientes al año 2006.	
Tabla 1.2	Importaciones y exportaciones de arcillas	8
	caoliníticas en el Ecuador.	
Tabla 3.1	Relaciones de diseño del hidrociclón.	60
Tabla 3.2	Coeficientes a, b respecto al tipo de	66
	revestimiento.	
Tabla 3.3	Potencia requerida por equipo en el circuito de	67
	molienda.	
Tabla 4.1	Muestras con mayor contenido de arcilla según	70
	XRD	
Tabla 4.2	Resultados de termogravimetría en las	74
	muestras analizadas.	
Tabla 4.3	Interpretación cualitativa de los espectros	80
	infrarrojos de 20 muestras analizadas.	
Tabla 4.4	Interpretación cualitativa de los espectros	81
	infrarrojos de las 3 muestras seleccionadas.	
Tabla 4.5	Estatus de la optimización Dmol3.	85
Tabla 4.6.	Coordenadas finales de la Simulación	86
	Estructural.	
Tabla 4.7	Volúmenes de las corrientes presentes en la	88

simulación.

Tabla 4.8	Porcentajes de recuperación y concentración de	89
	las fases en cada corriente de la simulación.	
Tabla 4.9	Variables Importantes de la Simulación.	90
Tabla 4.10	Resultados de los parámetros de diseño de	92
	cada Batería.	
Tabla 4.11	Resultados del número de Hidrociclones por	93
	cada Batería.	
Tabla 4.12	Precios por Batería e Hidrociclones con	94
	revestimiento de Caucho.	
Tabla 4.13	Precios por Batería e Hidrociclones con	94
	revestimiento de Cerámico.	
Tabla 4.14	Potencia por Batería e Hidrociclón.	95
Tabla 4.15	Potencia de la planta piloto.	96

## **INDICE DE FIGURAS**

Figura 1.1	Mapa de ubicación del proyecto	3
Figura 1.2	Geología del proyecto	6
Figura 2.1	La imagen de la izquierda muestra una hoja Tetrahedral,	17
	mientras que la imagen de la derecha muestra una hoja	
	Octahedral (O).	
Figura 2.2	Caolín en roca.	18
Figura 2.3	Mineral Illita.	21
Figura 2.4	Trituradora de rodillos.	27
Figura 2.5	Molino de bolas.	28
Figura 2.6	Hidrociclón.	29
Figura 2.7	Flotación de minerales.	30
Figura 2.8	Difractograma de una muestra de roca que contiene arcilla.	33
Figura 2.9	Corte transversal del TGA.	35
Figura 2.10	Espectro FTIR, muestra de arcilla.	36
Figura 2.11	Funcionamiento interno del SEM.	37
Figura 3.1	Proceso de molienda manual.	39
Figura 3.2	Tamiz #325.	39
Figura 3.3	Equipo XRD, PANalytical.	41
Figura 3.4	Implementos utilizados en el análisis XRD.	43
Figura 3.5	Preparación de la muestra.	43
Figura. 3.6	Analizador termogravimétrico.	45

Figura. 3.7	Análisis de muestra en el TGA.	46
Figura. 3.8	Espectrómetro infrarrojo (FT-IR).	47
Figura. 3.9	Equipo para obtención de pastillas.	48
Figura. 3.10	Microscopio electrónico de barrido (SEM).	49
Figura. 3.11	Portapines con varios porta muestras.	50
Figura. 3.12	Procedimiento de microscopía.	51
Figura. 3.13	Trituradora de mandíbulas.	53
Figura. 3.14	Trituradora de rodillos.	54
Figura. 3.15	Hojuelas procedentes de la trituradora de rodillos.	55
Figura. 3.16	Clasificador centrífugo.	56
Figura. 3.17	Tamizado de hojuelas.	57
Figura. 3.18	MASTERSIZER 2000.	57
Figura 3.19	Gráfica de correlación para la obtención del factor de	62
	corrección de la caída de presión.	
Figura 3.20	Gráfica de correlación para la obtención del factor de	63
	corrección de la concentración del sólido.	
Figura 3.21	Gráfica de la capacidad nominal en relación del diámetro	64
	del hidrociclón.	
Figura 4.1	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 1601.	77
Figura 4.2	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 180S.	78
Figura 4.3	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 359I.	79

Figura 4.4	Estructura tridimensional de la illita.	84
Figura 4.5	Curva de eficiencia del hidrociclón.	88
Figura 4.6	Hidrociclón y sus variables de diseño.	91
Figura 4.7	Costo energético vs tiempo de operación de la planta	97
	piloto.	
Anexo A1.	Muestras testigo obtenidas del yacimiento Loma Larga.	104
Anexo A2.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	105
	Muestra IQD 132D.	
Anexo A3.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	105
	Muestra IQD 132I.	
Anexo A4.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	106
	Muestra IQD132K.	
Anexo A5.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	106
	Muestra IQD 132P.	
Anexo A6.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	107
	Muestra IQD132S.	
Anexo A7	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	107
	Muestra IQD137D.	
Anexo A8.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	108
	Muestra IQD 137I.	
Anexo A9.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	108
	Muestra IQD137K.	

Anexo A10.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	109
	Muestra IQD 137P.	
Anexo A11.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	109
	Muestra IQD137S.	
Anexo A12.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	110
	Muestra IQD148D.	
Anexo A13.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	110
	Muestra IQD148I.	
Anexo A14.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	111
	Muestra IQD 148K.	
Anexo A15.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	111
	Muestra IQD148P.	
Anexo A16.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	112
	Muestra IQD148S.	
Anexo A17.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	112
	Muestra IQD160D.	
Anexo A18.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	113
	Muestra IQD 160I.	
Anexo A19.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	113
	Muestra IQD160K.	
Anexo A20.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	114
	Muestra IQD 160S.	

Anexo A21.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	114
	Muestra IQD180K1.	
Anexo A22.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	115
	Muestra IQD180K2.	
Anexo A23.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	115
	Muestra IQD180P.	
Anexo A24.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	116
	Muestra IQD180S.	
Anexo A25.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	116
	Muestra IQD269D.	
Anexo A26.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	117
	Muestra IQD269I.	
Anexo A27.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	117
	Muestra IQD269K.	
Anexo A28.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	118
	Muestra IQD269P.	
Anexo A29.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	118
	Muestra IQD269S.	
Anexo A30.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	119
	Muestra IQD277D.	
Anexo A31.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	119
	Muestra IQD277I.	

Anexo A32.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	120
	Muestra IQD277K.	
Anexo A33.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	120
	Muestra IQD277P.	
Anexo A34.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	121
	Muestra IQD277S.	
Anexo A35.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	121
	Muestra IQD359D.	
Anexo A36.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	122
	Muestra IQD359I.	
Anexo A37.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	122
	Muestra IQD359K.	
Anexo A38.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	123
	Muestra IQD359P.	
Anexo A39.	Análisis de Difractometría de Rayos X Cuantitativo de	123
	Muestra IQD359S.	
Anexo A40.	Difractograma comparativo de muestras IQD132D (rojo),	124
	IQD359P (verde) e IQD180K2 (azul).	
Anexo A41	Difractograma comparando muestras IQD277P (rojo),	124
	IQD148P (verde), IQD132P (azul) y IQD160D (gris) las	
	cuales tienen en común Nacrita, Pirofilita y Cuarzo.	
Anexo A42.	Difractograma comparando muestras IQD137K (rojo),	125

125

126

126

XVI

IQD148K (verde) IQD277I (azul), IQD160K (gris) y
IQD277D (café) las cuales tienen en común Caolinita y
Cuarzo.
Anexo A43. Difractograma comparando muestras IQD137D (rojo),
IQD148D (verde) las cuales tienen en común la Dickita y el
Cuarzo.
Anexo A44. Difractograma comparando muestras IQD160I (rojo), IQD
359I(verde) e IQD180S (azul) las cuales tienen en común
la Illita, Cuarzo y Pirita.
Anexo A45. Difractograma comparando muestras IQD180K (rojo) e
IQD269P (azul) las cuales tienen en común el Talco,

Nacrita, Pirita y Cuarzo.

- Anexo A46.Difractograma comparativo muestras IQD269I (rojo),127IQD137S (verde) IQD132S (azul), IQD148S (gris) eIQD160S (café) las cuales tienen en común Nontronita yCuarzo.
- Anexo A47.Difractograma comparando muestras IQD359D (rojo),127IQD269K (verde) y IQD132K (azul), las cuales tienen en<br/>común Nacrita y Cuarzo.
- Anexo A48.Difractograma comparando muestras IQD269S (rojo),128IQD359S (verde) y IQD277S (azul), las cuales tienen en<br/>común Nontronita, Albita y Cuarzo.

Anexo A49.	Arcillas presentes en las muestras provenientes del	129
	Yacimiento Loma Larga.	
Anexo A50.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD132D.	131
Anexo A51.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD132K.	132
Anexo A52	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137I.	133
Anexo A53.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137D.	134
Anexo A54.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137K.	135
Anexo A55	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148D.	136
Anexo A56	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148P.	137
Anexo A57.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148S.	138
Anexo A58.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD160I.	139
Anexo A59.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD160D.	140
Anexo A60.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180K2.	141
Anexo A61.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180P.	142
Anexo A62.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180S.	143
Anexo A63.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD269S.	144
Anexo A64.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD277I.	145
Anexo A65.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD277P.	146
Anexo A66	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD277S.	147
Anexo A67	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359I.	148
Anexo A68.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359P.	149

Anexo A69.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359S.	150
Anexo A70.	Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359P.	151
Anexo A71.	Análisis TGA comparativo entre las muestras de illita	152
	seleccionadas.	
Anexo A72.	Análisis DSC comparativo entre las muestras de illita	153
	seleccionadas.	
Anexo A73	Análisis FT-IR de la muestra IQD132D.	154
Anexo A74.	Análisis FT-IR de la muestra IQD132K.	155
Anexo A75.	Análisis FT-IR de la muestra IQD137I.	156
Anexo A76.	Análisis FT-IR de la muestra IQD137K.	157
Anexo A77.	Análisis FT-IR de la muestra IQD 148D.	158
Anexo A78.	Análisis FT-IR de la muestra IQD148P.	159
Anexo A79.	Análisis FT-IR de la muestra IQD160D.	160
Anexo A80.	Análisis FT-IR de la muestra IQD160I.	161
Anexo A81.	Análisis FT-IR de la muestra IQD180K2.	162
Anexo A82.	Análisis FT-IR de la muestra IQD180P.	163
Anexo A83	Análisis FT-IR de la muestra IQD180S.	164
Anexo A84	Análisis FT-IR de la muestra IQD269S.	165
Anexo A85	Análisis FT-IR de la muestra IQD 2771.	166
Anexo A86.	Análisis FT-IR de la muestra IQD277P.	167
Anexo A87	Análisis FT-IR de la muestra IQD277S.	168

Anexo A88.	Análisis FT-IR de la muestra IQD359I.	169
Anexo A89.	Análisis FT-IR de la muestra IQD359P.	170
Anexo A90.	Análisis FT-IR de la muestra IQD359S.	171
Anexo A91.	Espectro comparativo de muestras IQD180S (azul),	172
	IQD359I (negro) e IQD160I (rojo).	
Anexo A92.	SEM de muestra IQD160I con un aumento de 5000X,	173
	donde se observa la Illita y el Cuarzo.	
Anexo A93.	SEM de muestra IQD160I con un aumento de 10000X,	173
	donde se observa la Illita y el Cuarzo.	
Anexo A94.	SEM de muestra IQD180S con un aumento de 5000X,	174
	donde se observa la Illita, el Cuarzo y la Pirita.	
Anexo A95.	SEM de la muestra IQD180S con un aumento de 10000X,	174
	donde se observa la Illita, la Pirita y Cuarzo.	
Anexo A96.	SEM de la muestra IQD359I con un aumento de 5000X la	175
	cual muestra la Illita y el Cuarzo.	
Anexo A97.	SEM de la muestra IQD359I con un aumento de 10000X la	175
	cual muestra la arcilla disgregada y el Cuarzo.	
Anexo A98.	Simulación de la Planta Piloto utilizando el Programa	176
	MODSIM Student.	
Anexo A99.	Cálculos para el diseño del primer hidrociclón.	177

### **INDICE DE ECUACIONES**

Ecuación 3.1	Cálculo del índice de corte	58
Ecuación 3.2	Ecuación de Plitt	59
Ecuación 3.3	Caída de presión en el hidrociclón	61
Ecuación 3.4	Capacidad máxima del hidrociclón.	61
Ecuación 3.5	Costo de construcción e instalación	65

# **INTRODUCCIÓN**

El presente estudio tiene como título "Caracterización y simulación estructural de compuestos de arcillas localizados en el yacimiento Loma Larga y posterior diseño de un proceso para mejorar su calidad". Tiene como objetivo caracterizar las arcillas

66

encontradas en el yacimiento Loma Larga, y en base a su composición mineralógica, proponer un proceso de beneficiamiento para determinar sus aplicaciones industriales.

La tesis de grado se dividió en cinco capítulos, donde, el Capítulo 1 describe la información general requerida para llevar a cabo la investigación, es decir, se detalla los antecedentes del proyecto, planteamiento del problema, justificación, hipótesis, objetivos y diseño de la investigación. En el Capítulo 2 se realiza una breve descripción de los principales conceptos involucrados en el estudio. Luego, en el Capítulo 3 se presenta el procedimiento experimental tanto de la caracterización de las muestras provenientes del yacimiento, como del diseño del proceso de concentración y simulación de las arcillas seleccionadas. En el Capítulo 4 se muestran los resultados y las discusiones de los análisis. Finalmente, en el Capítulo 5 se especifican las conclusiones y recomendaciones.

# **CAPÍTULO 1**

# **1 GENERALIDADES**

#### **1.1 Antecedentes**

El proyecto conocido actualmente como Loma Larga, constituye uno de los más importantes a nivel nacional debido a su impacto en cuanto a la producción de minerales como oro epitermal, plata y cobre. Se ha estimado que existe una reserva de 3'000.000 de onzas de oro y de acuerdo a datos preliminares, se calcula que también hay una reserva de 10'000.000 de onzas de plata y 79'000.000 de libras de cobre [1].

En 2001, el Estado ecuatoriano autorizó a lamGold Ecuador explorar las propiedades de Río Falso, Cerro Casco y Cristal, llevándose a cabo 338 sondajes entre los años 2002 y 2008. De igual forma el 11 de octubre del mismo año, el Ministerio de Ambiente entregó la primera licencia ambiental requerida al encontrarse el proyecto en un bosque protegido.

En el año 2007 se iniciaron los estudios de pre-factibilidad por parte de la empresa lamGold donde se determinó la tasa de productividad de la mina con un valor de 3000 Toneladas por día y un tiempo de vida de 8 años para la misma. El documento debió ser modificado varias veces ya que debido a las incesantes protestas por parte de los comuneros de la zona, el Gobierno decidió reducir la extensión de la concesión a 8.030 hectáreas, dejando de lado 3.200 hectáreas que fueron destinadas para espacios recreativos pues que contienen gran parte del cuerpo hídrico del sector.



Figura 1.1 Mapa de ubicación del proyecto. Fuente: Empresa INV-Metales [2]

INV Metales inició sus trabajos en marzo del 2013 llevando a cabo procesos de exploración avanzada, que consiste en extraer muestras de roca conocidas como testigos, las cuales son analizadas con un equipo denominado TERRASPEC. Mediante este análisis se determina de forma aproximada la composición de los testigos y la existencia de metales preciosos de interés para la empresa.

Es común que durante la extracción del oro, plata o cobre se encuentren depósitos arcillosos o material adicional conocido como *ganga* a lo largo de los yacimientos, los cuales son removidos de forma mecánica y posteriormente desechados al no ser de interés económico para las mineras.

Con el fin de aprovechar el material arcilloso, se han llevado a cabo diversos estudios que permitan remover todo tipo de impurezas asociadas al material y poder emplear dichas arcillas en aplicaciones diversas.

Uno de los estudios fue el realizado por James O. et al. en el año 1998 [3], que empleó hidróxido de sodio en un medio húmedo, con el fin de remover impurezas y utilizar el material arcilloso de tipo bentonita como fluido de perforación. Sin embargo, el resultado no fue técnicamente viable, ya que las características reológicas no eran las adecuadas para esta aplicación.

En el año 2013 Jovanović M. y Mujkanović A.[4] plantearon que el contenido de cuarzo en una muestra de caolinita/illita se redujo un 17.43% al emplear una solución acuosa de pirofosfato de sodio, sedimentar y decantar posteriormente las fracciones mayores a 20um. Se obtuvo un incremento del 23.35% de caolinita en el resultado final y se determinó que ésta podría ser usada en la elaboración de azulejos, arcilla refractaria y cerámica resistente a los ácidos.

En los últimos años, ha habido un creciente interés por la utilización de arcillas generalmente del tipo montmorillonita, en la síntesis de organoarcillas. Esto se debe en gran medida a su acción sobre las cadenas poliméricas de las

poliamidas orgánicas, las cuales se modifican adquiriendo mayor estabilidad térmica y una mejora en relación a sus propiedades mecánicas y retardantes [5].

Para esta última aplicación, se requiere de arcilla con un elevado índice de pureza, para lo cual se han empleado procesos de flotación utilizando diferentes reactivos como colectores [6, 7].

#### 1.2 Descripción geológica del proyecto Loma Larga

El proyecto Loma Larga se encuentra ubicado a 480 km al suroeste de Quito y 30 km al suroeste de Cuenca, a una elevación comprendida entre los 3500 y 3900 metros sobre el nivel del mar.La temperatura promedio en el sitio es de 6°C con presencia de neblina y precipitaciones pluviales, por lo que se requiere el uso de vestimenta adecuada.

El proyecto es una secuencia volcánica de 5 a 9 millones de años de edad constituida por tobas y lavas andesíticas a riolíticas dispuestas radialmente en torno a una gran caldera colapsada de 4 km de diámetro.El depósito de oro de alta sulfidación epitermal de Loma Larga se localiza en el borde Este de la caldera [2].


Figura 1.2Geología del proyecto. Fuente: Empresa INV-Metales [2]

Durante el periodo de exploración realizado por la empresa, se localizó depósitos de minerales no metálicos constituidos principalmente por arcillas que deberán ser debidamente identificadas por medio de técnicas apropiadas y normalizadas.Se estima que la composición mayoritaria de dichos depósitos sea arcilla del tipo caolinita.

## 1.3 Definición del tema

En Ecuador existe una gran producción de piedra, arena y arcilla en comparación con otros países de Latinoamérica ocupando el segundo lugar luego de Uruguay, de acuerdo a la tabla 1 mostrada a continuación sobre "Estadísticas de la producción minera" correspondientes al año 2006, elaborada por la ONU [8].

MINERIA											
	A R G E N T I N A	B O L I V I A	B R A S I L	CHLL	C O L O M B I A	E C U A D O R	M E X I C O	P A R G U A Y	P E R U	U R U G U A Y	V E N E Z U E L A
PRODUCCION											
PRODUCCION MINERA*	17.8	212.0	566.1	22.9	76.2	5.7	74.5	153.0	11.4	3.9	42.5
Minerales básicos( % producción minera)	24.9	0	1.9	4.9	0.5	0	5.1	83.7	2.7	0	0.2
Otros minerales (% producción minera)	10.7	1.6	2.5	31.2	0.7	9.5	15.7	0	1.9	0.1	1
Piedra, arena y arcilla (% producción minera)	60.6	0.6	5.5	0.4	11.4	90.4	39.0	16.3	3.3	99.8	15.9

**Tabla 1.1**Estadísticas de la producción minera correspondientes al año2006.

\* Miles de Toneladas métricas y porcentaje

Fuente: Organización de las Naciones Unidas ONU (Industrial Commodity Database)

De acuerdo a la tabla antes expuesta, en Ecuador el 90.4% de la explotación minera es arcilla, es decir que constituye actualmente uno de los recursos más explotados en el territorio y ha sido posible encontrar yacimientos en las provincias de Loja, El Oro, Azuay, Cañar, Cotopaxi, Pastaza y Zamora Chinchipe [9]. La arcilla requiere de un proceso adicional para alcanzar un grado de pureza aceptable a nivel mundial y ser usada en la industria.

Cabe recalcar que se empleó una tabla con información del año 2006 debido a que no existen datos actualizados del tema. En trabajos anteriores realizados por investigadores de la ESPOL se solicitó información al Banco Central del Ecuador, sin embargo la respuesta fue que no existe una base de datos actualizada referente a minerales no metálicos; esto se debe a que se da mayor relevancia a la producción de minerales como oro, plata, etc.A continuación se muestra la tabla 1.2, que corresponde a las importaciones y exportaciones de arcillas refractarias y caolín en el país durante los últimos 4 años [10].

Importaciones anuales (Toneladas)										
Producto	2011	2012	2013	2014*						
Arcillas refractarias	1077,61	190,80	18,97	0,18						
Caolín	6742,72	11771,81	8957,29	7329,60						
Exportaciones anuales (Toneladas)										
Producto	2011	2012	2013	2014*						
Arcillas refractarias	Arcillas efractarias No disponible		No disponible	No disponible						
Caolín	No disponible	120,00	210,00	181,50						

Tabla 1.2 Importaciones y exportaciones de arcillas caoliníticas en el Ecuador.

\*Valores disponibles hasta el mes de agosto.

Fuente: Portal Web del Banco Central del Ecuador.

Para el objeto de la presente tesis se analizará el proyecto Loma Larga, el cual está ubicado en la localidad de Girón (a 35 minutos de Cuenca) y fue asignado a la empresa canadiense INV Metales, que el 18 de marzo del 2013 arrancó la fase de exploración avanzada en busca de oro en la zona de Loma Larga [11]. Durante dicha fase se descubrieron depósitos de arcilla con apariencia cristalina, la cual no ha sido claramente identificada por la empresa.

Es por este motivo que el CIDNA-ESPOL (Centro Ecuatoriano de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología) decidió establecer un convenio con la empresa mediante una carta compromiso para caracterizar muestras de las arcillas encontradas y con dichos resultados identificar sus posibles aplicaciones a nivel industrial.

#### 1.4 Planteamiento del problema

En el país, aunque existen varios yacimientos de arcillas con reservas significativas, no existen hojas técnicas de las arcillas que han sido encontradas en el territorio nacional a lo largo de los años, por lo que la investigación se vuelve parte fundamental para proveer a futuras generaciones del conocimiento necesario que permita emplear nuestros recursos en la industria.

El problema radica en la ausencia de caracterización mineralógica de las arcillas nacionales que facilite sustentar su aplicación tecnológica, ya que al ser un

material de origen geológico, este es muy heterogéneo en términos de cantidad y calidad de fases arcillosas junto con sus minerales secundarios.

El proceso de concentración (llamado de aquí en adelante como beneficiamiento) de las arcillas está en función de su caracterización tecnológica, para lo cual se deberá proponer un diagrama de flujo acorde con la materia prima que se encuentre en el yacimiento, con el fin de obtener material arcilloso de características homogéneas. El escalado de este proceso aún no ha sido propuesto por lo que esta tesis es un paso hacia su desarrollo industrial.

#### 1.5 Justificación

Existe un marco de desarrollo que el Ecuador ha adoptado cuyo fondo es el cambio de la matriz productiva, donde el añadir valor a la materia prima es crucial para afectar significativamente dicha matriz. De esta forma se pretende involucrar al país en la industria global de desarrollo de productos terminados, y dejar de ser exportadores de materia prima.

Para esto es preciso realizar la caracterización mineralógica de los minerales no metálicos que se encuentran en los diversos yacimientos del país, de esta forma se determina los usos más adecuados para dicho material y el procedimiento correspondiente para mejorar su calidad y poder ser empleado como materia prima.

Una de las aplicaciones más estudiadas para estos minerales es la síntesis de nanoarcillas, la cual fue analizada con anterioridad en la ESPOL mediante la realización de una tesis por el estudiante Andrés Apolo y guiada a su vez por el Ing. Andrés Rigaíl [12]. Sin embargo, los resultados obtenidos no pudieron ser publicados en una revista científica, al no haberse realizado una caracterización previa de las arcillas empleadas.

El valor añadido del que se habla en párrafos anteriores, se da en este caso, como resultado de la modificación a nivel nano de las arcillas mediante la adición de aminas cuaternarias que permiten el desarrollo de propiedades nóveles.

Actualmente en el país no se producen nanoarcillas, por lo que debemos importarlas principalmente de Estados Unidos, este consumo a su vez puede ser reemplazado por nanoarcillas nacionales.

Adicional a la caracterización mineralógica, es preciso eliminar la mayor cantidad de cuarzo que se encuentre en las fases minerales de la muestra. Por este motivo se propone diseñar un proceso de separación física mediante operaciones unitarias, que permita obtener una arcilla de mejor calidad capaz de ser usada para sintetizar nanoarcillas.

#### 1.6 Hipótesis

Mediante el diseño del proceso de beneficiamiento se obtendría un material arcilloso de características mineralógicas homogéneas que podría utilizarse en el desarrollo de organoarcillas.

#### 1.7 Objetivos

#### 1.7.1 Objetivo General

Caracterizar las arcillas encontradas en el yacimiento de Loma Larga, y a partir de esto proponer un proceso de beneficiamiento para determinar sus aplicaciones industriales.

# 1.7.2 Objetivos Específicos

- Recolectar las muestras de arcillas en el yacimiento establecido por INV-Metales.
- Determinar la composición de las muestras de arcillas mediante pruebas de difracción de rayos X (XRD) empleando análisis cualitativos y cuantitativos.
- Determinar la especie de arcilla mediante el análisis de TGA (Termogravimetría).
- Analizar los resultados obtenidos y seleccionar las muestras idóneas para el proceso de beneficiamiento.

 Determinar las operaciones unitarias requeridas para el proceso de beneficiamiento en función de la caracterización mineralógica.

#### 1.8 Metodología General

La metodología de investigación se ha dividido en 3 fases.

# FASE I: TOMA DE MUESTRAS EN EL YACIMIENTO LOMA LARGA

## FASE II: PREPARACIÓN DE MUESTRAS

- Tratamiento de muestras para su posterior análisis tecnológico.
- Separación e identificación de muestra considerando su mineralogía.

# FASE III: EXPERIMENTACIÓN Y ANÁLISIS

- Análisis Cualitativo de muestras en el XRD (Difractómetro de rayos X), es decir la determinación de la composición mineralógica de la muestra examinada.
- Análisis Cuantitativo de muestras en el XRD mediante la adición de zincita. De esta forma se comprueba la composición porcentual de las muestras, identificando las fases cristalinas y el contenido de amorfo.
- Análisis de muestras en TGA (Termogravimetría), para cuantificar la pérdida de masa debido a deshidratación, deshidroxilización que lleva a la identificación dela arcilla. Es posible diferenciar entre compuestos semejantes que se puedan presentar o no en una muestra.

- Análisis de muestras en el FT-IR (Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier) para especificar la presencia de diversos grupos funcionales mediante la aparición de picos en diferentes números de onda.
- Recopilación de resultados y su posterior análisis.

# FASE IV: SIMULACIÓN Y ELABORACIÓN DE LA HOJA TÉCNICA

- Simulación estructural de la arcilla empleando el programa Material Studio.
- Recopilación de todos los resultados obtenidos.

# FASE V: DISEÑO DE OPERACIONES UNITARIAS PARA BENEFICIAMIENTO DE LA ARCILLA

- Revisión de artículos y publicaciones anteriores, relacionadas al tema.
- Recopilación de información
- Determinación de las operaciones unitarias necesarias para enriquecer las arcillas en base a la caracterización realizada en la fase I.
- Elaboración de una propuesta para el proceso de beneficiamiento a escala de laboratorio.
- Conclusiones y recomendaciones.

# **CAPÍTULO 2**

# 2. MARCO TEÓRICO

# 2.1 Arcillas

La arcilla se define como un material natural, el cual tiene un tamaño de grano fino y que al agregarle agua muestra cierta plasticidad. Su composición química estipula que es un aluminosilicato hidratado, el cual posee silicio (Si), aluminio (Al), oxígeno (O) e hidrógeno (H) [13].

Provienen de minerales parentales conocidos como feldespatos, los cuales constituyen un 60% de las rocas ígneas, las cuales se crean por el

enfriamiento y la solidificación del magma, en la corteza terrestre. Entre los feldespatos tenemos a la anortita, ortoclasa y albita [14].

#### 2.1.1. Clasificación de las Arcillas

Las estructuras de los filosilicatos son basadas en hojas de tipo tetrahedral (T) y octahedral (O).

La Figura 2.1 muestra las diferentes hojas tipo T y O; la imagen de la izquierda muestra una hoja tetrahedral (T), donde T es un catión unido a cuatro oxígenos, los cuales se encuentran en estado basal  $(Ox_b)$  y en estado apical  $(Ox_a)$ . La figura de la derecha muestra una hoja octahedral (O) donde O es un catión combinado con seis oxígenos.

Para los dos gráficos expuestos en la Figura 2.1, a y b son parámetros de las celdas unitarias para su cristalografía. Estas hojas se combinan formando capas tipo T-O las cuales dan lugar al grupo 1:1, o por otro lado, forman capas tipo sánduche las cuales son de tipo T-O-T que se asocian al grupo 2:1 [15].



Figura 2.1 La imagen de la izquierda muestra una hoja tetrahedral, mientras que la imagen de la derecha muestra una hoja octahedral (O).

Fuente: Handbook of Clay Science [15].

# Grupo 1:1

Este grupo es conocido como caolín-serpentín. Los caolines que son de estructura dioctahedral tienen la fórmula general  $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ .

Los minerales de caolín se subdividen en:

- Caolinita
- Dickita
- Nacrita
- Halloisita

En la Figura 2.2 se observa caolinita en forma de roca, la cual fue obtenida de una mina.



Figura 2.2. Caolín en roca. Fuente: Constructora Industrial y Minas [16].

El grupo serpentín es de estructura trioctahedral; sin embargo, a diferencia de los caolines la subdivisión de este grupo es más amplia.

Los minerales que tienen como fórmula general  $Mg_3Si_2O_5$  (OH)<sub>4</sub> y son ricos en magnesio son:

- Lizardita
- Antigorita
- Chrysotila

Minerales con una estructura planar son:

- Bertierina 

  Kellyita
- Amesita
   Fraipontita
- Cronstedtita
   Brindleyita
- Nepouita
   Guidottiita

# Grupo 2:1 [17]

Este grupo se distingue por su estructura química tipo sánduche, ya que está compuesta por una hoja octahedral entre dos hojas tetraedrales. Se divide principalmente en pirofilita - talco, esmectita, vermiculita - clorita, y finalmente mica.

El grupo 2:1 presenta a su vez subdivisiones que varían dependiendo de las capas que conformen a los nuevos subgrupos.

El grupo de pirofilita y talco posee dos minerales importantes que tienen sus mismos nombres. Este grupo tiene una lámina eléctricamente neutra.

El grupo de esmectitas tiene más de 7 minerales diferentes en su grupo, los cuales son:

- Beidellita
   Saponita
- Nontronita
   Sauconita
- Volkonskoita

La fórmula general varía dependiendo de su estructura química. Es de suma importancia mencionar que las esmectitas contienen agua en diferentes formas y bajo diferentes condiciones; por lo que algunos de estos minerales sufren de la propiedad fisicoquímica conocida como hinchamiento.

El grupo vermiculita - clorita se divide en minerales con su mismo nombre.

Finalmente el grupo de las micas es el grupo más extenso en minerales; se pueden encontrar micas quebradizas y micas flexibles. Las micas flexibles presentan 24 subdivisiones que dependen de la estructura química, mientras que las micas quebradizas solo poseen 6.

Algunos minerales que pertenecen al grupo de micas flexibles son:

Moscovita

- Annita
- Celadonita 

  Hendircksita
- Paragonita

•

.

Mientras que en el grupo de micas quebradizas se tiene:

- Bityita Anandita

Existe un caso particular en las micas el cual es el del mineral illita que es considerada una mica, sin embargo por sus propiedades de capa no expansible, fue definida como una mica deficiente interlaminar por **Rieder et al. (1998)** [18].



Figura 2.3. Mineral Illita Fuente: Página Web, Alibaba.com

# 2.1.2. Propiedades físicas y químicas de las arcillas

Las aplicaciones que se les da a las arcillas radican en sus propiedades físico-químicas. Sin embargo, las características elementales de las arcillas son las siguientes:

- \* Su tamaño de partícula extremadamente pequeño (inferior a 2 um)
- \* Su morfología laminar (filosilicatos)

\* Las sustituciones isomórficas, que dan lugar a la aparición de carga en las láminas y a la presencia de cationes débilmente ligados en el espacio interlaminar [18].

Las arcillas poseen un valor elevado de área superficial, debido a esto, existe mucha superficie activa con enlaces no saturados que ayudan a la interacción con otros materiales. Un ejemplo de esta interacción son los polímeros para elaborar resinas.

A continuación se procede a mencionar las principales propiedades fisico-químicas analizadas en las arcillas.

#### a. Superficie específica

"La superficie específica o área superficial de una arcilla se define como el área de la superficie externa más el área de la superficie interna (en el caso de que esta exista) de las partículas constituyentes, por unidad de masa, expresada en m2/g." [19]

Las arcillas poseen una elevada superficie específica como ya fue previamente mencionado. La interacción sólido-fluido depende directamente de esta propiedad.

A continuación se muestran algunos ejemplos de superficies específicas de arcillas:

Caolinita de elevada cristalinidad: hasta 15 m<sup>2</sup>/g

- Caolinita de baja cristalinidad: hasta 50 m²/g
- Illita: hasta 50 m<sup>2</sup>/g
- Montmorillonita: 80-300 m<sup>2</sup>/g

#### b. Capacidad de absorción

La capacidad de absorción está directamente relacionada con las características texturales (superficie específica y porosidad). Se puede hablar de dos tipos de procesos que difícilmente se dan de forma aislada: absorción (cuando se trata fundamentalmente de procesos físicos como la retención por capilaridad) y adsorción (cuando existe una interacción de tipo químico entre el adsorbente, en este caso la arcilla, y el líquido o gas adsorbido, denominado adsorbato).

La capacidad de adsorción se expresa en porcentaje de absorbato con respecto a la masa y depende, para una misma arcilla, de la sustancia de que se trate. La absorción de agua de arcillas absorbentes es mayor del 100% con respecto al peso [19].

#### c. Hidratación e hinchamiento

La hidratación es una propiedad que se presenta en los minerales del grupo esmectita y ocurre con independencia del

tipo de catión de intercambio presente. La hidratación va de la mano con la naturaleza del mineral.

La absorción de agua en el espacio interlaminar tiene como consecuencia la separación de las láminas, dando lugar al hinchamiento mencionado anteriormente en la descripción de las esmectitas. Este proceso depende del balance entre la atracción electrostática catión-lámina y la energía de hidratación del catión.

A medida que el agua se presente mediante capas, la separación entre las láminas aumenta; las fuerzas que predominan son de repulsión electrostática entre láminas, lo que contribuye a que el proceso de hinchamiento pueda llegar a disociar completamente unas láminas de otras [19].

#### d. Plasticidad

Las arcillas son eminentemente plásticas, es decir que tienden a perder de forma permanente su forma al ser sometidas a tensiones por encima de su rango elástico. Debido a que hay agua en las láminas de las arcillas, se produce una especie de lubricación, la cual permite el fácil deslizamiento cuando se aplica presión sobre las arcillas.

La elevada plasticidad de las arcillas es consecuencia, nuevamente, de su estructura laminar, tamaño de partícula

extremadamente pequeño (elevada área superficial) y alta capacidad de hinchamiento.

La relación existente entre el límite líquido y el índice de plasticidad ofrece una gran información sobre la composición granulométrica, comportamiento, naturaleza y calidad de la arcilla. En general, cuanto más pequeñas son las partículas y más imperfecta su estructura, más plástico es el material.

#### 2.2 Liberación de los minerales

Como objetivo de la presente tesis se planteó el diseño de un proceso que permita mejorar la calidad de las arcillas provenientes del yacimiento Loma Larga. Para esto se procederá a analizar los distintos métodos que son empleados en la industria minera, especialmente en la recuperación de metales valiosos como oro, plata, platino, etc.

En la mayoría de casos las mineras proceden a realizar un proceso de liberación de los minerales también conocidos como mena. Este término se describe brevemente como una acumulación de mineral en cantidad suficiente para permitir una extracción económica [20].

Para el tratamiento de la mena se emplean distintos procesos de separación por medios mecánicos, con el fin de liberar el metal valioso y obtener a su vez un producto final comercial de los minerales no metálicos.

Generalmente los yacimientos de arcilla no requieren de estos procesos pero debido al estado de compactación y cementación en que se encontraron las muestras analizadas, se requiere aplicar operaciones de trituración y molienda.

#### 2.2.1. Trituración

La trituración es una operación unitaria que se basa en la reducción de tamaño de una muestra sólida. El equipo somete la muestra a compresión, impacto y cortes con el fin de reducir el tamaño de partículas de una muestra.

Existen distintos tipos de trituradoras:

- Trituradora de mandíbulas
- Trituradora Rotacional
- Trituradora de Rodillos Lisos
- Trituradora de Rodillos Dentados

En la Figura 2.4 se observa una trituradora de rodillos lisos. La trituración es utilizada para reducir material grueso a un tamaño promedio de 3mm, aunque llegan a tamaños de 1mm [21].



**Figura 2.4** Trituradora de rodillos **Fuente:** Página Web, Alibaba.com

# 2.2.2. Molienda

La molienda al igual que la trituración, es utilizada para la reducción del tamaño de partícula de una muestra mediante fricción e impacto. A diferencia de la trituración, la molienda puede reducir el tamaño a menos de 1mm, dependiendo del tiempo de operación.

A continuación se describen algunos molinos en la industria [21]:

 Molino de Bolas: Utiliza bolas de porcelana o de acero que son incorporadas dentro del molino. Es el molino más usado en la industria. En la figura 2.5 se observa el molino.



**Figura 2.5** Molino de bolas. **Fuente:** Formats Construction Machinery Co. Ltd.

- Molino de Barras: Tiene internamente unos cilindros largos que rotan axialmente, además contiene barras cuya longitud es igual a la del molino. Del equipo sale un material ultra fino.
- Molino de Martillo: Su nombre mismo lo dice, posee martillos internos que oscilan y muelen el material a medida que el molino gira.
- Molino de chorro: No contiene implementos en su interior y se utiliza para evitar que el material se contamine con un relleno triturador.

#### 2.3 Procesos de concentración de minerales

Luego del proceso de liberación, se procede a estudiar los diferentes métodos de concentración de minerales que son empleados en la industria.

## 2.3.1. Hidrociclón

La función principal de un hidrociclón es separar sólidos suspendidos en un determinado flujo llamado alimentación, el cual es ingresado al equipo, mediante movimientos cíclicos que contribuyen a la adecuada separación de materiales por su densidad.

En la separación por sedimentación se obtienen 2 fracciones, de las cuales el flujo inferior es el mineral más denso o llamado también gruesos y el flujo superior es el mineral más liviano o finos. En la Figura 2.6 se muestra un hidrociclón con sus diferentes flujos de entrada y salida [22].



Figura 2.6 Hidrociclón. Fuente:Trawinski H., Ph.D

#### 2.3.2. Flotación

La flotación en espuma, aprovecha las diferencias en las propiedades físicoquímicas de la superficie de las partículas minerales. Se emplean reactivos denominados colectores, para modificar las propiedades y volver a las partículas minerales sulfuradas en partículas hidrofóbicas y aerofílicas, mientras que al material restante o de cola, lo convierten en aerofóbico [20].

Este proceso se da por agitación en presencia de aire en un medio acuoso, lo que da lugar a la formación de burbujas que se unen a las partículas hidrofóbicas y son elevadas hasta la superficie del agua. Una vez que las burbujas de aire alcanzan la superficie, únicamente pueden continuar sosteniendo la partícula mineral si forman una espuma estable, de otro modo revientan [23].



Figura 2.7. Flotación de minerales. Fuente: Procesaminerales.blogspot.com

Para mantener una espuma razonablemente estable se emplean espumantes, mientras que los químicos denominados reguladores se utilizan para controlar el proceso de flotación, activando o deprimiendo la adherencia de las partículas minerales a las burbujas de aire, así como el control del pH en el sistema [24].

El proceso se aplica únicamente a partículas relativamente finas ya que si son demasiado grandes, la fuerza de atracción entre la partícula y la burbuja será menor que el peso de la partícula y esta caerá. Este proceso se estudió en partículas de cuarzo, al analizar su comportamiento en un medio espumante a tamaños de 15-125 um, donde se obtuvo como resultado que el tamaño ideal bajo las condiciones experimentales es de 38um [25].

El caso de concentración de la caolinita, empleando flotación ha sido analizado previamente por Yoon R. H. et al. [26], utilizando alquiles hidroxamatos como colectores para remover Anatasa.

#### 2.3.3. Separación magnética

Proceso utilizado para concentrar minerales que poseen diferencias en su susceptibilidad magnética, es decir, que responden en forma diferente ante la aplicación de un campo magnético [27].

Los separadores magnéticos de baja intensidad se usan para concentrar minerales ferro-magnéticos tales como la magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), pues presentan alto magnetismo, mientras que los separadores magnéticos de alta intensidad se usan para separar minerales paramagnéticos, es decir que pueden ser ligeramente magnetizados como la pirita [28].

La separación magnética es un proceso importante en el beneficio de las menas de hierro, pero también encuentra considerable aplicación en el procesamiento de minerales no metálicos tales como los que se encuentran en depósitos de arena en las playas [27].

## 2.4 Caracterización de Arcillas

# 2.4.1. Difracción de Rayos X (XRD)

La XRD permite la identificación de estructuras cristalinas mediante la utilización de haz de rayos X, el cual atraviesa el cristal y lo divide en varias direcciones, es decir ocurre una difracción, lo que da como resultado un gráfico con varias intensidades. El gráfico se puede interpretar según la ubicación de la intensidad (pico) de los átomos de los cristales de acuerdo a la Ley de Bragg [29]. Se puede observar un ejemplo de difractograma con sus respectivas intensidades (picos) en la Figura 2.8.



Figura 2.8 Difractograma de una muestra de roca que contiene arcilla.

Fuente: Arias F. et al. [30].

Existen 3 métodos conocidos de difracción:

- Método de Laue
- Método de Rotación
- Método de Polvo

El método de polvo es utilizado en la mayoría de estudios, debido a lo fácil que es aplicarlo. Para la determinación cuantitativa de una estructura se utiliza el método Rietveld que es un método matemático.

#### 2.4.2. Análisis Térmico Gravimétrico (TGA)

El análisis térmico gravimétrico permite observar la pérdida de masa con respecto al incremento de temperatura en un tiempo determinado. Este estudio sirve para entender el comportamiento de la muestra a altas temperaturas, ya que en este punto es posible la apreciación de reacciones endotérmicas o exotérmicas, así como la pérdida de agua y rompimiento de enlaces en la estructura de la muestra.

El equipo está compuesto por dos balanzas en su interior, donde se colocan dos crisoles, un termopar y un horno. El equipo debe tener una entrada de Nitrógeno gaseoso y un ventilador que debe estar conectado a una computadora donde se recibe la información [31].

En la Figura 2.9 se observa un corte transversal del TGA, con el fin de apreciar adecuadamente el ingreso del gas nitrógeno (Gas In), el termopar (Thermocouple) y las 2 balanzas (Reference container y Sample Container).



Figura 2.9 Corte transversal del TGA. Fuente: Musarawa et al.

#### 2.4.3. Espectrofotometría Infrarroja (FT-IR)

El Espectrómetro Infrarrojo de la Transformada de Fourier (*FT-IR* por sus siglas en inglés), puede determinar los grupos funcionales y su porcentaje presente en una muestra desconocida, que puede ser orgánica o inorgánica [32]. Para realizar este análisis, radiación infrarroja incide sobre la muestra y un porcentaje de dicha radiación es absorbida, mientras que el porcentaje restante se transmite a un detector, el cual nos da como resultado una gráfica de transmitancia versus longitud de onda.

La gráfica generada por el equipo, en la mayoría de casos se encuentra en un rango de longitud de onda de 4000-400 cm<sup>-1</sup>, donde el rango de 1000-400 cm<sup>-1</sup> es conocido como huella digital al ser único para cada compuesto. En la Figura 2.10 se puede observar el espectro de una muestra que contiene arcilla.



Figura 2.10 Espectro FTIR, muestra de arcilla.

Fuente: Meza V., Patiño F. [33].

## 2.4.4. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

El SEM permite la visualización de las fases de una muestra a una gran magnificación. Su funcionamiento se basa en la utilización de un haz de electrones en lugar de luz, el cual incide sobre la muestra y ésta retorna una cantidad de electrones con una intensidad determinada que es medida por el detector.

El equipo contiene diversos detectores, que son utilizados en función de la necesidad del investigador. Se pueden mencionar:

el detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secundary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer), el cual permite colectar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis semi-cuantitativos y de distribución de elementos en superficies[34].

En la Figura 2.11 se observa el proceso antes descrito, al igual que los componentes internos del microscopio.



Figura 2.11 Funcionamiento interno del SEM.

Fuente: Página Web, Abidibo.net.

# **CAPÍTULO 3**

# 3. Experimentación

#### 3.1 Caracterización de las muestras de arcilla

De acuerdo a lo estipulado en la carta compromiso establecida entre la empresa INV-Metales y el CIDNA, se procedió a caracterizar las muestras obtenidas de la mina ubicada en el sector de Loma Larga, provincia del Azuay. Esta caracterización se llevó a cabo en los equipos facilitados por el LEMAT-ESPOL (Laboratorio de ensayos metrológicos y de materiales).

Las muestras obtenidas se encontraron en forma de testigo tal como se muestra en las imágenes del Anexo A1, por lo que se requirió molerlas mediante métodos manuales y mecánicos con el fin de obtener 50 gramos de muestra a un tamaño de partícula ≤45 um para poder realizar los análisis de caracterización (Ver Figura 3.1). Para esto se utilizó un tamiz estandarizado bajo norma ASTM, marca Fisher Scientific Company, número 325 equivalente a 45 um (Ver Figura 3.2).





Figura 3.1 Proceso de molienda manual

Figura 3.2 Tamiz #325

Con el fin de comprobar la presencia de materia orgánica en las muestras superficiales (profundidades menores a 50 metros), se realizó un tratamiento con peróxido de hidrógeno ( $H_2O_2$ ) a una muestra que se encontraba a 16 metros de profundidad.

Para esto se pesó 50 gramos de la muestra y se la colocó en un vaso de precipitación con 50 ml de agua destilada. Se agitó para homogeneizar y posteriormente se le agregó dosis sucesivas de 10 ml de peróxido de hidrógeno con la ayuda de pipetas, agitándola con bastón de vidrio para verificar la reacción efervescente.

En vista de que no hubo aparición de burbujas o efervescencia, se descartó la presencia de materia orgánica.

#### 3.1.1. Difracción de rayos X (XRD)

Luego de la molienda especificada en el literal 3.1, se procedió a realizar el análisis de la composición de cada una de las muestras recolectadas, con el fin de determinar los porcentajes de arcilla presentes en cada una.

Para el análisis cualitativo y cuantitativo se empleó un Difractómetro de rayos X marca PANanlytical, modelo X'Pert PRO de Anton Paar mostrado en la Figura 3.3, el cual funciona con un tubo de Cobre (Cu) y un detector X'Celerator. El programa utilizado para el arranque del equipo y la obtención del difractograma fue el X'Pert Collector, mientras que el HighScore Plus se usó para la

identificación cualitativa así como la cuantificación de cada una de las fases.



Figura 3.3. Equipo XRD, PANalytical Fuente:Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Los parámetros utilizados en el Rayo Incidente fueron: filtro de Níquel (Ni), Máscara de 10 mm, Rejilla Fija de 1/32" y "*Soller Slit*" de 0.04 rad. Los parámetros utilizados en el Rayo Difractante fueron: Sin filtro, "*Antiscatter Slit*" de 5.0 mm, y sin "*Soller Slit*". El rango de medición para los ángulos fue de 3º a 70º.
Para la cuantificación se utilizó el Método Rietveld empleando un patrón de Zincita (ZnO), el cual no interfiere con los picos que corresponden a la arcilla. Los métodos matemáticos que se ajustaron a los difractogramas fueron Polinomial y Chebyshev II, con método de error de mínimos cuadrados en automático, tomando quince coeficientes en la refinación.

Se realizó análisis cualitativo y cuantitativo a las muestras de roca total y a la muestra sometida a eliminación de orgánicos para verificar la ausencia de materia orgánica y de carbonatos.

Previo al análisis, las muestras deben estar 8 horas en una estufa a 60° C para prevenir la aparición de agua que pueda interferir con la obtención del difractograma.

Para proceder al análisis se debe pesar 0.6 gramos de muestra en la balanza analítica más el 10% de la masa que corresponde al patrón a utilizar; una vez pesada la muestra con el patrón, se procede a homogeneizar empleando un mortero de ágata, de forma que no se observen puntos blancos correspondientes a la zincita.

A continuación se observan los implementos utilizados para la preparación de la muestra.



Figura 3.4 Implementos utilizados en el análisis XRD.

Finalmente se coloca la mezcla en el porta muestra evitando que se forme grietas en la superficie y se la compacta apropiadamente (Ver Figura 3.5).



Figura 3.5 Preparación de la muestra.

Se corre el programa mencionado en el literal 3.1.1 para la obtener el difractograma y utilizando los patrones almacenados en la biblioteca del programa se procede a identificar las fases presentes en la muestra.

Para determinar el porcentaje correspondiente a cada fase se aplica el método Rietveld, tomando en cuenta que el porcentaje de zincita equivale al 10%. Este dato conocido es cargado al programa para obtener el valor correspondiente a la fase amorfa de la muestra.

# 3.1.2. Análisis Térmico Gravimétrico

Como se mencionó en el capítulo 2, el análisis termogravimétrico nos permite identificar una sustancia mediante su comportamiento al exponerse a un determinado gradiente de temperatura. Para esto, es preciso realizar un análisis del porcentaje de masa que se degrada a las diferentes temperaturas, así como el análisis de la temperatura a la que se descompone el material y su correspondiente punto de fusión.

Para este análisis se empleó un analizador termogravimétrico SDT marca TA, modelo Q600 (Ver Figura 3.6), que permite la medición simultánea de la variación del peso (TGA) y del diferencial de flujo de calor (DSC) en la misma muestra. Emplea como gas de purga Nitrógeno a un flujo de 100 mL/min.



Fig. 3.6 Analizador termogravimétrico Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Lo primero que se requiere es secar la muestra de arcilla previamente molida en un horno a 60°C durante 8 horas, esto con la finalidad de evitar la aparición de agua higroscópica (correspondiente a la humedad del aire) durante la medición.

Posteriormente se pesan 6 mg de muestra y se colocan en un crisol de porcelana de 90uL de capacidad, el cual debe ser limpiado previamente con alcohol y secado en un mechero para evitar humedad.

La muestra se coloca en el equipo y se fija una temperatura máxima de 1200°C con una rampa de 10°C/min. Se eligen estos parámetros ya que la descomposición de las arcillas se produce a alrededor de

los 900°C y posterior a esto se puede observar el reordenamiento de los cristales de la arcilla.



Figura. 3.7 Análisis de muestra en el TGA.

# 3.1.3 Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)

De acuerdo a lo indicado en el capítulo 2, este análisis permite identificar los grupos funcionales presentes en muestras orgánicas e inorgánicas mediante la reflexión de las bandas de dichos grupos en un espectro.

Para esto se utilizó un equipo marca Perkin Elmer modelo Spectrum 100 (Ver Figura 3.8), con una amplitud de onda entre 4000 cm<sup>-1</sup> y 400 cm<sup>-1</sup>.



Figura. 3.8 Espectómetro FT-IR. Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Inicialmente se prepararon pastillas de 0.5 mm de grosor con una composición de 225 mg de bromuro de potasio (KBr) y 4 mg de arcilla; para esto se requirió utilizar un mortero de ágata y así homogeneizar la mezcla. Luego fue preciso someter la mezcla a una presión de 7.5 megapascales durante 15 segundos usando el equipo mostrado en la figura 3.9.



Figura. 3.9 Equipo para obtención de pastillas. Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Es muy importante secar el bromuro de potasio previamente durante 10 minutos a una temperatura de 60°C, con el fin de eliminar la humedad presente en el mismo y evitar que pueda influir en el análisis.

#### 3.1.4 Microscopía electrónica de barrido

Este análisis nos permite identificar de forma más clara la presencia de las diferentes fases en la muestra, ya que cada una se comporta de forma distinta al ser expuestas al haz de luz incidente. Para este propósito se utilizó un equipo marca FEI modelo INSPECT que se muestra a continuación.



Figura. 3.10 Microscopio electrónico de barrido (SEM). Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Los parámetros utilizados fueron el detector de electrones retrodispersados difractados (BSED o *Backscattering*) el cual sirve para distinguir los diferentes compuestos. Bajo este método se utilizó el ocultaje (Spot) de 7.5, HV de 7.0, contraste de un rango de 90-98, brillo con un rango de 63-67 y presión de 38 Pa.

Al igual que los otros procedimientos es importante que las muestras hayan sido secadas en una estufa a 60°C por 8 horas previo al análisis.Con el fin de realizar el análisis, es preciso sujetar un porta muestra o pin y ajustarlo al portapines mostrado a continuación.



Figura. 3.11 Portapines con varios porta muestras. Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

Se coloca un sticker de carbono en la superficie del porta muestra, y mediante una espátula se procede a agregar una mínima cantidad de muestra. Esta es esparcida cuidadosamente para evitar aglomeración y posteriormente se golpea ligeramente los bordes del porta muestra para retirar el exceso.

Antes de colocar la muestra en el microscopio electrónico de barrido (SEM), el equipo es programado para que ventile y se pueda abrir la compuerta. Una vez que se ha ventilado se coloca el porta muestra en el equipo, se programa el equipo para que trabaje en bajo vacío y se eleva el porta muestra para trabajar en el SEM. Se analizaron diferentes ampliaciones con el fin de captar las imágenes más adecuadas, que nos permitan diferenciar las distintas fases presentes en la muestra. Las ampliaciones realizadas en el equipo fueron de 1000X, 2000X, 5000X y finalmente de 10000X.



Figura. 3.12 Procedimiento de microscopía.

# 3.2. Simulación Estructural Química

Para la simulación de la estructura química de la arcilla se utilizó el programa *Material Studio,* utilizando como base los archivos en formato .CIF que se obtuvieron durante el análisis de Difracción de Rayos X. De este archivo fue posible obtener la información referente a la cristalografía de la illita.

En base a los datos obtenidos se construye el cristal, pues conocemos la ubicación espacial de cada átomo. Posteriormente se procede a construir los enlaces en base a la estructura que conocemos.

Es necesario optimizar la geometría del cristal, ya que los ángulos que forman los enlaces no son los reales, sino un esqueleto de lo que constituirá la estructura final. Para esto empleamos dmol3 que es uno de los mejores optimizadores que posee Material Studio.

#### 3.3. Diseño de Planta Piloto

En base a los resultados obtenidos de la caracterización previamente realizada, se decidió utilizar las muestras IQD180S e IQD160I con el fin de diseñar un proceso a escala piloto para mejorar la calidad de la arcilla. Para este caso se buscaron opciones físicas de separación, como alternativa a los procesos convencionales de flotación para la remoción de pirita.

#### 3.3.1 Reducción de tamaño

Con el fin de obtener un tamaño de partícula favorable para la concentración de la fracción arcilla se procedió a reducir el tamaño de las muestras, ya que inicialmente se encontraban en forma de testigos, con apariencia litificada. Se utilizó una trituradora de mandíbulas con una abertura de 15 mm que funciona con un motor de 2HP (Ver Figura 3.13).



Figura. 3.13 Trituradora de mandíbulas. Fuente: Laboratorio de Mineralogía en Facultad de Ingeniería de Ciencias de la Tierra (FICT), ESPOL.

Posteriormente se trasladó el producto de la molienda a un triturador de rodillos (Ver Figura 3.14) por dos ocasiones, con el fin de reducir el tamaño de las partículas lo mejor posible. Dicho equipo está constituido por dos rodillos de acero ubicados en sentido paralelo y cuyo giro es concéntrico.



Figura. 3.14 Trituradora de rodillos. Fuente: Laboratorio de Mineralogía en Facultad de Ingeniería de Ciencias de la Tierra (FICT), ESPOL.

Luego de esto, se tamizó los productos obtenidos, utilizando tamices de 1 y 2 mm de diámetro. Se obtuvo además, parte de la muestra en forma de hojuelas como resultado de la compresión. (Ver Figura 3.15)



Figura. 3.15 Hojuelas procedentes de la trituradora de rodillos.

#### 3.3.2 Proceso de concentración de la arcilla

Luego de tamizar se procedió a realizar un análisis de XRD a las fracciones menores a 1 mm de diámetro y a las hojuelas que se obtuvieron de la trituradora de rodillo con el fin de determinar el contenido de pirita presente en cada una.

Inicialmente se intentó concentrar la arcilla empleando un separador magnético marca CARPCO-LNE, modelo M1H-13111-5, a una velocidad de giro de 35 y corriente magnética máxima, con el fin de aprovechar la naturaleza metálica de la pirita. Sin embargo, no fue posible observar un porcentaje de separación significativo, por lo que se optó por otro método.

Se procedió a realizar una prueba en un clasificador centrífugo marca DENVER de 9 pulgadas de diámetro para visualizar la separación de la pirita. Lo ideal es usar un hidrociclón, ya que la eficiencia en la separación es mejor, pero debido a la falta de disponibilidad de este equipo se utilizó una alternativa similar.



Figura. 3.16 Clasificador centrífugo. Fuente: Laboratorio de Mineralogía en Facultad de Ingeniería de Ciencias de la Tierra (FICT), ESPOL.

Inicialmente se alimentó la fracción menor a 1 mm y se observó la separación de la muestra en dos fases. Teóricamente la parte más densa se depositó en la zona inferior y la parte más ligera en la superior; esto se debe en gran parte al efecto centrífugo generado por el equipo al agitar el agua que se usó como dispersante.

Para alimentar las hojuelas al clasificador (Ver Figura 3.16) se las disolvió y se pasó la muestra por un tamiz de 1 mm. Las partículas

retenidas en el tamiz se colocaron en la estufa y el resto se alimentó al equipo.



Figura. 3.17 Tamizado de hojuelas.

Las secciones más densas y ligeras de ambas muestras fueron sometidas a pruebas de XRD y medición de tamaño de partícula. Para este último análisis se usó un equipo MASTERSIZER 2000 con agua como dispersante. (Ver Figura 3.18)



Figura. 3.18MASTERSIZER 2000. Fuente: Laboratorio de Ensayos Meteorológicos y de Materiales (LEMAT), ESPOL.

#### 3.3.3 Simulación del Proceso

Con los resultados obtenidos en el XRD y MASTERSIZER se procede a la simulación del proceso utilizando el programa *MODSIM Student* con el objetivo de simular las entradas, salidas, funcionamiento y eficiencia del equipo a diseñar.

Lo primero que se requiere es elaborar la curva de partición, que nos permite conocer el tamaño de partícula adecuado para tener una mejor separación. Esta curva es elaborada a partir de la curva de granulometría obtenida con el MASTERSIZER, tomando para la abscisa el promedio de cada rango del tamaño de partícula en micras y para la ordenada, el porcentaje de alimentación de gruesos dividido para el porcentaje de alimentación correspondiente a cada rango.

Posteriormente se calcula los valores de d25, d50 y d75, que corresponden al tamaño de partícula en el cual existe el 25, 50 y 75% de probabilidad de atravesar por el tamiz. Con estos valores se procede a calcular el Índice de corte mediante la ecuación 3.1 y el *Short-circuit underflow* (porcentaje de finos que se va junto a los gruesos) que para nuestro caso será el pasante menor a 10 micras.

Indice de corte = 
$$\frac{d_{25}}{d_{75}}$$

Ecuación 3.1 Cálculo del índice de corte[35].

Los valores obtenidos son ingresados al simulador, fijando la alimentación en 10  $\frac{Ton}{h}$  con un porcentaje de 30% de sólidos. De esta forma se obtienen los valores correspondientes al porcentaje de hierro presente en la pirita que abandona el proceso, así como su flujo másico de salida.

Mediante este simulador es posible modificar los valores de tamaño de corte en los hidrociclones o agregar bancos de hidrociclones con el fin de mejorar la remoción de la pirita.

#### 3.3.4 Dimensionamiento del hidrociclón

Luego de simular el proceso de separación se procedió a calcular el diámetro interno del hidrociclón utilizando la Fórmula de Plitt, que se basa en el modelo propuesto en 1976 [36], el cual se utiliza para hidrociclones de gran tamaño y con una alimentación que tiene gran cantidad de sólidos. El modelo predice la operación del hidrociclón sin datos experimentales adicionales para obtener una amplia gama de condiciones operativas.El diámetro de corte (d50) y el caudal de la pulpa se obtuvieron por medio de la simulación y análisis previos.

$$d50(um) = \frac{14.8 * D^{0.46} * Di^{0.6} * Do^{1.21} * e^{0.063V}}{Du^{0.71} * h * O^{0.45} * (S-L)^{0.5}}$$

Ecuación 3.2 Ecuación de Plitt[36].

Donde:

D: Diámetro del hidrociclón (cm)

Di: Diámetro de alimentación (cm)

Do: Diámetro localizador del vórtice o de rebose (cm)

Du: Diámetro del ápice o de descarga inferior (cm)

V: porcentaje volumétrico de sólidos en la alimentación

h: distancia desde la base del diafragma hasta la descarga del

hidrociclón (cm)

hiv: altura del localizador del vórtice (cm)

Q: caudal de alimentación (m3/h)

S: densidad de los sólidos en la alimentación (g/cm3)

L: densidad del líquido de alimentación (g/cm3)

Para los cálculos se tomó en cuenta la relación de diseño existente entre los diámetros de alimentación, del ápice y del rebose con respecto al diámetro del ciclón. Dichas relaciones se muestran en la Tabla 3.1.

Relaciones	Autores	Relación Escogida
$\frac{D}{7} \le Di \le \frac{D}{6}$	Algunos Autores	$Di = \frac{D}{6.5}$
$\frac{D}{8} \le Do \le \frac{D}{5}$	Algunos Autores	$Do = \frac{D}{6.5}$

Tabla 3.1. Relaciones de diseño del hidrociclón.

$\frac{D}{10} \le Du \le \frac{D}{5}$	Bradley (1988)	$Du = \frac{D}{7.5}$
$0.34 \le \frac{Du}{Do} \le 0.9$	Bustamante (1989)	$\frac{Du}{Do} = 0.87$
$0.33D \le hiv \le 0.4D$	Bradley y Rietma	hiv = 0.37D

Fuente: Aristizábal I. et. al., 1998 [37].

Con estas relaciones se pudo obtener un valor teórico del diámetro del hidrociclón, el cual fue usado para calcular las variables mostradas en la Tabla 3.1 así como la caída de presión en el equipo mediante la Ecuación 3.3 (Ver Anexo A98).

$$Q = \frac{0.021 * P^{0.56} * D^{0.21} D i^{0.53} * h^{0.16} * (Du2 + Do2)^{0.49}}{e^{(0.0031V)}}$$

Ecuación 3.3 Caída de presión en el hidrociclón [36].

Una vez obtenida la caída de presión se debe calcular la capacidad máxima del hidrociclón, la cual está dada por la siguiente ecuación:

Ecuación 3.4 Capacidad máxima del hidrociclón [38].

Donde:

Capc: Capacidad del Hidrociclón (corregida)

Capn: Capacidad nominal del hidrociclón (m<sup>3</sup>/h).

Fcs: Factor de corrección de la concentración de sólido

Fp: Factor de corrección de la caída de presión

Posteriormente, se procedió al cálculo de la capacidad máxima del hidrociclón utilizando la Ecuación 3.4 del literal 3.1. Para esto se utilizaron la Figura 3.19 y 3.20 con el fin de obtener los factores de corrección necesarios para el cálculo.

Con la caída de presión calculada en el literal anterior, se obtiene un valor de Fp (Factor de corrección de la caída de presión) equivalente a 1.95.



Figura 3.19 Gráfica de correlación para la obtención del factor de corrección de la caída de presión.

Fuente: Gupta y D.S. Yan [38]

Para determinar el factor de corrección de la concentración del sólido se realiza una aproximación empleando la Figura 3.20. La concentración volumétrica de sólidos es 13.2%, por lo que al chocar este valor con la curva de tendencia se obtiene un factor de corrección aproximado de 1.12.



Figura 3.20 Gráfica de correlación para la obtención del factor de corrección de la concentración del sólido.

Fuente: A. Gupta y D.S. Yan [38].

Para encontrar la capacidad nominal se utiliza la Figura 3.21 conociendo el diámetro calculado del Hidrociclón. El valor aproximado escogido fue de 1.1 m<sup>3</sup>/min.



Figura 3.21 Gráfica de la capacidad nominal en relación del diámetro del hidrociclón.

Fuente: Gupta A., Yan D.S.[38].

# 3.3.5 Cálculo del número de hidrociclones por batería

Finalmente se calculó el número de hidrociclones presentes en la batería, al dividir la capacidad máxima calculada para el valor de capacidad nominal obtenida de la Figura 3.21, que para el caso del primer hidrociclón es igual a  $1.1 \frac{m^3}{min}$  siendo su equivalencia  $60 \frac{m^3}{h}$ . Los resultados de este procedimiento para cada una de las baterías se observan en las Tablas 4.8 y 4.9.

#### 3.3.6 Costos

# Costo de construcción e instalación

A continuación se realiza un cálculo aproximado de los costos de los hidrociclones de la planta piloto con el fin de estimar lo necesario para su construcción e instalación. Para esto se consideró emplear hidrociclones con revestimiento de caucho o cerámico que fueron los recomendados para el caso [39].

El precio en dólares está dado por la Ecuación 3.5, sin embargo el resultado obtenido es aproximado, ya que esta ecuación es del año 1984.

# Precio=aX<sup>b</sup>

**Ecuación 3.5.** Costo de construcción e instalación [40] Donde:

a: Coeficiente con respecto al revestimiento

b: coeficiente con respecto al revestimiento

X: Diámetro del hidrociclón [pulgadas]

Los coeficientes con respecto al revestimiento están dados en la Tabla 3.2, mientras que el diámetro se deberá calcular empleando el procedimiento del literal 3.3.4.

Tipo de	Rango de	Coeficiente	Coeficiente	
Revestimiento	Diámetro [pulg]	а	b	
Caucho	1 a 13.46	609.5	0.7582	
Caucho	13.46 a 50	106.3	1.430	
Urotano/Corámico	4 a 12	3969	0.2152	
	12 a 24	103.5	1.684	
Fuente: CAPCOSTS [40]				

 Tabla 3.2 Coeficientes a, b respecto al tipo de revestimiento.

Una vez calculado el precio unitario, se lo deberá multiplicar por el número de hidrociclones, determinando el precio total por batería y el total por la planta piloto como se muestra en la Tabla 4.11 y Tabla 4.12.

# Costo energético

Para determinar el costo energético correspondiente a los hidrociclones utilizados, se calculó en primer lugar la energía necesaria para la operación de cada hidrociclón mediante la ecuación:

$$H.P = \frac{\Delta P * Q}{1430}$$

Ecuación 3.6 Consumo energético del hidrociclón[41].

Donde:

△P: Caída de presión [PSI]

Q: Capacidad del Hidrociclón [gal/min]

H.P: Potencia [hp]

Con esto se obtiene el consumo energético de los bancos de hidrociclones presentes en el proceso, que deberán convertirse a kilovatios. Posteriormente se calculó la energía requerida durante el circuito de molienda, para lo cual se emplearon los datos obtenidos directamente de los equipos.

Equipos	Potencia en hp	Potencia en kw
Trituradora de Mandíbula	2	1.49
Trituradora de Rodillos	3	2.24
Molino de Bolas	2	1.49

**Tabla 3.3** Potencia requerida por equipo en el circuito de molienda.

Fuente: Laboratorio de Mineralurgia, ESPOL.

Una vez conocida la potencia requerida para la planta, se procedió a calcular el costo aproximado referente al consumo energético, conociendo que el costo del Kw-h para el sector industrial es \$0.086 dólares [42].

# **CAPÍTULO 4**

# **4.RESULTADOS Y DISCUSIONES**

#### 4.1 Caracterización de las muestras de arcilla

Como se mencionó en el capítulo 3, se realizó la caracterización tecnológica de las arcillas con el fin de determinar sus propiedades. A continuación se presentan los resultados obtenidos en cada fase.

### 4.1.1. Difracción de rayos X (XRD)

Los análisis de XRD fueron realizados en base al procedimiento establecido en el literal 3.1.1. En los Anexos A2 - A39 se pueden observar las gráficas obtenidas correspondientes a cada una de las muestras analizadas, así como los resultados de las cuantificaciones realizadas.

Dichos resultados constituyen parte importante del análisis, ya que permiten tener clara conciencia del material con que se deberá trabajar posteriormente, al diseñar el proceso de enriquecimiento de la arcilla.

En los difractogramas obtenidos se observa claramente la presencia de material arcilloso, así como de cuarzo, pirita y una fase amorfa que no es posible identificar mediante el XRD. Generalmente los amorfos se constituyen de arcilla cuyos cristales no se han formado adecuadamente o que durante la toma de muestras fueron amorfizados por métodos mecánicos al ser sometidos a presiones elevadas.

En base a estos resultados se decidió que del total de 38 muestras recolectadas del proyecto Loma Larga, se procedería a considerar 20 muestras con el mayor porcentaje de arcilla para la realización de todos los análisis de caracterización. A continuación se muestra una tabla descriptiva de las muestras elegidas.

Muestra	Fase encontrada	Porcentaje
IQD 132D	Kaolinite	32.0%
	Pyrophillite	24.6%
	Pyrite	6.8%
	Quartz	35.9%
	Amorfo	0.7%
	Nacrite	40.8%
	Pyrite	6.7%
IQD 152IX	Quartz	47.6%
	Amorfo	4.8%
	Dickite	52.9%
	Pyrite	4.2%
	Quartz	29.4%
	Amorfo	13.4%
	Illite	36.1%
	Nacrite	28.1%
IQD 1371	Pyrite	4.0%
	Quartz	28.9%
	Amorfo	3.0%
	Kaolinite	59.1%
IQD 137K	Quartz	31.1%
	Amorfo	9.9%
	Dickite	78.9%
	Hematite	1.4%
	Illite	2.0%
	Amorfo	17.8%
	Pyrophilllite	71.9%
IQD 148P	Nacrite	9.6%
	Quartz	12.5%
	Amorfo	6.0%
	Nontronite 15A	42.1%
IQD 148S	Quartz	26.7%
	Amorfo	31.2%

 Tabla 4.1 Muestras con mayor contenido de arcilla según XRD.

Muestra	Fase encontrada	Porcentaje
IQD 1601	Illite	67.1%
	Pyrite	6.9%
	Quartz	25.2%
	Amorfo	0.9%
	Pyrophillite	17.9%
	Nacrite	31.4%
IQD 160D	Pyrite	7.0%
	Quartz	27.4%
	Amorfo	16.3%
	Pyrophillite	76.2%
	Pyrite	7.0%
	Quartz	16.1%
	Amorfo	0.6%
	Illite	70.3%
	Pyrite	5.1%
	Quartz	23.9%
	Amorfo	0.7%
	Kaolinite	21.3%
	Pyrophillite	39.2%
IQD TOOK2	Quartz	26.7%
	Amorfo	12.8%
	Albite,Ordered	23.0%
	Nontronite 15A	42.1%
IQD 269S	Anorthite,Ordered	14.1%
	Quartz	22.5%
	Amorfo	36.4%
IQD 2771	Kaolinite	42.3%
	Quartz	33.1%
	Amorfo	24.5%
	Pyrophillite	37.7%
	Nacrite	21.3%
IQD 277P	Quartz	25.7%
	Amorfo	15.3%

Tabla 4.1 Muestras con mayor contenido de arcilla según XRD. (Continuación página).

Muestra	Fase encontrada	Porcentaje
100 0770	Anorthite, Sodian	33.0%
	Nontronite 15A	8.3%
	Quartz	18.5%
	Amorfo	40.3%
	Illite	50.6%
	Pyrite	6.3%
100 3391	Quartz	40.3%
	Amorfo	2.7%
	Kaolinite	29.9%
	Pyrophillite	60.3%
IQD 359P	Quartz	7.5%
	Amorfo	2.4%
IQD 359S	Anorthite, Ordered	28.0%
	Nontronite 15A	12.0%
	Quartz	11.3%
	Amorfo	48.6%

Tabla 4.1 Muestras con mayor contenido de arcilla según XRD. (Continuación página).

En los anexos A40 - A48 se muestran diversos difractogramas agrupados por tipo de arcilla, con el fin de compararlos y tener una mejor apreciación de los picos representativos en cada gráfica. De esta forma se ven las similitudes existentes en los difractogramas dependiendo de las fases que presenten.

Como se puede observar en la Tabla 4.1 se asignó un color distinto a cada tipo de arcilla con el fin de facilitar su comprensión. Las arcillas con mayor presencia en el yacimiento son la pirofilita y la illita, cada una con valores superiores al 50%. En el anexo A49 se puede observar las

variedades de arcillas que se encuentran en el yacimiento, al igual que las diferentes profundidades a las que fueron extraídas.

De las arcillas illita y pirofilita se eligió trabajar con la illita para el diseño del proceso de enriquecimiento, ya que existen estudios previos que la emplean como materia prima para la síntesis de organoarcillas [43].

#### 4.1.2. Análisis Térmico Gravimétrico

Los métodos termo-analíticos empleados en este estudio fueron (TGA) Análisis Termo-gravimétrico y (DSC) Calorimetría de Barrido Diferencial, que constituyen técnicas de caracterización térmicas validadas y ampliamente utilizadas por los investigadores.

Los análisis TGA-DSC de las 20 muestras seleccionadas se pueden apreciar en los anexos A50 - A70. En estos gráficos se observa el comportamiento de las muestras al ser expuestas a calentamiento en una atmósfera inerte (nitrógeno) llegando a temperaturas máximas de 1200°C.

El TGA nos permite observar el porcentaje de pérdida de masa con respecto a las temperaturas, de esta forma se puede determinar la estabilidad térmica de la muestra así como su contenido de agua.

El DSC nos permite calcular la energía necesaria para eliminar el agua al interior de la muestra así como para romper los enlaces -OH presentes

(deshidroxilación). Otro dato importante que podemos obtener a partir de esta curva es la temperatura de descomposición de la estructura cristalina de la arcilla.

Finalmente la curva DTG nos permite identificar los picos máximos de temperatura a los que ocurre la fusión de la muestra analizada.

En cada una de las muestras es apreciable una disminución de la masa al iniciar el calentamiento, esto se debe en gran parte a la naturaleza hidrofílica de la arcilla y a la presencia de agua en la estructura de la misma. A continuación se detalla el contenido de agua en cada una de las muestras, así como el porcentaje de masa que se pierde durante la deshidroxilación.

Código	Contenido de agua (%)	Pérdida por deshidroxilación (%)	Temperatura de descomposición arcilla (°C)
	9.5-120 ℃	120-140 ºC	400-1200°C
IQD 132D	0,6309	8,998	898,02
IQD132K	0,2608	8,91	893,44
IQD 137D	0,406	9,993	893,75
IQD 1371	1,149	6,583	894,62
IQD 137K	0,1779	10,04	892,34

 Tabla 4.2 Resultados de termogravimetría en las muestras analizadas.

IQD 148D	5,818	6,092	892,82
IQD 148P	0,9561	6,073	894,19
IQD 148S	4,069	5,350	892,59
IQD 160I	2,635	5,893	893,81
IQD 160D	0,6470	6,941	894,47
IQD 180P	1,456	5,674	893,33
IQD 180S	4,822	5,177	891,80
IQD 180K2	1,219	6,759	892,85
IQD 269S	2,965	4,596	895,39
IQD 2771	1,463	5,98	892,51
IQD 277P	0,7994	7,434	893,14
IQD 277S	4,487	5,667	897,208
IQD 3591	1,453	4,383	894,16
IQD 359P	0,347	8,007	894,42
IQD 359S	3,974	5,064	892,40

Como se puede apreciar en la Tabla 4.2, la temperatura de descomposición de las arcillas se mantiene en el rango 890 - 898 °C, y el porcentaje de pérdida de masa debido a la deshidroxilación se encuentra entre 4,383% y 9,993%. Se considera que entre 450 y 750 °C se lleva a cabo esta reacción con una importante influencia del tamaño de la muestra, forma y empaque de las partículas microcristalinas [44].

En algunas muestras tales como: IQD 148P, IQD 269S, IQD 277S, IQD 359S se pueden apreciar dos grandes picos correspondientes a la ruptura de los enlaces -OH, así como la pérdida de masa correspondiente a cada fase de la reacción. Esto se debe principalmente a la presencia de dos tipos de arcillas diferentes estructuralmente, lo que desemboca en diferentes propiedades térmicas.

Como se mencionó en el literal 4.1.1, se analizarán de forma detallada las propiedades de las muestras que contienen illita (IQD 160I, IQD 180S, IQD 359I) ya que fueron las seleccionadas para el diseño del proceso de enriquecimiento. Cabe recalcar que no se eligió la muestra IQD 137I pues además de illita, poseía también nacrita entre sus fases, lo que dificulta la separación por medios mecánicos.

En la figura 4.1 perteneciente a IQD 160I se observa una pérdida de masa del 2,635% correspondiente en primera instancia al agua proveniente en gran parte de la humedad atmosférica y, además al agua molecular que se encuentra entre las capas del mineral [45]. Este fenómeno se manifiesta al inicio del calentamiento mediante un pico exotérmico que en este caso está a 35,39°C.

Además, en la curva DSC (azul) de la misma gráfica es posible apreciar claramente un pico endotérmico a 893,81°C, que corresponde a la descomposición de la estructura cristalina de la illita y a una recristalización posterior [45, 46], para esto se requieren 1233 J/g. La deshidroxilación por su parte, se manifiesta con un pico endotérmico a 508,43°C y mediante la curva DTG (roja) se obtiene una temperatura de fusión de 501,44°C.



Figura 4.1 Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 1601.

Para el caso de la muestra IQD 180S se obtuvo una temperatura de fusión de 523,61°C, la pérdida de masa correspondiente a la evaporación del agua higroscópica y molecular es del 5,085%, mientras que la pérdida durante la deshidroxilación es de 5,268%. Finalmente se observa un pico
endotérmico a 891,80°C correspondiente a la descomposición de la estructura cristalina de la arcilla y para lo cual se requiere 590,5 J/g de energía.



Figura 4.2 Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 180S.

Para la muestra IQD 359I se observó que la temperatura de fusión es de 544,82°C, mientras que el porcentaje de agua eliminado en la primera etapa de pérdida de masa es 1,453%. La deshidroxilación reduce la masa de la muestra en un 4,383% y se produce en una etapa, esto es visible en las tres muestras seleccionadas al existir un único pico en la curva DTG a la temperatura de fusión.

Finalmente se observa el pico endotérmico correspondiente a la descomposición de la illita a 894,16°C y para lo cual se requieren 1341 J/g.



Figura 4.3 Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 359I.

El Anexo A71 muestra las 3 muestras que son de interés para la fase de diseño del proceso, éstas poseen Illita, Cuarzo y Pirita en diferentes proporciones másicas. La comparación que se muestra de esta gráfica es referente a la variación de la masa con respecto a la temperatura, mientras que el Anexo A72 establece la comparación referente al análisis DSC.

#### 4.1.3. Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR)

Los espectros obtenidos con el análisis de FT-IR para las 20 muestras seleccionadas se pueden apreciar en los anexos A73- A90. En estos

gráficos se observa los picos representativos de cada muestra que se encuentran en un número de onda determinado.

En la Tabla 4.3 se muestra el análisis realizado a los espectros obtenidos estableciendo un rango del número de onda con el grupo funcional al que pertenecen, tomando como referencia estudios previos sobre caracterización de caolinita [47, 48] y adsorción de tetraciclina en illita [49].

**Tabla 4.3** Interpretación cualitativa de los espectros infrarrojos de 20muestras analizadas.

Rangos de Número de Onda (cm <sup>-1</sup> )	Grupo Funcional	
3690-3600	O-H, Estiramiento	
3480-3420	H-O-H, Estiramiento Agua	
2959-2856	C-H, Estiramiento	
1650-1620	H-O-H, Flexión Agua	
1120-1030	Si-O, Estiramiento	
950-910	O-H deformación (2Al3-)	
840-780	O-H deformación (Al3-,Mg2-)	
700-680	Si-O, Flexión	
545-535	Fe-O, Si-O-AI, Estiramiento	
480-420	Si-O-Si, Flexión	

En la tabla 4.4 se muestra la interpretación de los espectros pertenecientes a las 3 muestras que contienen illita y que serán

analizadas posteriormente en el diseño del proceso. Es posible apreciar claramente los picos que corresponden a cada grupo funcional, tomando como base el estudio de Bhaskar J., et al. [47].

Muestras			
IQD180S	IQD359I	IQD160I	Grupo Funcional/Vibración
L	ongitud de onda	(cm-1)	
3632	3630	3675, 3634	O-H Estiramiento Hidroxilo Libre
3437	3409	3413	H-O-H Estiramiento Agua Absorbida
	2960	2959	C-H Estiramiento
2929	2926	2926	C-H Estiramiento
1869	1874	1874	
1636	1624	1624	H-O-H Flexión Agua
1036	1052	1036	Si-O Estiramiento
798,776,694	797,780,694	798,780,695	Si-O Cuarzo
537	541,518	530,521	Fe-O, Si-O-Al Estiramiento
476	474	474	Si-O-Si Flexión

**Tabla 4.4** Interpretación cualitativa de los espectros infrarrojos de las 3muestras seleccionadas.

De acuerdo al estudio publicado por Po-Hsiang Chang et al.[49] referente a la adsorción de tetraciclina en illita, es posible apreciar el pico representativo del grupo hidroxilo en la arcilla pura a 3600 cm<sup>-1</sup>, lo cual es semejante a los resultados obtenidos para las 3 muestras analizadas, cuyo rango se encuentra entre 3630 y 3634. Existe además un pico a 3675cm<sup>-1</sup>, que se atribuye al estiramiento del grupo hidroxilo perteneciente a la estructura de la arcilla.

Los picos que se encuentran en el rango 3409-3437 cm<sup>-1</sup> y de 1624 -1636 cm<sup>-1</sup> se atribuyen al modo vibracional del grupo hidroxilo, que es observado en la mayoría de silicatos hidratados. El rango de 1624 - 1636 se atribuye a las vibraciones de flexión de las moléculas de agua en la superficie de las muestras analizadas [50, 51].

Entre 518-1052 cm<sup>-1</sup> los principales grupos funcionales encontrados fueron Si-O y Si-O-Al, donde la interferencia del cuarzo generalmente aparece entre 1031-1038 cm<sup>-1</sup>, mientras que sus picos característicos están en el rango de 694-798 cm<sup>-1</sup> según el estudio realizado por Criado M. et al. [52].

La pirita por su parte, tiene un pico característico a 422 cm<sup>-1</sup> de acuerdo a estudios previos [53] y además es posible observar la presencia de compuestos de hierro en las bandas de 535 a 542 cm<sup>-1</sup>. Entre los

números de onda 460 – 470 cm<sup>-1</sup> se encuentran bandas de transmitancia que según el estudio realizado por Panias D. et al. [54], podrían corresponder a la flexión en las moléculas de Cuarzo (SiO<sub>2</sub>).

Se ha comparado los espectros de las muestras analizadas en el anexo A91, las cuales tienen en común la illita, pirita y cuarzo, con el fin de facilitar su observación.

#### 4.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Las fotomicrografías obtenidas mediante el SEM de las 3 muestras seleccionadas para la fase de diseño se pueden apreciar en los anexos A92-A97. En ellas es posible observar la presencia de cuarzo, arcilla y pirita; lo cual reafirma el análisis realizado en el XRD.

El anexo A95 muestra claramente la morfología externa de la pirita, cuya forma es generalmente cúbica y que, al ser sólida y metálica, refleja el haz de electrones emitido por el microscopio y adquiere una tonalidad blanca [55].

El cuarzo por su parte se observa en los anexos A93 y A97, donde es apreciable su superficie plana y su forma prismática característica [56], aunque ligeramente fracturada debido a la partición sufrida durante la molienda. Debido a su composición se observa una diferencia de color en relación a la pirita y la arcilla, tornándose ligeramente gris.

Finalmente, se observa la morfología de la arcilla, que presenta una forma redondeada con hendiduras semejante a una esponja, probablemente debido a la molienda a la que fue sometida, previo al análisis. Su apariencia es más oscura en relación a la pirita y al cuarzo, ya que su superficie no es sólida.

#### 4.2. Simulación Estructural Química

En la Figura 4.4 se presenta la estructura cristalina de la illita encontrada en el yacimiento, la cual fue graficada y optimizada en Material Studio, empleando como base el archivo .CIF obtenido del análisis en XRD. Los átomos no enlazados de color lila corresponden al potasio, los de color amarillo al silicio, los rojos al aluminio y los fucsia al oxígeno.



Figura 4.4 Estructura tridimensional de la illita.

Fuente: Programa Material Studio, por Ortega A, Aviles M.

Al finalizar la optimización utilizando Dmol3 se obtuvo la Tabla 4.5, donde Hartree es una unidad de energía y Angstrom es unidad de longitud. Esta corresponde a los parámetros arrojados por el sistema después del análisis.

Parámetros	Información	
Job Name	Illite	
Task	Geometry Optimization	
Basis	Dnp	
Atom_Rcut	5,600 Angstrom	
Functional	Pwc	
Harris	Off	
Integration Grid	Fine	
Kpoints	illite.kpoints	
Occupation	Fermi	
Pseudopotential	Еср	
Optimization Step	16	
SCF Iteration	12	
SCF Energy	-6265,6539222 Hartree	
SCF Convergence	0,000008	
Total Energy	-6265,6539157 Hartree	
Max Gradient	0,0012343 Hartree/Angstrom	
Max Displacement	0,0019553 Angstrom	
Energy Change	- 0.0000242 Hartree	
Energy Toler	0,0000100 Hartree	
Gradient Toler	0,0020000 Hartree/Angstrom	
Displacement Toler	0,0050000 Angstrom	

Tabla 4.5 Estatus de la optimización Dmol3.

Los resultados de la Optimización de la molécula se muestran en la Tabla 4.6, éstos corresponden a las coordenadas finales de cada átomo que conformala estructura de la illita, en el espacio vectorial. Los valores de cada ubicación se obtuvieron luego de 16 iteraciones.

Átomo	X	Y	Z
Si	1,653608	2,970365	2,625201
0	1,635379	2,738665	1,044366
0	2,898199	2,146906	3,326469
Si	4,257608	7,480365	2,625201
0	4,239379	7,248665	1,044366
0	0,294199	6,656906	3,326469
Si	3,554392	2,970365	-2,625201
0	3,572621	2,738665	-1,044366
0	2,309801	2,146906	-3,326469
Si	0,950392	7,480365	-2,625201
0	0,968621	7,248665	-1,044366
0	4,913801	6,656906	-3,326469
Si	3,554392	6,049635	-2,625201
0	3,572621	6,281335	-1,044366
0	2,309801	6,873094	-3,326469
Si	0,950392	1,539635	-2,625201
0	0,968621	1,771335	-1,044366
0	4,913801	2,363094	-3,326469
Si	1,653608	6,049635	2,625201
0	1,635379	6,281335	1,044366
0	2,898199	6,873094	3,326469
Si	4,257608	1,539635	2,625201
0	4,239379	1,771335	1,044366
0	0,294199	2,363094	3,326469
K	-1,013387	4,510000	4,980957
K	1,590613	0,000000	4,980957
AI	2,604000	1,466079	0,000000
Al	0,000000	5,976079	0,000000
AI	2,604000	7,553921	0,000000

 Tabla 4.6.
 Coordenadas finales de la Simulación Estructural

AI	0,000000	3,043921	0,000000
0	1,817980	4,510000	3,161743
0	4,421980	0,000000	3,161743
0	3,390020	4,510000	-3,161743
0	0,786020	0,000000	-3,161743
0	2,152831	0,000000	0,993477
0	4,756831	4,510000	0,993477
0	3,055169	0,000000	-0,993477
0	0,451169	4,510000	-0,993477

#### 4.3. Simulación del hidrociclón

Una vez realizada la separación en el clasificador, se analizaron en el medidor de tamaño de partícula las fracciones de rebose (material liviano) y de cola obtenidas, con el fin de identificar los datos requeridos a partir de las curvas de granulometría.

Siguiendo el procedimiento establecido en el literal 3.4 del capítulo 3, se obtuvo la siguiente curva de partición, también denominada "curva de eficiencia del hidrociclón", la cual fue relacionada a una función logarítmica y se obtuvo un coeficiente de regresión lineal igual a 0,8979.



Figura 4.5 Curva de eficiencia del hidrociclón.

Posteriormente se corrió el simulador con los parámetros mostrados en el Anexo A98 y se obtuvo los resultados mostrados en la Tabla 4.7. Cabe recalcar que cada hidrociclón mostrado en la gráfica representa una batería o banco de hidrociclones, por lo que se deberá calcular el número de hidrociclones necesario para cada batería.

Tabla 4.7 Volúmenes de las corrientes presentes en la simulación.

Corriente	Volumen de Sólidos (ton/h)	Volumen de Agua (ton/h)	Volumen de pulpa (kg/s)	Caudal de pulpa (m³/s)
Entrada (1)	10	23.34	9.26	0.007468
Batería (3)	1.92	0.32	0.62	0.0002740
Batería(10)	0.05	0.09	0.04	0.00003083
Salida (2)	8.02	18.78	7.45	0.006013

A continuación se presenta una tabla con los resultados obtenidos del simulador. Estos se refieren a los porcentajes másicos de cuarzo, illita y pirita presentes en cada una de las corrientes de la simulación, así como el grado de recuperación de cada una de las fases.

Corriente	Illita (%)	Recuperación de Illita (%)	Pirita (%)	Recuperación de Pirita (%)	Cuarzo (%)	Recuperación de Cuarzo (%)
Entrada (1)	70.66	100	4.07	100	25.27	100
Batería (3)	65.05	17.72	8.48	40.10	26.47	20.16
Batería (10)	67.53	0.52	24.82	0.54	7.62	1.02
Salida (2)	72.03	81.76	2.99	58.87	24.98	79.30

**Tabla 4.8** Porcentajes de recuperación y concentración de las fases en cadacorriente de la simulación.

Los valores obtenidos nos muestran que la cantidad de pirita que aparece en la corriente de salida, equivale al 58.87% de la pirita que ingresó al sistema en la corriente 1, es decir que existe una reducción másica total del 41.13% de este mineral a lo largo del proceso, así como una reducción del 20.77% de la cantidad de cuarzo que ingresó al sistema. La diferencia de porcentajes se reparte en las corrientes de cola que son retiradas del sistema, así como las pérdidas sufridas durante la separación.

Finalmente, en la Tabla 4.9 se muestran los parámetros obtenidos durante la simulación, que serán empleados para el dimensionamiento del equipo.

Variables	Resultado
Caudal de pulpa (Q) (simulador) [m <sup>3</sup> /h]	26.885
d50 (análisis) [um]	34
Porcentaje de Sólidos en la pulpa (V) (simulador) [%V]	13.20
Densidad del Líquido (L) [g/cm <sup>3</sup> ]	1
Densidad del Sólido (S) [g/cm <sup>3</sup> ]	3.52

Tabla 4.9 Variables Importantes de la Simulación.

#### 4.4. Dimensionamiento del hidrociclón

Para el dimensionamiento de los hidrociclones se calcula en primera instancia el diámetro interno del equipo, así como las variables principales detalladas en la Tabla 3.1, utilizando el procedimiento descrito en el literal 3.3.4. En el Anexo A99 se detalla el cálculo para el primer hidrociclón.

En la Figura 4.6 se observa un esquema del hidrociclón, señalando cada una de sus variables de diseño más importantes.



Figura 4.6 Hidrociclón y sus variables de diseño.

Para encontrar la capacidad nominal se utiliza la Figura 3.21 conociendo el diámetro calculado del hidrociclón. El valor aproximado escogido fue de 1.1 m<sup>3</sup>/min.

Una vez conocidos los factores de corrección y de capacidad nominal, se obtuvo una capacidad máxima de  $2.40 \frac{m_3}{min}$  equivalente a  $144.14 \frac{m^3}{h}$ .

Este resultado representa el caudal máximo que soporta la primera batería de hidrociclones del total de 4 obtenidas en la simulación realizada por el programa MODSIM. En la Tabla 4.10 se observan los resultados del dimensionamiento realizado para todas las baterías requeridas en el proceso.

	Parámetros de Diseño
BATERÍA 1 (Corriente 1 Simulador)	Q=26.885 [m <sup>3</sup> /h] d50=34 [um] V=13.2% D=31.46[cm] Di=4.84 [cm] Du=4.20 [cm] hiv=11.64 [cm] h=49.05 [cm] Hco=29.24[cm] Hci= 31.46 [cm] $\Theta$ =25° P=43.38 [Psi] Capc=144.14 [m <sup>3</sup> /h]
BATERÍA 2 (Corriente 6 Simulador)	$\begin{array}{l} Q=7.2792 \ [m^{3}/h] \\ d50=34 \ [um] \\ V=13.06\% \\ D=19.26 \ [cm] \\ Di=2.96 \ [cm] \\ Do=2.96 \ [cm] \\ Du=2.57 \ [cm] \\ hiv=7.126 \ [cm] \\ h=30.026 \ [cm] \\ Hco=17.898 \ [cm] \\ \Theta=25^{\circ} \\ P=21.36 \ [Psi] \\ Capc=33.12 \ [m^{3}/h] \end{array}$
BATERÍA 3 (Corriente 8 Simulador)	Q=2.117 $[m^{3}/h]$ d50=34 [um] V=13.24% D=11.91 [cm] Di=1.832 [cm] Du=1.588 [cm] hiv= 4.407[cm] h=18.57 [cm] Hco= 11.067[cm]

Tabla 4.10 Resultados de los parámetros de diseño de cada Batería.

	Θ=25 <sup>o</sup> P=2.37 [Psi] Capc=9.88 [m <sup>3</sup> /h]
BATERÍA 4 (Corriente 14 Simulador)	$\begin{array}{l} Q=\!20.66 \ [m^{3}/h] \\ d50=\!34 \ [um] \\ V=\!13.26\% \\ D=\!28.366 \ [cm] \\ Di=\!4.364 \ [cm] \\ Do=\!4.364 \ [cm] \\ Du=\!3.782 \ [cm] \\ hiv=\!10.495 \ [cm] \\ h=\!44.222 \ [cm] \\ Hco=\!26.359 \ [cm] \\ \Theta=\!25^{\circ} \\ P=\!38.42 \ [Psi] \\ Capc=\!99.456 \ [m^{3}/h] \end{array}$

Luego de determinar las dimensiones de cada batería, se calculó el número de hidrociclones que se encuentra en cada una de ellas empleando el procedimiento del literal 3.3.5. Las capacidades nominales correspondientes a cada batería, así como el número de hidrociclones se muestran en la Tabla 4.11.

Batería	Capacidad nominal (m3/h)	Número de hidrociclones calculados
1	60	3
2	22.8	2
3	8.4	1
4	48	2

La planta piloto tendrá un total de 8 hidrociclones, repartidos en cuatro baterías.

#### 4.4.1. Cálculo de los Costos

#### Costo de construcción e instalación

A continuación se muestran los precios unitarios del hidrociclón requerido para cada batería, así como el valor total calculado para cada una de ellas mediante el procedimiento del literal 3.3.6

**Tabla 4.12** Precios por Batería y por Hidrociclones con revestimiento<br/>de Caucho.

Batería	Hidrociclones por Batería	Precio por Hidrociclón [USD, dólares]	Precio por Batería [USD, dólares]
1	3	7168.63	21505.89
2	2	6137.89	12275.78
3	1	5154.05	5154.05
4	2	6671.48	13342.96
	TOTAL POR PLA	32878.68	

Tabla 4.13 Precios por Batería y por Hidrociclones con revestimiento Cerámico.

Batería	Hidrociclones por Batería	Precio por Hidrociclón [USD, dólares]	Precio por Batería [USD, dólares]
1	3	4108.03	12324.10
2	2	2831.76	5663.52
3	1	1966.92	1966.92
4	2	3798.46	7596.92
	TOTAL POR PLA	27551.46	

Como se puede observar, los costos para los hidrociclones cuyo revestimiento interior sea de caucho, son mayores en comparación a los de revestimiento cerámico. Esto se debe principalmente a su tiempo de vida útil que supera el año de vida [39], y que además es recomendado en el procesamiento de materiales abrasivos como el cuarzo [39, 57].

#### Costo energético

Con el fin de analizar todos los parámetros necesarios para determinar el costo del proceso, se decidió además considerar el costo energético del funcionamiento de los hidrociclones y del circuito de molienda; para esto se empleó el procedimiento especificado en el literal 3.3.6. A continuación se presentan los resultados de la potencia requerida por los hidrociclones.

Batería	# Hidrociclones	Potencia por hidrociclón[hp]	Potencia por batería [hp]
1	3	8.014	24.041
2	2	1.499	2.999
3	1	0.0037	0.0037
4	2	5.678	11.3559
	38.3996		

Tabla 4.14 Potencia por Batería e Hidrociclón.

Como se menciona en el literal 3.3.6, se calculó además la potencia empleada durante el circuito de molienda, que incluye la trituradora de mandíbulas, la trituradora de rodillos y el molino de bolas. Los resultados de dicho cálculo se obtuvieron en base a la potencia de los motores empleados en cada equipo.

Equipos	Potencia en HP	Potencia en kw
Trituradora de Mandíbula	2	1.49
Trituradora de Rodillos	3	2.24
Molino de Bolas	2	1.49
Hidrociclones	38.39	28.63
Potencia Total de la Planta Piloto	45.39	33.85

 Tabla 4.15
 Potencia de la planta piloto.

En base a la potencia total obtenida y considerando que el precio del kw-h en el sector industrial es de \$0,086 [42]; se determina que el costo en dólares es igual a 2.91t, donde t está en función del tiempo [horas]. Esta ecuación nos permite calcular los costos a cualquier intervalo de tiempo.

En la Figura 4.7 se muestra una gráfica comparativa del costo por consumo energético en relación al tiempo de operación de la planta piloto.



Figura 4.7Costo energético vs Tiempo de operación de la planta piloto.

## **CAPÍTULO 5**

### **5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

#### 5.1. Conclusiones

 El yacimiento Loma Larga posee una extensa variedad de arcillas las cuales son pertenecientes al grupo 1:1 como es el caso de la caolinita, la nacrita, la dickita y al grupo 2:1 como lo es la illita, la nontronita, la pirofilita, la vermiculitay el talco. Además de las arcillas se encontraron feldespatos como albita y anortita, que constituyen el paso previo a la formación de las arcillas del grupo 1:1.

- Las arcillas encontradas en el yacimiento Loma Larga requieren un proceso de molienda previo a la separación, pues se encontraron litificadas debido al tipo de formación presente en el yacimiento.
- 3) Las tres muestras escogidas para el proceso de beneficiamiento contienen illita, pirita y cuarzo, pero en diferentes proporciones, por lo que al mezclarlas se obtiene una composición promedio de cada fase. Esto influye en el resultado, pues a mayor porcentaje de arcilla el resultado es mejor.
- 4) De acuerdo al trabajo realizado, se determinó que el tamaño de partícula ideal para la alimentación al proceso de separación es 34 um. Se comprobó mediante las simulaciones con MODSIM Student, que el porcentaje de remoción de pirita es mayor en relación a la separación obtenida con otros tamaños.
- 5) Existe una reducción porcentual de la pirita de alrededor del 41.13% en relación a la corriente de ingreso, así como una reducción del 20.77% en la cantidad de cuarzo que ingresó al sistema, para lo cual se emplearon 4 bancos de hidrociclones compuestos por un total de 8 equipos. El número de bancos necesarios se determinó mediante el simulador.

- 6) Con respecto al diseño de los hidrociclones se determinó que su revestimiento interno deberá ser de caucho, pues su tiempo de vida útil es prolongado en relación a otros materiales como la cerámica, siendo los dos los recomendados para la industria minera [57].
- 7) Posterior al proceso en el hidrociclón no se incluyó una fase de separación magnética, debido a que el equipo utilizado no trabaja con material cuyo tamaño de partícula sea menor a 500 um.
- 8) Debido a que el porcentaje de remoción de pirita no es muy elevado, y considerando que para la síntesis de organoarcillas se emplea arcilla con alto grado de pureza o un porcentaje reducido de cuarzo [58, 59], se concluye que el proceso no es técnicamente viable para esta aplicación. Sin embargo, esta arcilla puede ser empleada en la industria cerámica.
- 9) En la industria minera se ha comprobado la viabilidad técnica del proceso de flotación y un estudio realizado previamente[60]ha estimado el costo aproximado de una planta piloto para concentración de oro, por lo que es posible realizar una comparación en el ámbito financiero. En base a esto, se puede concluir que el proceso físico empleado es mucho más económico pues se requiere apenas de un 30% del valor necesario en el proceso de flotación para la adquisición del banco de hidrociclones, considerando que se cuenta con los equipos para reducción de tamaño.

10) A pesar de que el costo en la separación por medio físico es menor, no se considera viable técnicamente por los motivos expuestos en el literal 8, lo cual lo invalida para ser utilizado a escala industrial.

#### 5.2. Recomendaciones

Se recomienda que durante el proceso de molienda, se controle adecuadamente el tiempo que la muestra permanezca en el molino de bolas, pues esta variable determinará el tamaño final de la partícula.

Todos los equipos empleados durante la molienda deben ser previamente limpiados con sílice, ya que siendo este material abrasivo, facilita la remoción de contaminantes presentes en los equipos por usos previos.

Se sugiere a la ESPOL la adquisición de un banco de hidrociclones que permita realizar estudios y trabajos de investigación en el área de separación mineral, así como la incorporación de un separador magnético de alta intensidad para muestras de tamaño menor o igual a 75 um y que tengan poca reacción ante el magnetismo.

Se recomienda no moler las muestras en su totalidad, para poder realizar estudios petrológicos previos que permitan observar la distribución de los minerales en la superficie de los testigos. En el caso de la muestra IQD359I, se procedió a molerla

por completo al estar totalmente litificada, lo que impidió separar una fracción de la roca para su estudio y posterior utilización en el proceso de concentración.

Se propone realizar un estudio adicional para el post-tratamiento de estas arcillas, con el fin de remover la pirita en su totalidad. Existen estudios previos que emplean flotación o tratamiento químico con ácido oxálico [61, 62] para este propósito, pero deberá revisarse su efectividad en las arcillas analizadas.

Otra opción es aplicar extracción por magnetismo de alta intensidad, que constituye uno de los procedimientos aplicados regularmente [63].

Como se mencionó anteriormente, este yacimiento posee una gran diversidad de arcillas que fueron determinadas en el proceso de caracterización. Sus aplicaciones industriales son variadas, por lo que sería ideal poder investigar otro tipo de arcillas de este yacimiento, empleando un proceso alternativo de separación de impurezas.

Debido a los estatutos de privacidad de la empresa, no se obtuvo la ubicación exacta de los puntos de sondaje, por lo que se recomienda que para estudios posteriores se elabore un mapa con la ubicación satelital con los puntos de muestreo correspondientes a cada muestra.

# ANEXOS



Anexo A1. Muestras testigo obtenidas del yacimiento Loma Larga



Anexo A2. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 132D.



Anexo A3. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 1321.



Anexo A4. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD132K.



Anexo A5. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 132P.



Anexo A6. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra 132S.



Anexo A7. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD137D.



Anexo A8. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 1371.



Anexo A9. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD137K.



Anexo A10. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 137P



Anexo A11. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD137S.



Anexo A12. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD148D.



Anexo A13. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD148I.



Anexo A14. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 148K.



Anexo A15. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD148P.



Anexo A16. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD148S.



Anexo A17. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD160D.



Anexo A18. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 1601.



Anexo A19. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD160K.


Anexo A20. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD 160S.



Anexo A21. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD180K1.



Anexo A22. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD180K2.



Anexo A23. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD180P.



Anexo A24. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD180S.



Anexo A25. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD269D.



Anexo A26. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD269I



Anexo A27. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD269K.



Anexo A28. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD269P.



Anexo A29. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD269S.



Anexo A30. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD277D.



Anexo A31. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD277I.



Anexo A32. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD277K.



Anexo A33. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD277P.



Anexo A34. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD277S.



Anexo A35. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD359D.



Anexo A36. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD359I.



Anexo A37. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD359K.



Anexo A38. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD359P.



Anexo A39. Análisis de difractometría de rayos X cuantitativo de muestra IQD359S.



Anexo A40. Difractograma comparativo de muestras IQD132D (rojo), IQD359P (verde) e IQD180K2 (azul).



Anexo A41. Difractograma comparando muestras IQD277P (rojo), IQD148P (verde), IQD132P (azul) y IQD160D (gris) las cuales tienen en común nacrita, pirofilita y cuarzo.



**Anexo A42.** Difractograma comparando muestras IQD137K (rojo), IQD148K (verde), IQD277I (azul), IQD160K (gris) y IQD277D (café) las cuales tienen en común caolinita y cuarzo.



Anexo A43. Difractograma comparando muestras IQD137D (rojo), IQD148D (verde) las cuales tienen en común la dickita y el cuarzo.



Anexo A44. Difractograma comparando muestras IQD160I (rojo), IQD 359I (verde) e IQD180S (azul) las cuales tienen en común la illita, cuarzo y pirita.



Anexo A45. Difractograma comparando muestras IQD180K (rojo) e IQD269P (azul) las cuales tienen en común el talco, nacrita, pirita y cuarzo.



Anexo A46. Difractograma comparativo muestras IQD269I (rojo), IQD137S (verde),IQD132S (azul), IQD148S (gris) e IQD160S (café) las cuales tienen en común nontronita y cuarzo.



Anexo A47. Difractograma comparando muestras IQD359D (rojo), IQD269K (verde) e IQD132K (azul), las cuales tienen en común nacrita y cuarzo.



Anexo A48. Difractograma comparando muestras IQD269S (rojo), IQD359S (verde) e IQD277S (azul), las cuales tienen en común nontronita, albita y cuarzo

Arcillas	Muestras que contienen a la arcilla	Rango de profundidad (m)
Caolinita	IQD132D	180 – 180,2
	IQD180K2	125 – 125,2
	IQD359P	130 – 130,2
	IQD137K	33,5 – 33,7
	IQD277I	115 – 115,2
	IQD148K	170 – 170,2
	IQD160K	114,8 – 115,3
	IQD277D	152,25 – 152,45
Pirofilita	IQD132D	180 – 180,2
	IQD180K2	125 – 125,2
	IQD359P	130 – 130,2
	IQD277P	153 – 153,2
	IQD132P	189,3 – 190,1
	IQD148P	31 – 31,2
	IQD160D	164,2 – 164,95
	IQD180P	156,2 – 156,4
Illita	IQD137I	29 – 29,2
	IQD160I	117,5 – 117,7
	IQD180S	66,4 - 66,8
	IQD359I	107,5 – 107,7
Dickita	IQD137D	47,8 - 48,0
	IQD148D	181 – 181,2
Nacrita	IQD359D	115,5 – 115,7
	IQD132K	179,2 – 179,4
	IQD269K	123 – 123,2
	IQD137I	29 – 29,2
	IQD180K	125 – 125,2

Anexo A49. Arcillas presentes en las muestras provenientes del yacimiento Loma Larga.

	IQD269P	144,5 – 144,7
	IQD277P	153 – 153,2
	IQD132P	189,3 – 190,1
	IQD148P	31 – 31,2
	IQD160D	164,2 – 164,95
	IQD277K	151 - 151,2
Nontronita 15A	IQD269I	46,5 - 46,7
	IQD132S	157,5 – 157,75
	IQD277K	151 - 151,2
	IQD269S	33 – 33,2
	IQD277S	45,5 – 45,7
	IQD359S	70 -70,2
	IQD132I	168 – 168,3
	IQD160S	102 - 102,2
	IQD148S	14,8 – 15
	IQD137S	14,8 – 15
Vermiculita	IQD137P	17,2 – 17,4
Albita	IQD269S	33 – 33,2
Anortita	IQD277S	45,5 – 45,7
	IQD359S	70 -70,2
Talco	IQD180K	121,5 – 121,7
	IQD269P	144,5 – 144,7

Fuente: Ortega A., Avilés M.



Anexo A50. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD132D.



Anexo A51. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD132K.



Anexo A52. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137I.



Anexo A53. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137D



Anexo A54. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD137K.



Anexo A55. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148D.



Anexo A56. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148P.



Anexo A57. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD148S.



Anexo A58. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD160I.



Anexo A59. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD160D.



Anexo A60. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180K2.



Anexo A61. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180P.



Anexo A62. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD180S.



Anexo A63. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD269S.



Anexo A64. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD277I.



Anexo A65. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD 277P.



Anexo A66. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD277S.



Anexo A67. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359I.



Anexo A68. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359P.


Anexo A69. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359S.



Anexo A70. Análisis TGA-DSC de la muestra IQD359P.



Anexo A71. Análisis TGA comparativo entre las muestras de illita seleccionadas.



Anexo A72. Análisis DSC comparativo entre las muestras de illita seleccionadas.



Anexo A73. Análisis FT-IR de la muestra IQD132D.



Anexo A74. Análisis FT-IR de la muestra IQD132K.



Anexo A75. Análisis FT-IR de la muestra IQD137I.



Anexo A76. Análisis FT-IR de la muestra IQD137K.



Anexo A77. Análisis FT-IR de la muestra IQD 148D.



Anexo A78. Análisis FT-IR de la muestra IQD148P.



Anexo A79. Análisis FT-IR de la muestra IQD160D.



Anexo A80. Análisis FT-IR de la muestra IQD160I.



Anexo A81. Análisis FT-IR de la muestra IQD180K2.



Anexo A82. Análisis FT-IR de la muestra IQD180P.

![](_page_194_Figure_0.jpeg)

Anexo A83. Análisis FT-IR de la muestra IQD180S.

![](_page_195_Figure_0.jpeg)

Anexo A84. Análisis FT-IR de la muestra IQD269S.

![](_page_196_Figure_0.jpeg)

Anexo A85. Análisis FT-IR de la muestra IQD 2771.

![](_page_197_Figure_0.jpeg)

Anexo A86. Análisis FT-IR de la muestra IQD277P.

![](_page_198_Figure_0.jpeg)

Anexo A87. Análisis FT-IR de la muestra IQD277S.

![](_page_199_Figure_0.jpeg)

Anexo A88. Análisis FT-IR de la muestra IQD359I.

![](_page_200_Figure_0.jpeg)

Anexo A89. Análisis FT-IR de la muestra IQD359P.

![](_page_201_Figure_0.jpeg)

Anexo A90. Análisis FT-IR de la muestra IQD359S.

![](_page_202_Figure_0.jpeg)

Anexo A91. Espectro comparativo de muestras IQD180S (azul), IQD359I (negro) e IQD160I (rojo).

![](_page_203_Picture_0.jpeg)

Anexo A92. SEM de muestra IQD160I con un aumento de 5000X, donde se observa la Illita y el Cuarzo.

![](_page_203_Picture_2.jpeg)

Anexo A93. SEM de muestra IQD160I con un aumento de 10000X, donde se observa la Illita y el Cuarzo.

![](_page_204_Picture_0.jpeg)

Anexo A94. SEM de muestra IQD180S con un aumento de 5000X, donde se observa la Illita, el Cuarzo y la Pirita.

![](_page_204_Picture_2.jpeg)

Anexo A95. SEM de la muestra IQD180S con un aumento de 10000X, donde se observa la Illita, la Pirita y Cuarzo.

![](_page_205_Picture_0.jpeg)

Anexo A96. SEM de la muestra IQD359I con un aumento de 5000X la cual muestra la Illita y el Cuarzo.

![](_page_205_Figure_2.jpeg)

Anexo A97. SEM de la muestra IQD359I con un aumento de 10000X la cual muestra la arcilla disgregada y el Cuarzo.

![](_page_206_Figure_0.jpeg)

Anexo A98. Simulación de la Planta Piloto utilizando el Programa MODSIM Student.

## ANEXO A99. Cálculos para el diseño del primer hidrociclón

## Cálculo del Diámetro del Hidrociclón

Utilizando la ecuación de Plitt descrita en el literal 3.3.4, se procede a reemplazar las variables conocidas, así como las relaciones seleccionadas de la Tabla 3.1:

$$34(um) = \frac{14.8 * D^{0.46} * \frac{D}{6.5}^{0.6} * \frac{D}{6.5}^{1.21} * e^{(0.0631)(13.2)}}{\frac{D}{7.5}^{0.71} * h^{0.38} * (26.885)^{0.45} [3.52 - 1]^{0.5}}$$

Se despeja la Variable D en la ecuación.

$$D^{1.56} = 49.447 * h^{0.38}$$

La variable h corresponde a la distancia desde la base del diafragma hasta la descarga del hidrociclón, por lo que se debe establecer una relación de alturas para realizar el cálculo correspondiente. Se conoce también que la altura total del Rebose (Livianos) hidrociclón Ht es igual a la altura del cilindro (Hci) más la altura

del cono truncado (Hco).

![](_page_207_Figure_8.jpeg)

Ht = Hci + Hco

Sabemos además que Hci es igual al Diámetro del hidrociclón (D) y conocemos la relación para hiv.

Ápice (Gruesos)

hiv = 0.37D

Hidrociclón y sus variables de diseño.

Para el área cónica procedemos a emplear el gráfico mostrado a continuación, del cual obtenemos las variables necesarias para determinar la relación de Hco.

![](_page_208_Figure_4.jpeg)

Área cónica del Hidrociclón y sus variables de diseño.

Empleando trigonometría y asumiendo un ángulo ( $\Theta$ ) de 25° podemos determinar las siguientes relaciones para Hco.

tg  $25^{\underline{o}} = \frac{\frac{D_{\underline{D}}\underline{D}\underline{u}}{2}}{Hco}$  luego despejando Hco,

Hco =  $\frac{\frac{D}{2} - \frac{D}{15}}{tg25^{\circ}}$  resolviendo el numerador tenemos que,

 $Hco = \frac{13D}{30 * tg25^{\circ}}$ 

 $Ht = D + \frac{13D}{30 * tg25^{\circ}}$ 

Se conoce de la Figura 4.8 que:

Ht = h + hiv, por lo que reemplazando la relación de Ht y de hiv tenemos:

$$D + \frac{13D}{30 * tg25^{\circ}} = h + 0.37Dy$$
 finalmente despejando h obtenemos

$$h = 1.559D$$

Regresando a la Ecuación de Plitt, reemplazamos la variable h por la relación que acabamos de encontrar y calculamos D, que corresponde al diámetro del primer hidrociclón.

$$D^{1.56} = 49.447 * (1.559D)^{0.38}$$

$$D = 31.46 \, cm$$

Finalmente, procedemos a calcular las otras variables de diseño, reemplazando el valor de D en las relaciones escogidas de la Tabla 3.1.

## Cálculo de Caída de Presión

Una vez encontrado el diámetro del primer hidrociclón, queda todavía por encontrar la caída de presión de éste, utilizando la siguiente ecuación de Plitt para la Capacidad.

$$Q = \frac{0.021 * P^{0.56} * D^{0.21} * Di^{0.53} * h^{0.16} * (Du^2 + Do^2)^{0.49}}{e^{0.0031V}}$$

Reemplazando los resultados obtenidos en el punto anterior, se tiene:

 $26.885 = \frac{0.021 * P^{0.56} * 31.46^{0.21} * 4.84^{0.53} * 49.05^{0.16} * (4.20^2 + 4.84^2)^{0.49}}{e^{0.0031(13.20)}}$ 

Reduciendo las variables se encuentra variable P, que corresponde a la caída de presión:

 $P^{0.56} = 24.35$ 

P = 299.1 KPa

$$P = 43.38 PSI$$

## **BIBLIOGRAFÍA**

- [1] Diario El Mercurio, "Arrancó exploración avanzada en Quimsacocha", 04 de mayo 2013, disponible en: http://www.elmercurio.com.ec/379360-arrancoexploracion-avanzada-en-quimsacocha/#.VQyIC45wv5\_
- [2] INV Metals, "Proyecto Loma Larga", 2014.
- [3] James O. O., et al., Beneficiation and characterisation of a bentonite from North-Eastern Nigeria, Journal of the North Carolina Academy of Science, 124(4), 2008, pp. 154–158.
- [4] Jovanović M., Mujkanović A., Characterization, beneficiation and utilization of the clay from Central Bosnia, B&H, 17th International Research/Expert Conference "Trends in the Development of Machinery and Associated Technology", 2013.
- [5] Faghihi, K., Ashouri, M., Feyzi, A., Synthesis and characterization of new polyimide/organoclay nanocomposites containing benzophenone moieties in the main chain, Journal of the Mexican Chemical Society, 57(2), 2013, 133-136.
- [6] Marabini A. M., Rinelli G., AIME Preprint No. 82-50, presented at the SME-AIME Annual Meeting, Dallas, Texas, 1982.
- [7] Yoon, R.-H. & Hilderbrand, T., U.S. Patent (1985).
- [8] Centro de Estudios Latinoamericanos CELSA, Comparativa de estadísticas ambientales, de energía y minería, 2008.
- [9] Sandoval F., Minería, minerales y desarrollo sustentable en Ecuador, disponible en: http://pubs.iied.org/pdfs/G00583.pdf
- [10] Banco Central del Ecuador, disponible en: http://www.portal.bce.fin.ec/vto\_bueno/comercio/consultaTotXNandinaConGrafic o.jsp
- [11] "INV Metals camina hacia la explotación en Loma Larga", Diario El Mercurio, disponible en: http://www.elmercurio.com.ec/397932-loma-larga-seemrumba-a-la-explotacion/#.VAEzmfl5OAV
- [12] Apolo A., "Optimización de una metodología para modificar a nivel nanomolecular las propiedades de las arcillas tipo montmorillonita", ESPOL, 2009.
- [13] Dominguez J., Schifter I., *"Las arcillas: el barro noble"*, disponible en: http://www.calidoscopio.com/calidoscopio/ecologia/quimica/arcillas.pdf, 1995.
- [14] Besoain, E., *Mineralogía de arcillas de suelos* (No. 60). Bib. Orton IICA/CATIE, 1985, 270.

- [15] Bergaya F., Lagaly G., Handbook of Clay Science, Second Edition, ELSEVIER, 2013, pág. 22.
- [16] Constructora Industrial y Minas, *Minerales Caolín*, disponible en: http://constructoraindustrialyminas.com/blog/minerales-caolin/, 2012.
- [17] Bergaya F., Lagaly G., *Handbook of Clay Science*, ELSEVIER, 2013, pág. 37 44.
- [18] Rieder, M., *Nomenclature of the micas*. Clays, Clay Miner. 46, 1998, pág. 586–595.
- [19] García E., Suárez M., Las arcillas: propiedades y usos, Propiedades Físico-químicas, disponible en: http://www.uclm.es/users/higueras/yymm/arcillas.htm#propfq
- [20] Cortés J., Guillén A., Procesos de extracción y concentración de minerales, Segunda unidad del curso de Química iii. Industria Minero-Metalúrgica, 2010, pág. 4.
- [21] Costa J. et. al, Curso de Ingeniería Química: Introducción a los Procesos, las Operaciones Unitarias y los Fenómenos de Transporte, Editorial REVERTÉ, 1991, pág. 83
- [22] Hidrociclones Hidrovortex, Advanced Mineral Processing S.L, disponible en: http://www.ampmineral.com/equipos/hidrociclones.php
- [23] Palomino A., Ramos O., Evaluación en la recuperación del oro y plata a partir de minerales sulfurados en una matriz de cuarzo, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, 2008, pág. 47-54.
- [24] Wills, B. A., *Wills' mineral processing technology: an introduction to the practical aspects of ore treatment and mineral recovery*, Butterworth-Heinemann, 2011.
- [25] Crawford R., Ralston J., The influence of particle size and contact angle in mineral flotation, International Journal of Mineral Processing, 1988, 23(1), 1-24.
- [26] Yoon R. H., Nagaraj, D. R., Wang, S. S., & Hildebrand, T. M., *Benefication of kaolin clay by froth flotation using hydroxamate collectors,* Minerals Engineering, 1992, *5*(3), 457-467.
- [27] Separación magnética, Universidad de Antioquia, Facultad de Ingeniería, disponible en: http://ingenieria.udea.edu.co/cim2005/mineralurgia/separacion.pdf
- [28] Servicio Geológico Mexicano, Propiedades Físicas, Museo Virtual, disponible en: http://portalweb.sgm.gob.mx/museo/es/minerales/propiedadesfisicas

- [29] Tavizón J., Difracción de rayos X, 2013, disponible en: http://www.slideshare.net/atavizon/difraccin-de-rayos-x-24357216
- [30] Arias F. et. al, Mineralogía de la fracción arcilla de algunos suelos cultivados con banano en las llanuras aluviales del Caribe de Costa Rica, Agron. Costarricense vol.34 n.2 San Pedro de Montes de Oca, Dec. 2010.
- [31] Universidad de Sonora, Tesis de grado, Capítulo 2, disponible en: http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/11736/Capitulo2.pdf
- [32] Thermo Nicolet Corporation, *Introduction to Fourier Transform Infrared* Spectrometry, disponible en: http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf
- [33] Meza V., Patiño F., Influencia de la succión matricial en el cambio de volumen de un suelo proveniente de un depósito aluvial del Valle de Aburrá, Rev.fac.ing.univ. Antioquia no.64, Medellín, 2012.
- [34] Pineda N., *Microscopía electrónica de barrido*, Centro de investigación en materiales avanzados S.C, disponible en: http://mty.cimav.edu.mx/sem/
- [35] Mineral Technologies International Inc., MODSIM<sup>™</sup> Student Database v.3.6, Mineral Processing Simulation Software.
- [36] Plitt, L. R., A mathematical model of the hydrocyclone classifier, CIM bulletin, 69(776), 114-123, 1976.
- [37] Aristizábal I., et al., Parámetros de diseño de un hidrociclón para clasificar café pergamino, Rev.Fac.Nal.Agr.Medellín Vol.51 No.1, 1998, pág.191-215.
- [38] Yan, D., Gupta, A., *Mineral processing design and operation: an introduction*. Elsevier, 2006, pág. 388-390.
- [39] Cuevas J., Torres F., Informe final: Diseño Hidrociclón, Universidad de Chile, pág. 28-29, Julio del 2010 disponible en: https://www.ucursos.cl/ingenieria/2010/2/ME56B/1/material\_docente/bajar?id\_material=31041 3):
- [40] Mular, A. L., Poulin, R., CAPCOSTS: a handbook for estimating mining and mineral processing equipment costs and capital expenditures and aiding mineral project evaluations (Vol. 47). Canadian Mineral Processors Division of Canadian Institute of Mining, Metallurgy, and Petroleum, 1998, pág. 154.
- [41] Bradley D., *The Hydrocyclone: International Series of Monographs in Chemical Engineering*, Elsevier, 2013, pág. 52.
- [42] Revista Líderes, *El aumento de la tarifa eléctrica sorprende a la industria*, 2013, disponible en: http://www.revistalideres.ec/lideres/aumento-tarifa-electrica-sorprende-industria.html.

- [43] Chartier, D. M., Systems, methods, and compositions for the inhibition of corrosion of metallic surfaces, 2009, U.S. Patent Application 12/492,695.
- [44] Newman, A.C.D., *Chemistry of clay and clay minerals,* Mineralogical Society, Monograph No. 6, 1987, pág. 324.
- [45] Newman, A.C.D., *Chemistry of clay and clay minerals,* Mineralogical Society, Monograph No. 6, 1987, pág. 320.
- [46] Escalera E. et al., Thermal treatment and phase formation in kaolinite and illite based clays from tropical regions of Bolivia, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 31, 2012, 012017.
- [47] Djomgoue P., Njopwouo D., FT-IR Spectroscopy Applied for Surface Clays Characterization, Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology, 2013, 3, 275-282.
- [48] Bhaskar J., et al., Fourier Transform Infrared Spectroscopic Characterization of Kaolinite from Assam and Meghalaya, Northeastern India, J. Mod. Phys., 2010, 1, 206-210.
- [49] Po-Hsiang Chang, et al., Adsorption of tetracycline on 2:1 layered nonswelling clay mineral illite, Applied Clay Science 67-68, 2012, 158-153.
- [50] Post J., Borer L., Physical properties of selected illites, beidellites and mixed-layer illite-beidellites from southwestern Idaho and their infrared spectra, Elsevier, Applied Clay Science 22, 2002, 77–91.
- [51] Kakali G., Tsivilis S., *Thermal treatment of kaolin: the effect of mineralogy* on the pozzolanic activity, Applied Clay Science, Vol. 20, 2001, 73-80.
- [52] Criado M. et al., Alkali activation of fly ash: Effect of the SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O ratio: Part I: FTIR study, Microporous and Mesoporous Materials, Volume 106, Issues 1–3, 2007, Pages 180–191.
- [53] Dunn J.G. et al., A Fourier Transform Infrared Study of the oxidation of pyrite. The influences of experimental variables, Elsevier, Thermochimica Acta, 215, 247-254.
- [54] Panias D. et al., Colloids Surf. A: Physicochem. Eng. Aspects, 301, 2007, 246–254.
- [55] Welton J., SEM Petrology Atlas, The American Association of Petroleum Geologists, 2003, pág. 187.
- [56] Welton J., SEM Petrology Atlas, The American Association of Petroleum Geologists, 2003, pág. 12.

- [57] Weir Minerals, Rubber Line Hydrocyclones, CAVEX, disponible en: http://es.weirminerals.com/products\_services/hydrocyclones/classifying\_hydrocyclones/cavex\_cvx\_rubber\_lined\_hydrocy.aspx.
- [58] Faghihi, K., Ashouri, M., Feyzi, A., Synthesis and characterization of new polyimide/organoclay nanocomposites containing benzophenone moieties in the main chain. Journal of the Mexican Chemical Society, 57(2), 2013, 133-136.
- [59] Cáceres L., Estudio del efecto floculante de organoarcillas bentoníticas en dispersiones aceite de palma/agua, 2011, 64-65.
- [60] Ministry of natural resources and the environment of Guyana, Froth flotation and the recovery of minus fifty micro gold particles, disponible: http://www.nre.gov.gy/PDF/10th%20National%20Mining%20and%20Quarrying% 20Conference/Day%201%20-%20Presentations/Froth%20Flotation%20and%20the%20Recovery%20of%20Mi nus%20Fifty%20Micron%20Gold%20Particles.pdf
- [61] Siva Shankar N. et al., *Removal of iron impurities of clay minerals using Aspergillus Niger*, International Journal of Engineering Research & Technology, Vol. 1, Issue 10, December 2012.
- [62] Saikia N.J. et al., Characterization, beneficiation and utilization of a kaolinite clay from Assam, India, Applied Clay Science 24, 2003, 93 103.
- [63] Shin-ichi SUMI et al, Pyrite removal from several clays by high gradient magnetic separation method. 浮選, 32(4), 1985, 163-169.