

**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN**

Facultad de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

**Profesor Patrocinante**

Dr. Fernando Betancourt

**Profesor Co-Patrocinante**

Dra. Gladys Vidal

**“ESTUDIO DEL EFECTO DE LA ARCILLA CAOLINITA EN LA VELOCIDAD DE  
SEDIMENTACIÓN Y YIELD STRESS EMPLEANDO FLOCULANTE ANIONICO Y  
CATIONICO EN PULPAS DE CUARZO”**

**JULIÁN MATIAS RAVANAL RAVANAL**

Informe de Memoria de Título

Para optar al Título de

Ingeniero Civil Metalúrgico

Marzo 2017

*"Por el desarrollo libre del espíritu"*

## Resumen

El presente informe de memoria de título, tiene por objetivo estudiar el efecto de la caolinita en la velocidad de sedimentación, y *yield stress* empleando floculantes aniónico, y catiónico en pulpas de cuarzo.

La explotación de los yacimientos mineros en Chile, cada vez más profundos y con menores leyes de cobre han traído consigo mineralogías más complejas y con mayores contenidos de arcillas en especial de caolinita, la que genera una serie de problemas en las etapas de procesamiento de minerales; en el caso particular de espesamiento y transporte de pulpas se ha observado una disminución en la velocidad de sedimentación y un aumento en el *yield stress*. Por otro lado, el correcto y eficiente uso de los floculantes en la industria minera tiene un efecto directo en la recuperación de agua en las etapas de separación sólido / líquido.

Empleando el equipo sedirack se midieron velocidades de sedimentación de pulpas de cuarzo al 28 %w/w, a las cuales se les añadió caolinita en porcentajes desde 0, 0.5, 1, 1.5 y 2 %w/w, y se evaluó el efecto del pH a valores de 9 y 11; Además, se evaluó el tipo de floculante: Rheomax DR 1050 (Aniónico) en dosis de 15, 25 y 35 g/t, y SNF 4096 (Catiónico) en dosis de 60, 100 y 130 g/t. Finalmente, se midió el *yield stress* para observar el efecto de las variables estudiadas.

Adicionalmente, se trabajó en conjunto con el Departamento de Ingeniería Ambiental y Grupo de Ingeniería y Biotecnología Ambiental GIBA, donde se analizó la calidad del agua en términos de: turbidez, sólidos totales y carbono total.

Los resultados obtenidos con el floculante Rheomax DR 1050 indican un aumento de la velocidad de sedimentación a pH 11 comparados con las pruebas realizadas a pH 9. Se observó que la velocidad de sedimentación no varió significativamente con los contenidos de caolinita ensayados. Por otra parte, la turbidez para todos los casos es mayor cuando se trabajó a pH 11 que a pH 9. Con respecto a las medidas de *yield stress*, no presentó cambios significativos para la variación de contenidos de caolinita. La relación entre el porcentaje de sólidos del sedimento y el *yield stress* para cada contenido de caolinita, resultó en una clara tendencia a segregarse en dos zonas, la primera de valores de *yield stress* entre 45 y 65 Pa y porcentajes de sólidos entre 59 y

60.5 %w/w para pH 9, y la segunda a valores de *yield stress* entre 25 y 40 Pa y porcentajes de sólidos entre 60.5 y 62 %w/w para pH 11.

Los resultados obtenidos con el floculante SNF 4096 indican una disminución de la velocidad de sedimentación a medida que se aumentó el contenido de caolinita para los dos valores de pH. Para pH 11, a medida que se incrementó la dosis de 100 a 130 g/t de floculante se vio un aumento del 60% en la velocidad de sedimentación. Por otra parte, la turbidez mantuvo valores por debajo de 1350 NTU para todos los casos ensayados a excepción de la prueba realizada a pH 11 y 60 g/t de floculante que estuvo cercano a los 3300 NTU; también destaca que el total de pruebas realizadas a valores de pH 9, mantuvieron una turbidez menor a 70 NTU. Con respecto a las medidas de *yield stress*, éstas se encuentran en rangos de 10 y 22 Pa para pH 9, mientras que para pH 11 entre 11 y 15 Pa; respecto del contenido de caolinita no se presentó cambios significativos en el mismo. Para los resultados del análisis del carbono total se observó un máximo en la eficiencia de adsorción de carbono en el sedimento siendo de un 67% en las pruebas realizadas a pH 9 y 130 g/t de floculante. También se evidenció que a valores de pH 11 la eficiencia de adsorción de carbono disminuyó en un 50% respecto de las pruebas realizadas a valores de pH 9.

De los resultados obtenidos se observa que la variable que tiene mayor efecto tanto en la velocidad de sedimentación, como en los valores de *yield stress* es el pH, esto se explica por la fisicoquímica de superficie a través del potencial zeta, que indica que para el cuarzo a medida que se incrementa el pH, adquiere un valor más negativo de potencial zeta, es decir, una carga eléctrica superficial de las partículas más negativa, lo cual se traduce en sistemas más dispersos.

Comparando los floculantes utilizados, se observó que los resultados de *yield stress*, turbidez, velocidad de sedimentación y porcentaje de sólidos del sedimento, fueron menores empleando el floculante SNF 4096. Así también, el floculante catiónico evidenció un efecto positivo en los valores de *yield stress* y turbidez, incidiendo directamente en el transporte del sedimento del *underflow* del espesador y en la calidad del agua clara recuperada; y un efecto negativo por la baja velocidad de sedimentación y bajos porcentajes de sólidos del sedimento, incrementando los tiempos de residencia en el espesador, perdiendo capacidad de tratamiento y disminuyendo la recuperación de agua.

## Índice

Nomenclatura y Abreviaturas.....	9
Capítulo1: Introducción.....	10
1.1    Introducción General.....	10
1.2    Hipótesis de Trabajo.....	11
1.3    Objetivos .....	11
1.3.1 Objetivo general .....	11
1.3.2 Objetivos específicos .....	11
Capitulo2: Fundamento Teórico.....	12
2.1    Espesamiento.....	12
2.2    Sedimentación Batch.....	13
2.3    Ecuaciones que gobiernan el proceso de espesamiento .....	14
2.3.1 Medición de los parámetros de espesamiento.....	15
2.3.2 Variables de proceso en espesamiento continuo. ....	15
2.4    Floculación.....	16
2.4.1 Tipo de floculantes .....	22
2.5    Reología .....	23
2.5.1 Esfuerzo de Cedencia (Yield stress) .....	25
2.5.1 Medición de Yield Stress.....	26
2.5.2 Efecto de la concentración de sólidos en las pulpas.....	28
2.6    Caolinita .....	28
2.7    Cuarzo .....	30
Capítulo 3: Desarrollo experimental.....	32
3.1    Objetivos .....	32
3.2    Diseño experimental .....	32
3.3    Muestras y reactivos .....	32
3.4    Equipos y procedimiento.....	34
3.4.1 Pruebas de sedimentación .....	34
3.4.2 Pruebas de Determinación Yield Stress.....	36
3.4.3 Prueba de turbidez. ....	37
3.4.4 Medición de sólidos totales .....	38

3.4.5	Gravimetría .....	38
3.4.6	Carbono orgánico total (TOC).....	39
Capítulo 4: Resultados y discusiones. ....		41
4.1	Resultados para las pruebas con floculante Rheomax DR 1050. ....	41
4.2	Resultados para las pruebas con floculante SNF 4096.....	47
Capítulo 5: Conclusiones .....		59
Recomendaciones .....		62
Bibliografía.....		63
Anexos .....		65
Anexo 1: Ejemplo de cálculo para la determinación de la velocidad de sedimentación.....		65
Anexo 2: Resultados de potencial zeta, mediante ZetaCompact Z9000.....		67
Anexo 3: Ejemplo de cálculo de yield stress mediante vane test.....		68
Anexo 4: Detalle de procedimiento de laboratorio.....		69
Anexo 5: Equipos e insumos de laboratorio.....		71
Anexo 6: Ejemplo de cálculo de turbidez. ....		72
Anexo 7: Aportes de carbono al sistema.....		72

## Índice de Figuras

Figura 1:	Concepto físico de la sedimentación y consolidación.....	12
Figura 2:	Sedimentación batch, en el tiempo. ....	14
Figura 3:	Representación gráfica de una curva de sedimentación típica.....	14
Figura 4:	Tipo de floculantes derivados de poliacrilamida. ....	17
Figura 5:	Esquema de la interacción entre dos partículas sólidas en presencia de floculantes poliméricos.....	18
Figura 6:	Esquema formación floculo (partícula-polímero). ....	18
Figura 7:	Esquema formación macro flóculo (flóculo-flóculo).....	18
Figura 8:	Doble capa de una partícula coloidal. ....	19
Figura 9:	Doble capa de una partícula coloidal. ....	20
Figura 10:	Floculación por puente de hidrógeno, de floculación óptima a floculación no óptima por exceso de floculante.....	21
Figura 11:	Gradiente de velocidad de un fluido en movimiento.....	23
Figura 12:	Fluidos newtonianos y no newtonianos. ....	24
Figura 13:	Viscosidad para fluidos newtonianos y no newtonianos. ....	24
Figura 14:	Esquemización diagrama: (a) las paletas, (b) el aparato de paletas: (A) Paletas, (B) motor, (C) Cabeza de torsión, (D) Consola de instrumento, (E) grabador. ....	26

Figura 15: Respuesta típica de una curva torque- tiempo obtenida con el método de las paletas. ....	27
Figura 16: Efecto de la fracción volumétrica de sólido sobre la viscosidad aparente para suspensiones de Dióxido de Titanio. ....	28
Figura 17: Esfuerzos de corte para varias concentraciones de sólidos $C_m$ para suspensiones de caliza. ....	28
Figura 18: Diagrama esquemático de la estructura de Caolinita. Fuente: Lambe, 1953. ....	29
Figura 19: Estructura cristalina de la caolinita. ....	29
Figura 20: Estimación potencial zeta de cara y borde de caolinita. ....	30
Figura 21: Potencial zeta de arcillas minerales en función del pH con concentraciones de $1 \times 10^{-2}$ y $1 \times 10^{-4}$ mol/L NaCl. ....	30
Figura 22: Variación del potencial zeta del cuarzo, en función del pH. ....	31
Figura 23: Análisis granulométrico cuarzo. ....	33
Figura 24: Análisis granulométrico caolinita. ....	33
Figura 25: Esquema Seditrack montado. ....	35
Figura 26: Esquema tubo desmontable. ....	36
Figura 27: Reómetro RT V550 Hakke. ....	37
Figura 28: Paletas FL-1000, FL-100 y FL-11 de izquierda a derecha. ....	37
Figura 29: TurbiQuant 1100 IR. ....	38
Figura 30: Equipo empleado para la medición de carbono orgánico total (TOC-L), Shimadzu. ....	40
Figura 31: Velocidad de Sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH. ....	42
Figura 32: Variación de la turbidez con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w. ....	43
Figura 33: Variación de sólidos totales con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w. ....	44
Figura 34: Yield stress en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH. ....	45
Figura 35: Variación del yield stress respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2%w/w. ....	46
Figura 36: Velocidad de sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH. ....	48
Figura 37: Variación de la turbidez con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w. ....	49
Figura 38: Variación de sólidos totales con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w. ....	50
Figura 39: Yield stress en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH. ....	51

Figura 40: Yield stress para cada composición de caolinita, a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w. ....	53
Figura 41: Efecto del Floculante Rheomax y SNF 4096 para cada composición de caolinita: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.....	56
Figura 42: masa C sedimento / masa C sistema vs contenido de Caolinita %w/w. ....	57
Figura 43: Yield stress vs masa C sedimento/ masa C Sistema. ....	58
Figura 44: Curva de sedimentación de carbonato de calcio a diferentes concentraciones (datos de Tabla 4) .....	66
Figura 45: Velocidad inicial de sedimentación prueba 1.....	66
Figura 46: Velocidad inicial de sedimentación prueba 2.....	66
Figura 47: Velocidad inicial de sedimentación prueba 3.....	66
Figura 48: Velocidad inicial de sedimentación prueba 4.....	67
Figura 49: Parámetros de sedimentación: Correlación de Richardson y Zaki. ....	67
Figura 50: Parámetros de sedimentación: Curva de densidad de flujo de sólidos en función de la concentración. ....	67
Figura 51: (a) Resultado con paleta FL-1000; (b) Resultado con paleta FL-100; (c) Resultado con paleta FL-11.....	68
Figura 52: Ejemplo de cálculo de yield stress.....	69

### **Índice de Tablas**

Tabla 1: Resumen diseño experimental.....	32
Tabla 2: Resumen de caracterización.....	34
Tabla 3: Dimensiones de cada paleta empleada. ....	37
Tabla 4: Datos de tiempo y altura de la interface agua-suspensión.....	65
Tabla 5: Resultados de los ensayos de sedimentación.....	66
Tabla 6: Resultados del potencial zeta de los materiales. ....	68
Tabla 7: Insumos de laboratorio. ....	71
Tabla 8: Equipos de laboratorio.....	72
Tabla 9: Ejemplo de cálculo turbidez. ....	72
Tabla 10: Aportes de carbono al sistema.....	72

## Nomenclatura y Abreviaturas

TPD	: Toneladas por día
m <sup>3</sup> /h	: Metros cúbicos por hora
g/t	: Gramos por toneladas
g/L	: Gramos por litro
rpm	: Revoluciones por minuto
Pa	: Pascales
%w/w	: Porcentaje de sólidos en masa.
$\varphi_s$	: Fracción volumétrica de sólidos.
$f_k$	: Densidad de flujo
$f_{bk}$	: Densidad de flujo convectivo
$\sigma_e(\varphi)$	: Esfuerzo efectivo de sólidos
TDS	: Sólidos totales disueltos
ST	: Sólidos totales, [g/L]
CT	: Carbono total, [mg/L]
CI	: Carbono inorgánico, [mg/L]
COT	: Carbono orgánico total, [mg/L]
Underflow	: Descarga del espesador

## Capítulo 1: Introducción

### 1.1 Introducción General

En el contexto actual la minería nacional e internacional presenta grandes desafíos como industria; en lo económico, el desenfreno en la caída del precio de los metales base como lo es el cobre, ha llevado a varias compañías mineras a cerrar temporalmente sus faenas, mientras que otras han decidido continuar tomando medidas de para bajar sus costos, ya sea, disminuyendo la dotación de personal y/o bajando los costos de operación (Cochilco, 2016; London Metal Exchange, 2016).

Es ahora cuando resulta de gran importancia revisar cada proceso metalúrgico que comprenden las de etapas de extracción del metal o metales de interés. Por otra parte, la escasez de recursos hídricos conlleva a la implementación ineludible del uso de agua de mar, siendo ésta la opción para continuar haciendo minería en nuestro país. (Estrategia Nacional de Recursos Hídricos, 2012).

A medida que se avanza en la zona de extracción del mineral de la mina, las propiedades mineralógicas van cambiando, generando nuevos problemas en el procesamiento de los minerales, impactando en todas las etapas del proceso, ya sea: molienda y clasificación, flotación, transporte, espesamiento y filtración (Uribe, et al, 2016)

El espesamiento de relaves es un paso fundamental en el procesamiento de minerales, su objetivo es la recuperación de agua de las pulpas del flujo de concentrado, y de las colas generadas (Concha, 2001).

Debido a un incremento sostenido de los contenidos de arcillas que acompañan a los minerales de cobre en Chile, se fundamenta el presente estudio que busca cuantificar la implicancia y el efecto que tienen los distintos contenidos de caolinita en la velocidad de sedimentación y esfuerzo de cedencia en las suspensiones y sedimentos, generados en la etapa de espesamiento.

El procesamiento de minerales se ve directamente afectado en la disminución de la eficiencia de los procesos cuando la mineralogía del material procesado tiene altos niveles de arcillas, particularmente el proceso de espesamiento presenta variaciones que afectan la floculación, dejando finos en suspensión que reportan en altos niveles de turbidez del agua clara, disminuyendo la calidad de esta; por otra parte, la presencia de arcillas hace que se incrementen los valores de *yield stress* del sedimento que descarga

del espesador, requiriendo un mayor consumo de energía por parte del sistema de rastras del espesador y así mismo una mayor potencia para su transporte al tranque de relaves.

## **1.2 Hipótesis de Trabajo**

En el espesamiento de relaves, la limitada disponibilidad de agua y el contenido de arcillas que ha ido en aumento según informes mineralógicos que han publicado algunas faenas mineras, particularmente las de mayor profundidad, muestran un escenario desafiante por lo que es de gran importancia buscar innovar y mejorar los procesos para mantener la producción o mejorarla minimizando el efecto de las arcillas. Por lo tanto, la hipótesis de trabajo es:

Existen floculantes o una mezcla de ellos que permitan minimizar el efecto de la caolinita en el proceso de espesamiento, minimizando la turbidez del agua clara, aumentando la velocidad de sedimentación y manteniendo en bajos niveles los valores de *yield stress* de los sedimentos.

## **1.3 Objetivos**

### **1.3.1 Objetivo general**

Investigar el efecto de la caolinita en la velocidad de sedimentación, *yield stress* y calidad del agua clara, empleando como floculantes Rheomax y SNF 409 a distintas dosis en pulpas de cuarzo.

### **1.3.2 Objetivos específicos**

- Determinar el efecto en la velocidad de sedimentación y *yield stress* de pulpas de cuarzo con distintos contenidos de caolinita a valores de pH de 9 y 11.
- Evaluar el efecto de dos tipos de floculante: Rheomax DR 1050 (Aniónico) y SNF 4096 (Catiónico) a distintas dosis en la velocidad de sedimentación y *yield stress* del sedimento a valores de pH de 9 y 11.
- Determinar el efecto de los contenidos de caolinita, tipo de floculante y pH en la calidad de las aguas claras.

## Capítulo 2: Fundamento Teórico

### 2.1 Espesamiento

Dentro de las etapas del procesamiento de minerales para su concentración se encuentra el espesamiento, cuyo objetivo es la recuperación de agua y espesado de pulpas de minerales, se lleva a cabo en grandes tanques cilíndricos cónicos. El principio físico de funcionamiento es el asentamiento o decantación de las partículas por acción de la gravedad en una solución acuosa, cumpliendo la condición de que las partículas tienen mayor peso específico que el fluido. Las partículas se pueden sedimentar como partícula libre o como un agregado de partículas a la que se les denomina flóculos.

En la parte superior de los equipos de sedimentación (espesadores), se realiza la recuperación de agua, idealmente sin partículas en suspensión y retornada al proceso, por otra parte, en la zona inferior se descarga el sedimento espesado los que son enviados a tranques de relave, tenido una mayor estabilidad de la pulpa para ser depositada.

El espesamiento consiste en una superposición de dos fenómenos, la sedimentación y la consolidación.

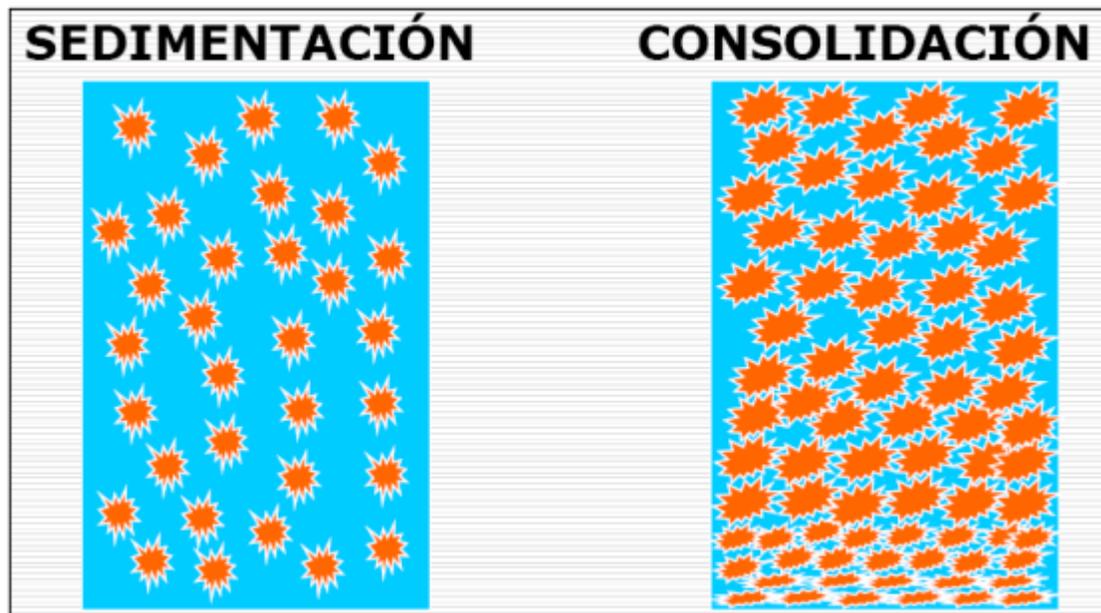


Figura 1: Concepto físico de la sedimentación y consolidación.

Fuente: Concha, 2001.

Al sedimentar las diversas partículas de una suspensión interactúan entre sí obstaculizando su trayectoria y disminuyendo la velocidad de asentamiento que tendría cada partícula individualmente. Durante la sedimentación las partículas están rodeadas de fluido y la interacción entre ellas se verifica a través de ese fluido. Como dos partículas no pueden ocupar el mismo sitio simultáneamente, se dice que la interacción es estérica e hidrodinámica.

La sedimentación finaliza cuando las partículas individuales, llegan al fondo de la columna de sedimentación o espesador y comienzan a descansar una sobre otra. Si estas partículas son incompresibles como sucede con los concentrados de cobre, cuando no se usa floculante, el proceso de sedimentación termina ahí. Sin embargo, si las partículas son compresibles como es el caso de los relaves de cobre floculados, el peso de los flóculos comienza a afectar a los flóculos inferiores, comprimiéndolos y exprimiendo el agua que permanece en el interior de estos. Este fenómeno descrito se denomina consolidación.

La concentración de la suspensión que separa la sedimentación y la consolidación, se denomina concentración crítica, y el tiempo cuando ésta comienza, tiempo crítico.

En vista de lo descrito anteriormente, las principales propiedades de un sedimento son su permeabilidad y su compresibilidad. Se denomina permeabilidad del sedimento la facilidad con que un fluido puede penetrarlo y atravesarlo. La compresibilidad del sedimento mide su facilidad de disminuir en volumen cuando se le aplica una fuerza. Las variables asociadas a estas propiedades son la presión de poros y el esfuerzo efectivo de sólidos.

## **2.2 Sedimentación Batch**

El ensayo de sedimentación batch simula el proceso de la sedimentación a escala de laboratorio, con el propósito de medir parámetros de espesamiento. La forma de llevarlo a cabo es preparar una pulpa con un porcentaje de sólidos fijo, y verterlo en una probeta graduada donde se mide el descenso de la interface del líquido clarificado y de la pulpa conforme avanza el tiempo.

Teniendo los datos de altura y tiempo de esta prueba, se puede formar una curva denominada curva de sedimentación, de la cual es posible determinar la velocidad de sedimentación. En la Figura 6 se muestra una curva de sedimentación típica.

Para el cálculo de la velocidad de sedimentación, se necesita trazar una recta tangente a la curva, que pase por los puntos iniciales (menor al tiempo crítico) donde las partículas están descendiendo. Gráficamente la pendiente de la recta tangente indica la velocidad de sedimentación.

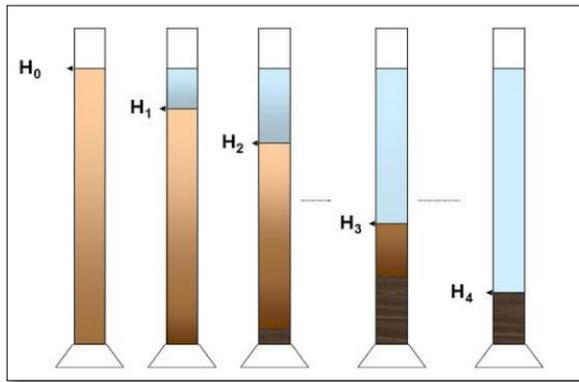


Figura 2: Sedimentación batch, en el tiempo.

Fuente: Concha, 2001.

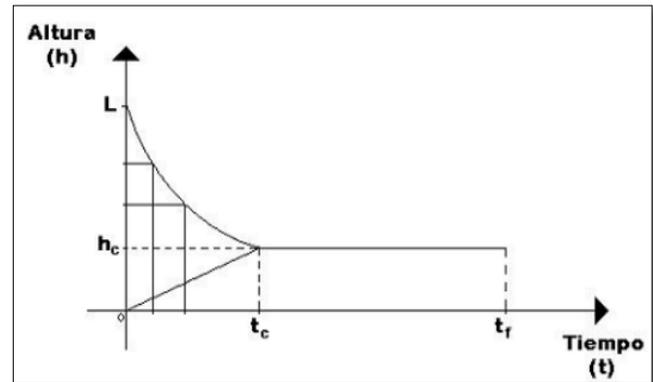


Figura 3: Representación gráfica de una curva de sedimentación típica.

Fuente: Concha, 2001.

### 2.3 Ecuaciones que gobiernan el proceso de espesamiento

La sedimentación de una suspensión ideal puede ser descrita por las siguientes ecuaciones de campo:

(1): La concentración de sólidos, así como la fracción volumétrica de sólidos  $\varphi(z, t)$ .

(2): La velocidad de la componente sólida  $V_s(\varphi)$ .

(3): La velocidad de la componente de fluido  $V_f(\varphi)$ .

Estas variables de campo, deben obedecer las ecuaciones de conservación de masa.

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \nabla \cdot (\varphi v_s) = 0 \quad (2.3.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{q} = 0 \quad \text{con} \quad \mathbf{q} = \varphi v_s + (1 - \varphi) v_f \quad (2.3.2)$$

Donde  $\mathbf{q}(\varphi, t)$  es la velocidad volumen promedio.

$$\nabla \sigma_e = \Delta \rho \varphi b + \frac{m_d}{1 - \varphi} \quad (2.3.3)$$

$$\nabla P_{e+} \nabla \sigma_e = \Delta \rho \varphi b \quad (2.3.4)$$

$$\sigma_e = \sigma_e(\varphi, v_s, q) \quad (2.3.5)$$

$$m_d = m_d(\varphi, v_s, q) \quad (2.3.6)$$

$$b = b(r, t) \quad (2.3.7)$$

Para suspensiones floculadas, este set de ecuaciones son las ecuaciones del proceso de sedimentación dinámica, caracterizado por una ecuación diferencial parcial parabólica hiperbólica de segundo orden.

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial z}(q(t)\varphi + f_{bk}(\varphi)) = \frac{\partial}{\partial z}\left(D \frac{\partial \varphi}{\partial z}\right) \quad (2.3.8)$$

$$D = \begin{cases} 0, & \varphi < \varphi_c \\ -f_{bk}(\varphi) \frac{\sigma_e'(\varphi)}{\Delta \rho g \varphi}, & \varphi \geq \varphi_c \end{cases}$$

### 2.3.1 Medición de los parámetros de espesamiento

La cuantificación de la sedimentación se hace a través de la concentración de la suspensión, medida como fracción volumétrica de sólidos, y por la densidad de flujo de sólidos, definida como el producto de la concentración y la velocidad de la suspensión. Se realiza pruebas de sedimentación batch a diferentes concentraciones, midiendo la velocidad de asentamiento de la interfaz agua-suspensión en función del tiempo.

Graficando las velocidades de sedimentación en función de las fracciones volumétricas de sólidos se pueden obtener los parámetros de la ecuación de Richardson y Zaki, y de la densidad de flujo de sólidos. Para el ejemplo con carbonato de calcio resulta:

$$v_s(\varphi) = 1.72 * 10^{-4}(1 - \varphi)^{15.59} \quad \text{Richardson y Zaki} \quad (2.3.1-1)$$

$$f_k(\varphi) = 1.72 * 10^{-4}\varphi(1 - \varphi)^{15.59} \quad \text{Densidad de flujo de sólidos} \quad (2.3.1-2)$$

### 2.3.2 Variables de proceso en espesamiento continuo.

En las operaciones de espesamiento continuo existen las siguientes variables:

#### VARIABLES DE ENTRADA

- Flujo de pulpa en el feedwell: Flujo volumétrico de pulpa que ingresa al espesador.
- Porcentaje de sólido de alimentación: Concentración de sólido en peso que presenta el flujo de pulpa en la alimentación.

- Granulometría de alimentación: Distribución de tamaños de partículas que presenta el relave que ingresa al espesador. Se determina con un análisis granulométrico y nos permite conocer el  $D_{80}$  y el contenido de finos en el flujo de alimentación (-325#).
- Mineralogía de alimentación: Todo tipo de material que ingresa al espesador, el cual dependerá de la caracterización mineralógica del material que se extrae de la mina, entre ellos indica el contenido de arcillas.
- Flujo de floculante en la alimentación: Flujo de reactivo que se dosifica al espesador, con el objetivo de formar aglomerados de partículas (flóculos) los cuales permiten un aumento en la velocidad de sedimentación.

### **Variables de descarga**

- Flujo de pulpa en la descarga: Flujo de sedimento, espesado que sale del espesador por la parte inferior de éste.
- Porcentaje de sólidos de descarga: Concentración de sólido en peso, que alcanza el sedimento espesado, que posteriormente es descargado.
- Flujo de agua de rebalse: Flujo de agua sin partículas de sólido el cual rebalsa en al pare superior del espesador, perimetralmente.
- Torque en las rastras: Fuerza por unidad de distancia que debe tener las rastras, para lograr que el sedimento espesado pueda ser llevado a la zona de descarga.
- Altura de sedimentación: Cantidad de sedimento espesado que se acumula en el fondo del espesador. Mientras más altura tenga el sedimento, mayor será la concentración de sólidos en la descarga.

### **Variables de control**

- Flujo de floculantes: Capacidad de controlar las velocidades de sedimentación que se pueda trabajar, a su vez su control es apropiado para no afectar las propiedades reológicas de los relaves en la operación de descarga del espesador.
- Flujo de descarga: Capacidad de controlar la altura del sedimento y por ende también la concentración de descarga.

## **2.4 Floculación**

La sedimentación de partículas finas es extremadamente lenta, por lo que, para acelerar el fenómeno se agrega un reactivo químico denominado floculante.

Los floculantes poliméricos son reactivos orgánicos con moléculas de cadena larga y altos pesos moleculares, del orden de  $10^6$  [g/mol] o más, pueden ser naturales, como polisacáridos, almidón, dextrina y coloides proteínicos, también sintéticos basados en materiales acrílicos provenientes derivados del petróleo, tales como las poli(acrilamidas) de alto peso molecular.

Las ventajas de los floculantes sintéticos frente a los naturales, es que su estructura molecular como su peso molecular pueden ser diseñados, de acuerdo a las necesidades que demande el cliente. Además, su calidad es más consistente que los floculantes naturales, lo que da una ventaja tanto técnica como económica. Estos también pueden se pueden fabricar como aniónicos, no-aniónicos y catiónicos. Las variedades de floculantes que se pueden crear son muchas dependiendo de las combinaciones posibles entre peso molecular, largo de la cadena, forma lineal o ramificada y carga, lo que irá en directo beneficio del proceso para el cuál es diseñado.

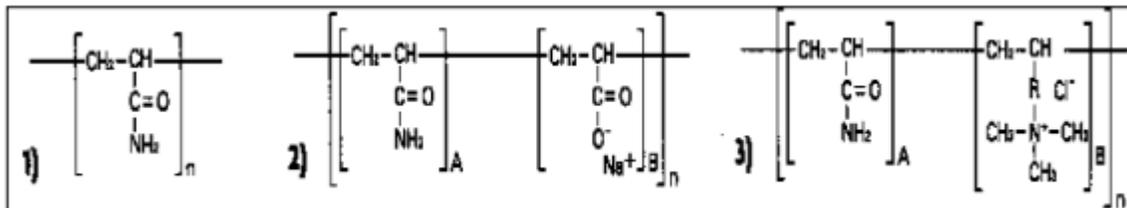


Figura 4: Tipo de floculantes derivados de poli(acrilamida).

Fuente: Concha, 2001.

La agregación de partículas mediante la adsorción de largas cadenas de polímeros en varias partículas se denomina floculación. Los diferentes tipos de floculación, está dado por la forma en que el polímero actúa sobre las partículas. En las Figura 5, Figura 6 y Figura 7 se indica esquemáticamente la interacción entre partículas y el floculante.

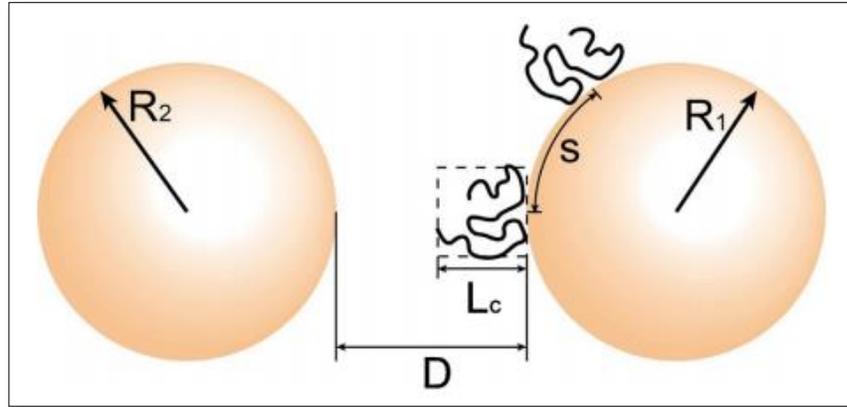


Figura 5: Esquema de la interacción entre dos partículas sólidas en presencia de floculantes poliméricos.

Fuente: Ji et al, 2013.

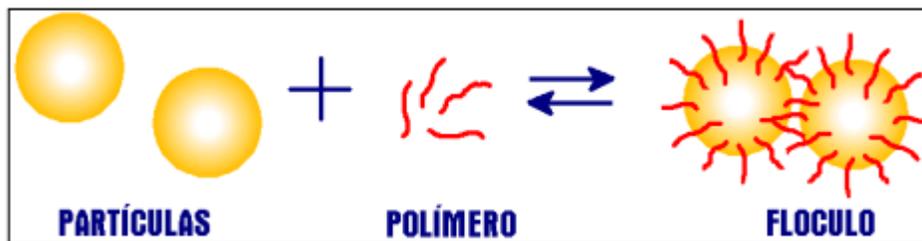


Figura 6: Esquema formación floculo (partícula-polímero).

Fuente: Barrientos, 2005.

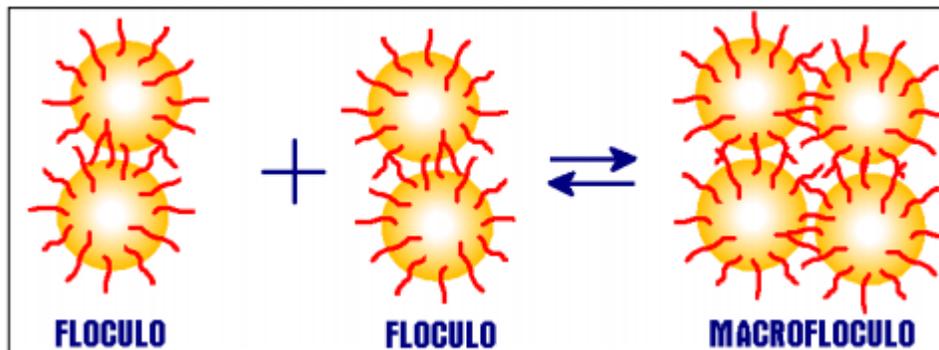


Figura 7: Esquema formación macro floculo (floculo-floculo).

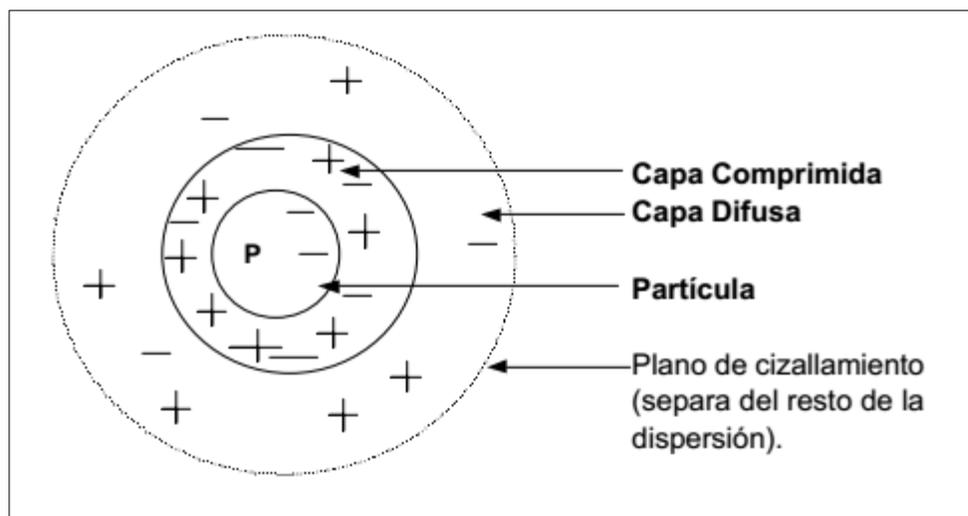
Fuente: Barrientos, 2005.

El proceso de floculación es precedido por la coagulación, por eso muchas veces se habla de los procesos de coagulación-floculación. Estos facilitan la retirada de sustancias en suspensión y de las partículas coloidales. La coagulación es la desestabilización de

las partículas coloidales causadas por la adición de un reactivo químico llamado coagulante, el cual altera la fuerza iónica de la solución, disminuyendo el espesor de la capa eléctrica haciendo que disminuyan las fuerzas de repulsión y las partículas tiendan a unirse entre sí.

Las partículas coloidales normalmente poseen una carga eléctrica superficial negativa, las cargas primarias atraen los iones positivos presentes en el medio, los cuales se adhieren fuertemente a las partículas y atraen a su alrededor iones negativos acompañados de una débil cantidad de iones positivos.

Los iones que se adhieren fuertemente a la partícula y se desplazan con ella, forman la capa adherida o comprimida, mientras que los iones que se adhieren débilmente constituyen la capa difusa, por lo tanto, hay un gradiente o potencial electrostático entre la superficie de la partícula y la solución, llamado potencial zeta. (Andía Cárdenas, Y., de Vargas, L., & Barrenechea Martel, A. 2000).



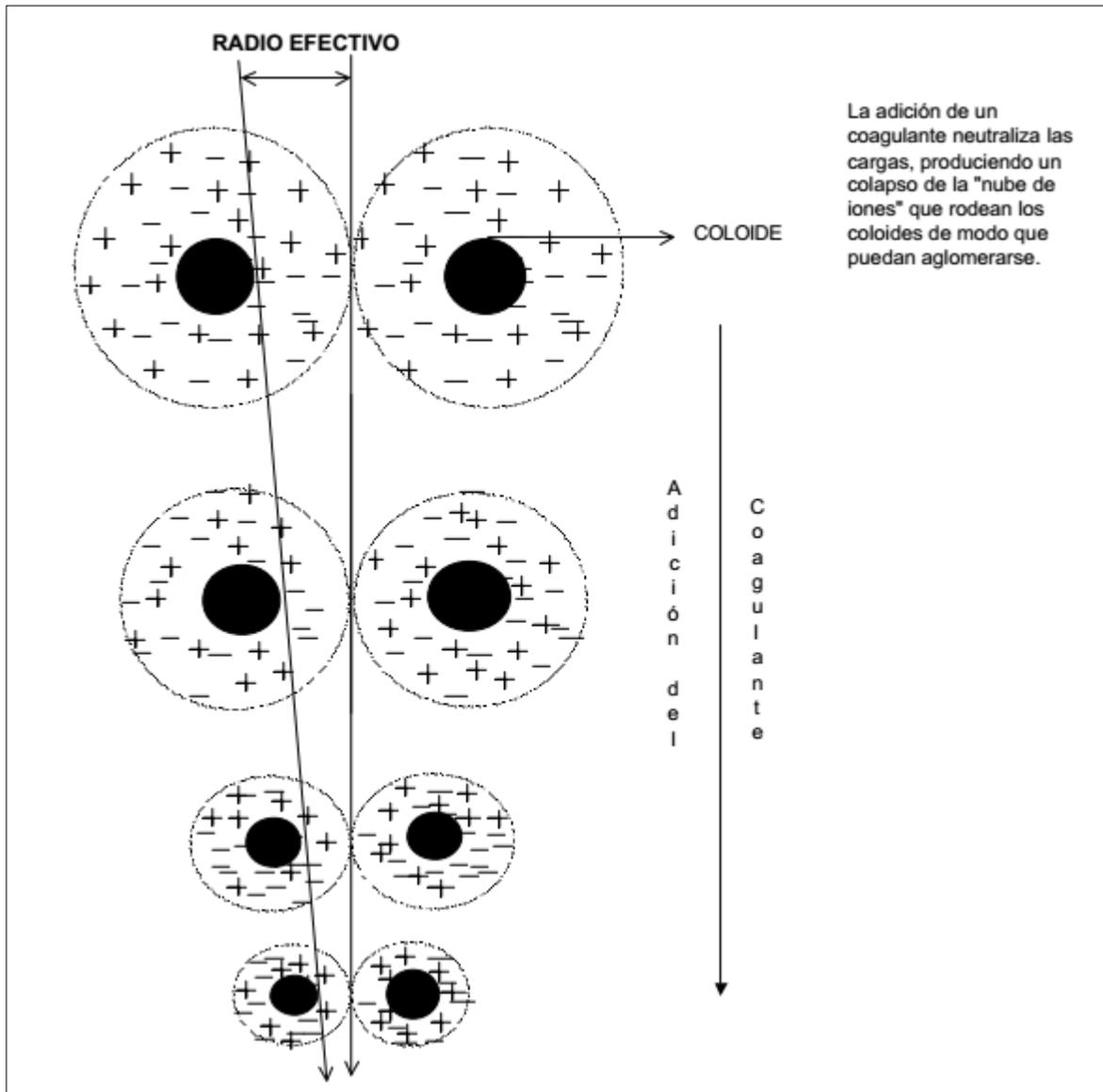
*Figura 8: Doble capa de una partícula coloidal.*

*Fuentes: Cárdenas et al, 2000.*

Por lo tanto, la coagulación lo que hace es comprimir la capa eléctrica superficial de las partículas permitiendo que estas puedan acercarse lo suficiente para que las fuerzas de Van der Waals las mantengan juntas (Cárdenas et al, 2000).

Por ejemplo, si dos partículas de igual signo se acercan, estas se van a repeler por fuerzas electrostáticas, sin embargo, al agregar un coagulante, como una sal de hierro

de valencia II, se desestabilizan las partículas, comprimiendo la capa eléctrica superficial dando cabida a la acción de fuerzas de Van der Waals, las que mantendrán juntas a las partículas.



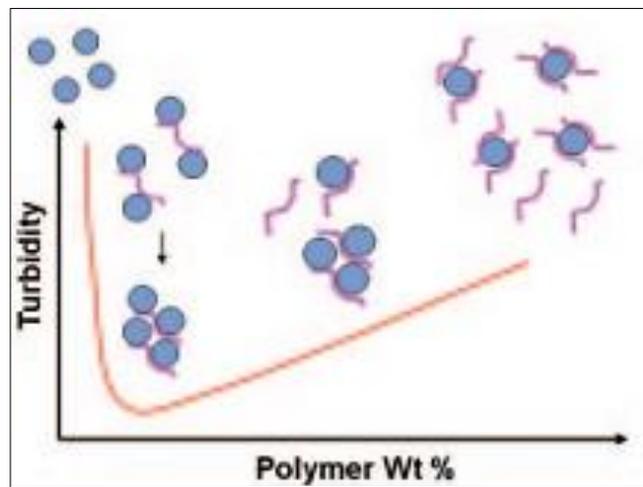
*Figura 9: Doble capa de una partícula coloidal.*

*Fuentes: Cárdenas et al, 2000.*

Los factores que pueden promover la coagulación-floculación son el gradiente de la velocidad, el tiempo y el pH. El tiempo y el gradiente de la velocidad son importantes al aumentar la probabilidad de que las partículas se unan y así darles más tiempos para

sedimentar, por otra parte, el pH es un factor prominente en acción desestabilizadora de las sustancias coagulantes y floculantes.

La floculación por puente es una de las más importantes, se produce por adsorción de una cantidad muy pequeña de polímero de cadena larga, sobre varias partículas simultáneamente, produciendo puentes de hidrógeno entre polímero e iones de oxígeno, presentes en la superficie de las partículas. Este tipo de floculación, produce flóculos muy fuertes, sin embargo, cuando se excede en la dosificación de floculante, éste se adsorbe completamente en las partículas, dando origen a un fenómeno denominado re-estabilización de la suspensión, en consecuencia, como no se forman flóculos ni macroflóculos, no existe una sedimentación óptima, por lo tanto, es importante realizar pruebas de laboratorios para determinar la dosificación óptima de floculante a la suspensión.



*Figura 10: Floculación por puente de hidrógeno, de floculación óptima a floculación no óptima por exceso de floculante.*

*Fuente: Kang et al, 2013.*

Los polímeros iónicos, además de reaccionar por el mecanismo por puente de hidrógeno, reaccionan por interacción electrostática. Por esta razón la elección del floculante adecuado dependerá de la carga superficial de las partículas y de las condiciones fisicoquímicas de la solución que le afectan, tales como el pH y la fuerza iónica.

Los polímeros que tienen carga opuesta a las partículas se adsorben fuertemente debido a la atracción iónica. Cuando partículas cargadas negativamente entran en contacto con polímeros no-Iónicos, no existe floculación, a menos que se agreguen cationes. Este ion promueve la adsorción del polímero sobre la superficie de la partícula al unirse simultáneamente con los grupos aniónicos del polímero y con los sitios negativos de la superficie del mineral.

Los polímeros catiónicos se utilizan ampliamente para la floculación de partículas con carga superficial negativa y la neutralización de la carga explica el mecanismo de floculación. La condición óptima de floculación, en este caso, corresponde a la neutralización de las cargas. Un exceso de floculante re-estabiliza la suspensión, dándole una carga positiva las partículas. Los mejores floculantes para esta tarea son polímeros con la mayor carga eléctrica, siendo su peso molecular un factor secundario.

#### **2.4.1 Tipo de floculantes**

Existen dos reactivos en la industria, que actúan como floculantes, estos se denominan floculantes convencionales y modificadores reológicos. En planta se usa el que arroje los mejores resultados del proceso, tanto para las propiedades de sedimentación y propiedades reológicas. También, en algunos casos se hacen mezclas de estos dos reactivos con el propósito de tener mejores resultados.

- **Floculante convencional**

Estos floculantes son principalmente de co-polímeros de acrilamida, de alto peso molecular. Estos reactivos en general tienen un buen comportamiento en la sedimentación, pero debido a su alto peso molecular produce un incremento en la viscosidad del sedimento en la descarga, aumentando el esfuerzo de cedencia y en consecuencia demandando mayor torque en las rastras lo que se traduce en un mayor consumo de energía.

- **Modificador reológico**

Estos reactivos son generalmente de ter-polímero, presentan un menor peso molecular y baja viscosidad, y pueden atrapar eficientemente el sólido grueso, fino y ultra fino, logrando una pulpa más compacta, manteniendo un agua de recuperación más clara, sin modificar de forma significativa las propiedades reológicas. Estos

modificadores aumentan así la capacidad de tratamiento y de transporte, produciendo una disminución en el consumo de energía.

Un ejemplo de modificador reológico es el Rheomax DR 1050, ampliamente utilizado en plantas concentradoras con el fin de mejorar el proceso de sedimentación controlando el esfuerzo de cedencia de los sedimentos.

Rheomax DR 1050 es un polímero aniónico, miembro de la serie Rheomax DR 1000 de polímeros avanzados que son diseñados para mejorar el proceso de espesamiento otorgando una fuerte estructura de agregados y mayor tolerancia a las variaciones de flujo resultando en una mejor separación sólido líquido. Ofrece lograr un alto flujo de descarga y maximizar la recuperación de agua, junto a un bajo nivel relativo del *yield stress* para aliviar el esfuerzo de las rastras y de bombeo. Su estabilidad es de dos años desde la fecha de fabricación, manteniendo en un lugar fresco y seco. Como solución líquida este dura entre 1-2 días (BASF).

## 2.5 Reología

Reología es la rama de la física que estudia el flujo y la deformación de los materiales, provocados por esfuerzos aplicados sobre ellos, limitada al campo no cubierto por las teorías lineales de elasticidad y viscosidad, es decir, la reología no cubre el estudio de los sólidos hookeanos y fluidos newtonianos.

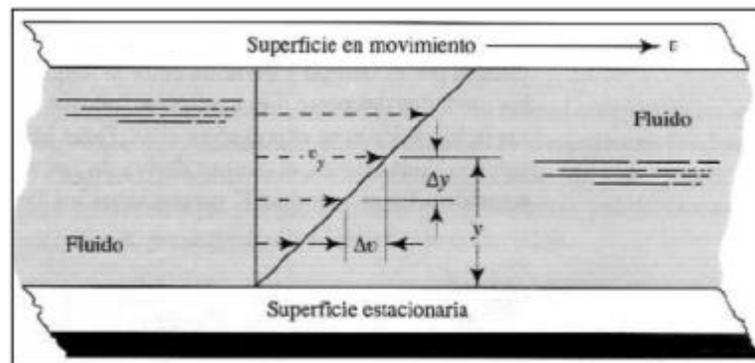


Figura 11: Gradiente de velocidad de un fluido en movimiento.

Fuente: Mott ,2006.

La viscosidad  $\mu$  de un fluido es definida como la razón entre el esfuerzo de cizalle  $\tau$  y la velocidad de cizalle  $\dot{\gamma}$ .

Existen modelos de fluidos Newtonianos y No-Newtonianos estos se diferencian en la relación que presentan entre el esfuerzo de cizalle y la velocidad de cizalle.

Los fluidos newtonianos presentan una relación proporcional entre el esfuerzo y la velocidad de cizalle y la viscosidad de estos fluidos es constante.

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad ; \quad \dot{\gamma} \neq 0 \quad (2.5.1)$$

Un fluido no-newtoniano, presenta una relación no-proporcional entre el esfuerzo y la velocidad de cizalle y su viscosidad varía con la velocidad de cizalle. Se sabe que las pulpas de minerales presentan este comportamiento no-newtoniano.

$$\tau = \mu(\dot{\gamma}) \dot{\gamma} \quad ; \quad \dot{\gamma} \neq 0 \quad (2.5.2)$$

Los fluidos no-newtonianos se pueden clasificar en 4 tipos, según su comportamiento como se muestra en la Figura 12 y Figura 13.

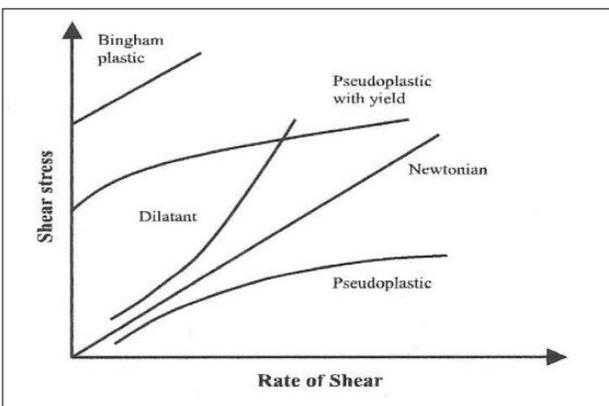


Figura 12: Fluidos newtonianos y no newtonianos.

Fuente: Mingzhao, 2004.

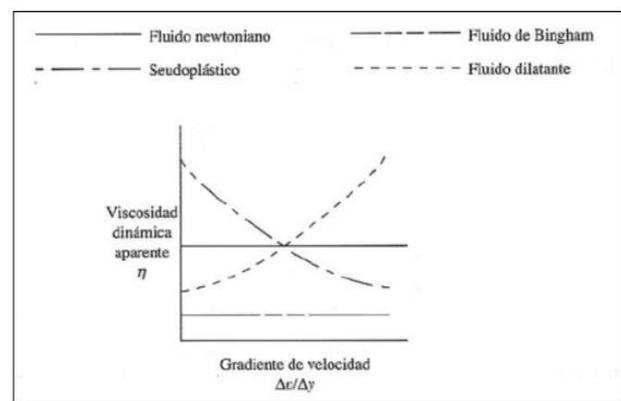


Figura 13: Viscosidad para fluidos newtonianos y no newtonianos.

Fuente: Mott, 2006.

- **Fluido Pseudoplásticos:** La viscosidad de la pulpa disminuye a medida que aumenta la velocidad de cizalle, hasta alcanzar un valor asintótico constante  $\mu_{\infty}$ . La mayoría de las pulpas minerales tienen este comportamiento.
- **Fluidos Dilatantes:** Corresponde a los materiales, cuya viscosidad aumenta con la velocidad de cizalle, hasta que para grandes valores de éste adquiere un valor  $\mu_{\infty}$  constante. Los fluidos dilatantes son mucho menos comunes que los pseudoplásticos.

- **Fluido Pseudoplásticos con Yield stress:** Son fluidos que no fluyen hasta el esfuerzo de cedencia  $\tau_y$ , y luego presentan una zona de viscosidad variable que disminuye con el incremento de la velocidad de deformación, hasta alcanzar un valor asintótico constante  $\mu_\infty$ .
- **Fluido plástico de Bingham:** Estos fluidos requieren la aplicación de un nivel significativo de esfuerzo de cizalle antes que comienza a escurrir el fluido, y luego presentan un comportamiento Newtoniano.

### 2.5.1 Esfuerzo de Cedencia (*Yield stress*)

Bingham y Green en 1920 fueron los primeros en reconocer e introducir el concepto de *yield stress* en la fluidización de materiales. (Nguyen & Boger, 1920). El *yield stress* usualmente es apreciado u observado en suspensiones floculadas y bajo condiciones donde la interacción inter-partícula resulta en una atracción mutua con las partículas individuales (Nguyen & Boger, 1920). Las partículas pueden agregarse para formar flóculos que a su vez interactúan entre ellos para crear una estructura de red tridimensional continua que se extiende a lo largo de todo el volumen. Sobre esta base, el *yield stress* se ha relacionado con la fuerza de la estructura de red coherente como la fuerza por unidad de área requerida para la descomposición de la estructura, seguido de una ruptura de los enlaces de red o enlaces que conectan las unidades de flujo (Nguyen & Boger, 1920).

Para altas concentraciones de sólidos, las pulpas de concentrados y relaves generalmente tienen un comportamiento no-newtoniano, dejando en evidencia un esfuerzo de cedencia (*yield stress*).

El esfuerzo de cedencia es el esfuerzo de cizalle que debe ser vencido para que la deformación será irreversible y el fluido pueda escurrir. Para esfuerzos menores al esfuerzo de cedencia la deformación de la pulpa es elástica y la red de partículas se recupera completamente al retirar la tensión. Una vez que se vence el esfuerzo de cedencia, la pulpa presenta un comportamiento viscoso, donde la viscosidad por lo general es función de la velocidad de cizalle.

### 2.5.1 Medición de *Yield Stress*

Para la medición del *yield stress* se aplicó el método de paletas (*The vane method*). Dichas paletas consisten en un pequeño número de hojas delgadas dispuestas en ángulos iguales alrededor de un pequeño eje cilíndrico como se observa en la Figura 14.

El método de las paletas proporciona un medio para mediciones directas de los verdaderos *yield stress* de suspensiones concentradas casi estáticas. La paleta entonces gira muy lentamente a una velocidad de rotación constante y momento de torsión requerido para mantener constante el movimiento de la paleta en el tiempo. En la Figura 15 se observa una curva típica de torque versus tiempo.

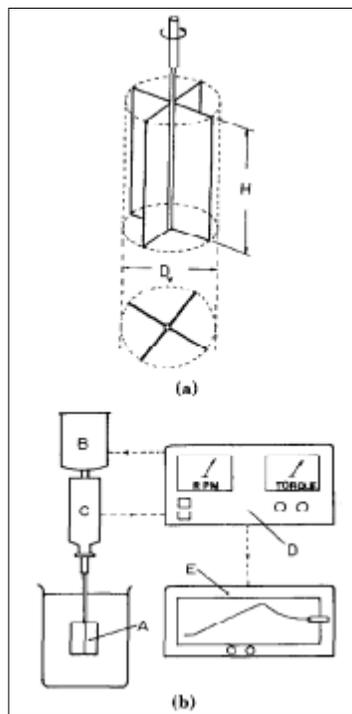


Figura 14: Esquematización diagrama: (a) las paletas, (b) el aparato de paletas: (A) Paletas, (B) motor, (C) Cabeza de torsión, (D) Consola de instrumento, (E) grabador.

Fuente: Dzuy and Boger, 1983.

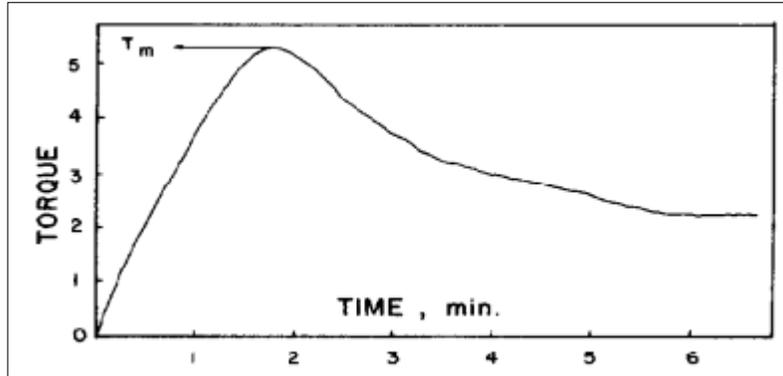


Figura 15: Respuesta típica de una curva torque- tiempo obtenida con el método de las paletas.

Fuente: Dzuy and Boger, 1983.

Para calcular el *yield stress* desde la medida del toque máximo y conociendo las dimensiones de las paletas (diámetro y alto), se sigue con el siguiente balance de torques en las arpas de las paletas:

$$T = (2\pi R_v H)\tau_w R_v + 2 \left[ 2\pi \int_0^{R_v} \tau_e(r) r dr \right] \quad (2.5.1-1)$$

Haciendo los arreglos necesarios para introducir las dimensiones de las paletas y llevar la ecuación (2.5.1-1) en términos del torque máximo y el *yield stress*, se llega a la siguiente expresión:

$$T_m = \frac{\pi D_v^3}{2} \left( \frac{H}{D_v} + \frac{1}{P+3} \right) \tau_y \quad (2.5.1-2)$$

Dónde:

$T_m$ : Es el torque máximo.

$D_v$ : Diámetro de la paleta.

$H$ : Altura de la paleta.

$\tau_y$ : *yield stress*.

## 2.5.2 Efecto de la concentración de sólidos en las pulpas

El comportamiento reológico de una suspensión independiente del tiempo tiene las siguientes características con respecto a su concentración de sólidos.

En bajas concentraciones, puede comportarse como un fluido newtoniano con la viscosidad independiente de la velocidad de cizalle. A medida que aumenta la concentración, la suspensión tomará drásticamente características de fluido no-newtoniano con un aumento en la viscosidad a medida que disminuye la velocidad de corte, lo que significa la aparición de un posible esfuerzo de cedencia.

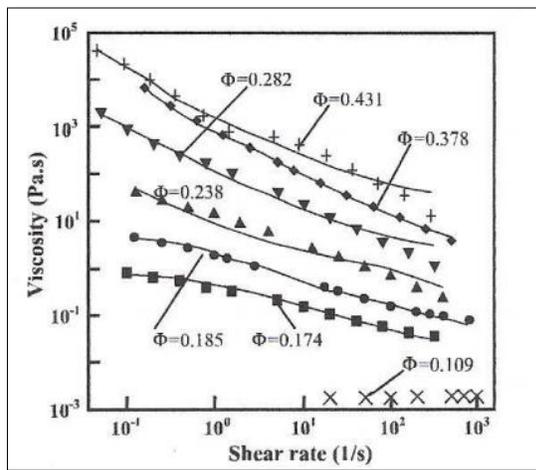


Figura 16: Efecto de la fracción volumétrica de sólido sobre la viscosidad aparente para suspensiones de Dióxido de Titanio.

Fuente: Mingzhao, 2004.

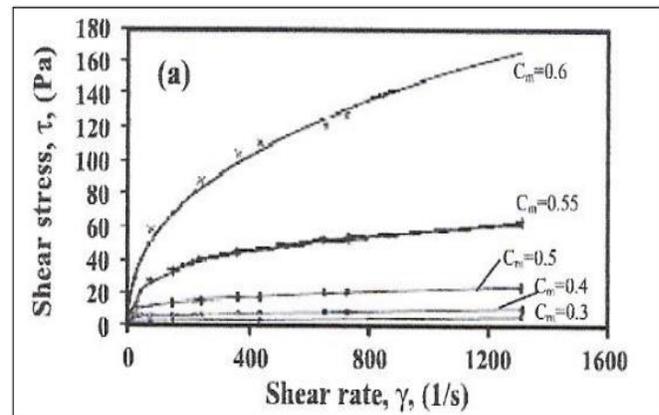


Figura 17: Esfuerzos de corte para varias concentraciones de sólidos  $C_m$  para suspensiones de caliza.

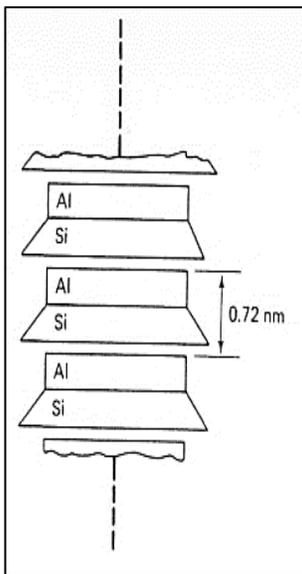
Fuente: Mingzhao, 2004.

## 2.6 Caolinita

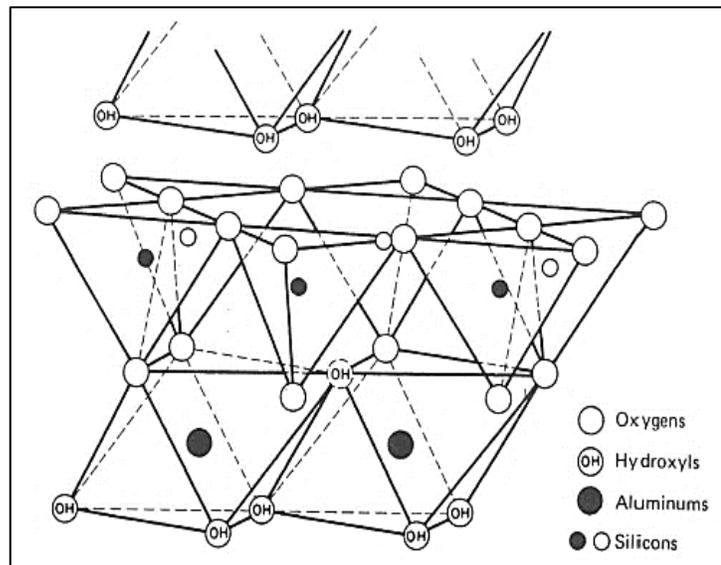
Químicamente las arcillas son aluminosilicatos hidratados más otro ion metálico. Todas las arcillas son muy pequeñas, cristales coloidales (diámetro menor a 1 micrón) y pueden ser vistas en un microscopio electrónico.

La caolinita, es un mineral de arcilla no hinchable con una estructura 1:1, una capa de tetraedros situando al átomo de silicio en el centro y en los vértices los átomos de oxígeno y otra capa formada por octaedros con un átomo de aluminio en el centro y grupos hidroxilos en los vértices con dos átomos de oxígeno compartidos,

Esta capa tiene aproximadamente 72 [nm] de espesor y se extiende indefinidamente en las otras dos direcciones. Un cristal de caolinita, entonces, consiste en una pila de varias capas de la capa básica de 0,72 [nm]. Las capas de sucesivas de la capa básica se mantienen unidas por enlaces de hidrógeno entre los hidroxilos de la lámina octaédrica y los oxígenos de la lámina de la tetraédrica. Puesto que el enlace de hidrógeno es muy fuerte, impide la hidratación y permite que las capas se apilen para hacer un cristal bastante grande. Un cristal de caolín típico puede tener de 70 a 100 capas de espesor.



*Figura 18: Diagrama esquemático de la estructura de Caolinita.*  
Fuente: Lambe, 1953.



*Figura 19: Estructura cristalina de la caolinita.*  
Fuente: Lambe, 1953.

La superficie de cara presenta una carga superficial similar a la sílice, es decir, presenta una carga negativa en un amplio rango de pH (2-13), ésta carga negativa permanente se atribuye a la sustitución isomórfica de  $\text{Si}^{4+}$  por  $\text{Al}^{3+}$ . La superficie de borde tiene un comportamiento similar a la alúmina, con una carga positiva en el rango de pH ácido y una carga negativa en el rango de pH alcalino, lo cual se explica por el proceso de protonación/desprotonación de grupos hidroxilos expuestos (Zhou & Gunter, 1992). Tiene una reactividad química baja y su capacidad de intercambio aniónico es típicamente mayor que su capacidad de intercambio catiónico (Kau, Smith, & Binning, 1998). Mediciones de fuerza coloidales revelan que la cara tetraédrica de sílice de caolinita está cargado negativamente a  $\text{pH} > 4$ , mientras que la octaédrica de alúmina

de la caolinita está cargado positivamente a  $\text{pH} < 6$ , y negativamente cargada a  $\text{pH} > 8$ . Tales mediciones y los resultados sugieren que el punto isoeléctrico de la cara tetraédrica de sílice es a  $\text{pH} < 4$ , y que el punto isoeléctrico de la cara de alúmina octaédrica está entre  $\text{pH} 6$  y  $8$ . Estos resultados contradicen la opinión generalmente aceptada de que el plano basal de caolinita lleva una carga negativa permanente debido a la sustitución de  $\text{Si}^{4+}$  por  $\text{Al}^{3+}$  en la capa tetraédrica de sílice, lo cual sugiere una cierta dependencia de la carga superficial de las dos caras con respecto al  $\text{pH}$  (Gupta & Miller, 2010). En la Figura 20, se observa la medición del potencial zeta de la caolinita y dependiendo si se encuentra de cara o borde variará el valor del potencial zeta.

Por otra parte, en la Figura 21 y Figura 22 se observan otras pruebas realizadas donde también se midió el potencial zeta de caolinita donde se aprecia que conforme aumenta el  $\text{pH}$ , las partículas de caolinita van adquiriendo una carga eléctrica superficial negativa y de mayor magnitud.

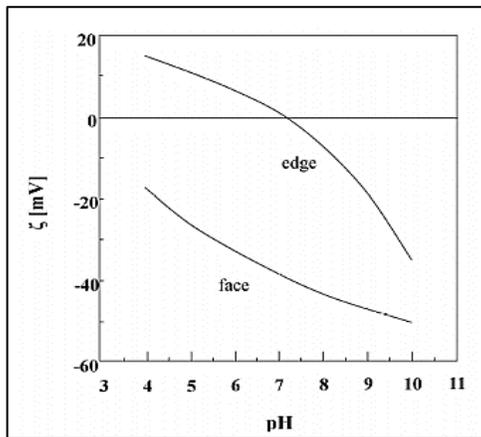


Figura 20: Estimación potencial zeta de cara y borde de caolinita.

Fuente: Williams y Williams, 1977.

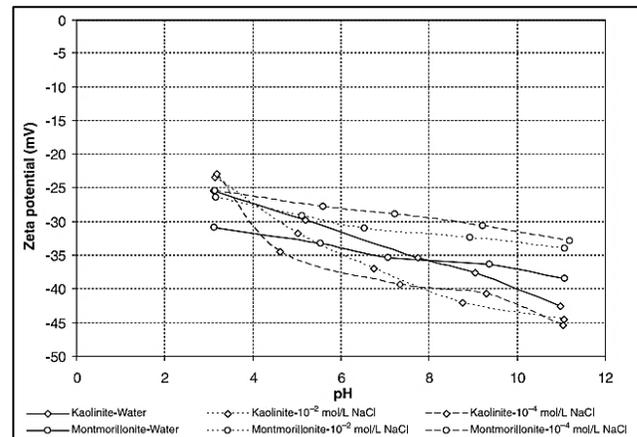


Figura 21: Potencial zeta de arcillas minerales en función del  $\text{pH}$  con concentraciones de  $1 \times 10^{-2}$  y  $1 \times 10^{-4}$  mol/L NaCl.

Fuente: Kaya & Yukselen. 2005.

## 2.7 Cuarzo

El cuarzo es un mineral compuesto de sílice  $\text{SiO}_2$ . Es el mineral más común en la corteza terrestre presentándose en una gran cantidad de roca ígneas, metamórficas y sedimentarias. Destaca por su dureza y resistencia a la meteorización en la superficie terrestre. Existen dos formas de cuarzo según su estructura: cuarzo- $\alpha$  y cuarzo- $\beta$ . El

cuarzo- $\alpha$  o bajo cuarzo posee una estructura trigonal y puede existir hasta temperaturas de 573°C. Sobre esa temperatura se transforma a cuarzo- $\beta$  o alto cuarzo que es de estructura hexagonal.

Las propiedades superficiales, específicamente el potencial zeta que resulta de mayor interés para este estudio es como se indica en la Figura 22, donde el punto isoeléctrico se encuentra en las vecindades del pH 2.5, luego conforme aumenta el pH, su carga eléctrica superficial adquiere mayor carga negativa.

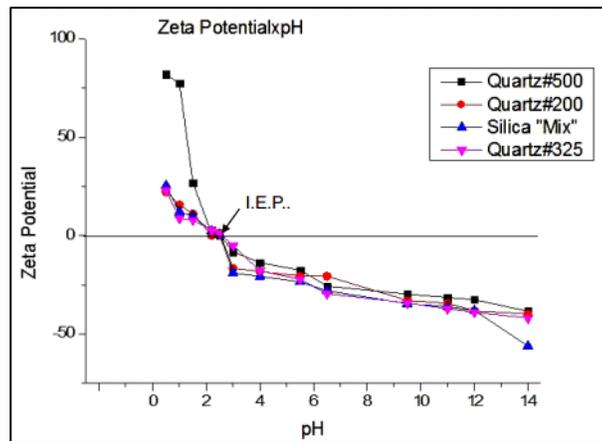


Figura 22: Variación del potencial zeta del cuarzo, en función del pH.

Fuente: Júnior & Baldo, 2014.

La interacción entre partículas en una dispersión se debe a dos tipos de fuerzas, una fuerza atractiva de muy corto alcance, denominada fuerza de Van de Waals, y una fuerza repulsiva, de mayor alcance, debido a la carga eléctrica superficial que poseen las partículas (Concha, 2001).

## Capítulo 3: Desarrollo experimental

### 3.1 Objetivos

- Determinar curvas de sedimentación para pulpas de cuarzo, con un porcentaje de sólido 28% w/w, valores de pH 9 y 11, contenidos de caolinita y empleando dos floculantes:
  - Rheomax DR 1050, Aniónico
  - SNF 4096, Catiónico
- Mediante “*vane method*”<sup>[4]</sup> encontrar el torque máximo para cada paleta y calcular el valor del *yield stress* para el sedimento.

### 3.2 Diseño experimental

Dentro de los alcances del trabajo se establecieron seis variables de estudio, las que fueron ensayadas en los niveles como se indican en la Tabla 1 . Los valores de pH fueron definidos de acuerdo a las condiciones operacionales del proceso de flotación Rougher y Cleaner respectivamente.

Tabla 1: Resumen diseño experimental.

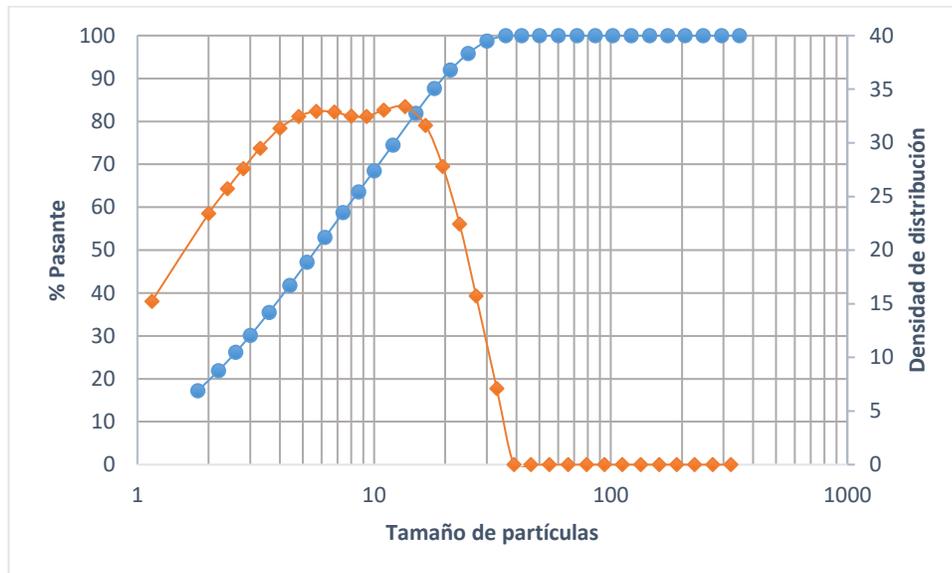
Variables	Niveles
Contenidos de Arcillas, %w/w	0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0
Tipo de Arcilla	Caolinita
Tipo de floculante	Aniónico Rheomax DR 1050 Catiónico SNF 4096
Dosis de Floculante	Aniónico: 15 g/t; 25 g/t; 35 g/t Catiónico: 60 g/t; 100 g/t; 130 g/t
pH	9 y 11
Porcentaje de sólido fijo %w/w	28

La combinación de todas las variables en los niveles indicados resulta en un total de 60 pruebas. Para asegurar la reproducibilidad de cada prueba, todas fueron realizadas en duplicado, por lo tanto, el total de pruebas realizadas fue de 120.

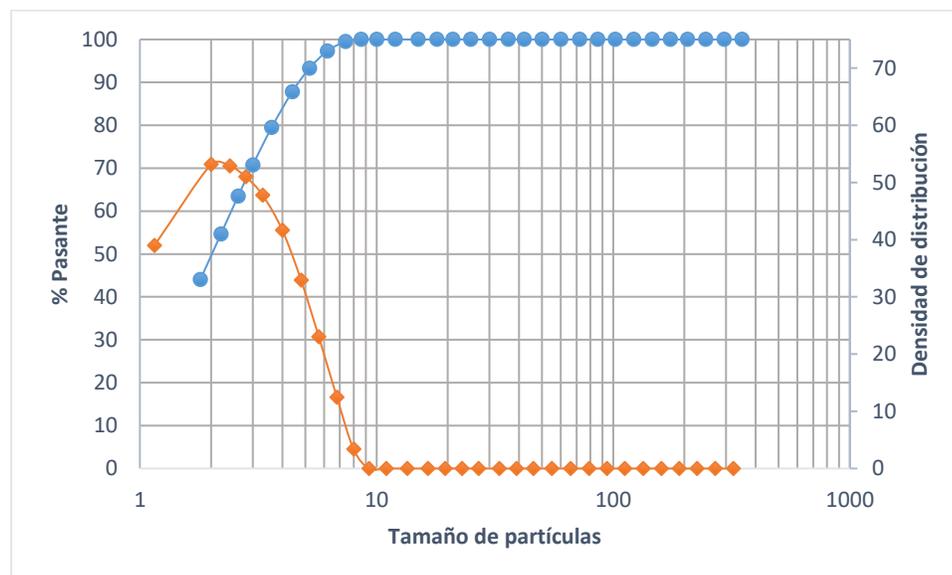
### 3.3 Muestras y reactivos

Los materiales que se emplearon para realizar las pruebas fueron cuarzo y caolinita. El cuarzo fue adquirido como cuarzo técnico con la distribuidora Científica Ltda., mientras que la caolinita fue adquirida a Ward’s Natural Science como Kaolin China Clay LG 500 g, a través de la distribuidora Celestron Ltda.

Se analizó la distribución de tamaños de partículas utilizando el sistema de difracción laser SYMPATEC HELOS donde los resultados se pueden observar en la Figura 23: Análisis granulométrico cuarzo.Figura 23 y en la Figura 24.



*Figura 23: Análisis granulométrico cuarzo.  
Fuente: Laboratorio de sistemas particulados.*



*Figura 24: Análisis granulométrico caolinita.  
Fuente: Laboratorio de sistemas particulados.*

La Tabla 2 resume los valores de  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  y  $d_{80}$  del cuarzo y caolinita, la densidad del cuarzo que se determinó mediante picnometría, además de los valores de potencial zeta que fueron medidos mediante el equipo ZetaCompact Z9000. Además, también se realizó una prueba de difracción de rayos x (DRX) para el cuarzo, la que indicó que la muestra era cuarzo con trazas de muscovita menor al 1%.

Tabla 2: Resumen de caracterización.

<b>Granulometría</b>	<b><math>d_{10}</math></b>	<b><math>d_{50}</math></b>	<b><math>d_{80}</math></b>
Cuarzo	1.26 $\mu$ m	5.69 $\mu$ m	14.22 $\mu$ m
Caolinita	0.8 $\mu$ m	2.02 $\mu$ m	3.65 $\mu$ m
<b>Potencial zeta</b>			
	<b>pH 9</b>	<b>pH 11</b>	
Cuarzo	-30	-27	
Caolinita	-34	-31	
<b>Densidad de sólido</b>			
Cuarzo	2.53 [g/mL]		

Respecto del potencial zeta, los valores encontrados en la literatura dados en la Figura 21 y Figura 22 están en concordancia con los resultados obtenidos experimentalmente.

Los reactivos utilizados en el desarrollo de las pruebas fueron los floculantes Rheomax DR 1050 y el SNF 4096 ambos fueron preparados en una solución madre de 1 g/L empleando agua potable de uso doméstico que se dispone en dependencias de la Universidad de Concepción, Departamento de Ingeniería Metalúrgica.

### 3.4 Equipos y procedimiento

#### 3.4.1 Pruebas de sedimentación

Se estableció la preparación de la pulpa de cuarzo con contenidos de caolinita al 28 %w/w en un volumen total de 700 mL. Esta definición se hizo para cumplir con la cantidad necesaria de material sólido para llenar el recipiente desmontable para realizar el *vane test* del sedimento. El acondicionamiento del pH de la pulpa se ajustó con gotas de hidróxido de sodio (NaOH 1M) para los valores de pH 9 y 11.

Para determinar la velocidad de sedimentación se realizaron pruebas de sedimentación batch con pulpas de cuarzo y con contenidos de caolinita según diseño experimental. Para construir las curvas de sedimentación, se utilizó el equipo Sedirack como se observa en la Figura 25. El equipo registra la altura de la interface sólido-líquido en función del tiempo, el que se fijó en intervalos de 1 segundo. Se modificó los tubos de acrílicos que emplea el equipo, a tubos de diámetro exterior 2 ¼" y desmontables como se indica en la Figura 26; esta división de los tubos en la parte inferior, permite tener un contenedor para realizar pruebas de *yield stress*, mediante *Vane Method*. La ventaja de éste sistema es que permite emplear el sedimento consolidado 17 horas después de realizar la prueba de sedimentación. El tiempo de la prueba fue definido en 17 horas para cumplir con la etapa de consolidación, siendo despreciables las variaciones de compresión del sedimento después de transcurrido dicho tiempo.



*Figura 25: Esquema Sedirack montado.*

*Fuente: Elaboración propia.*

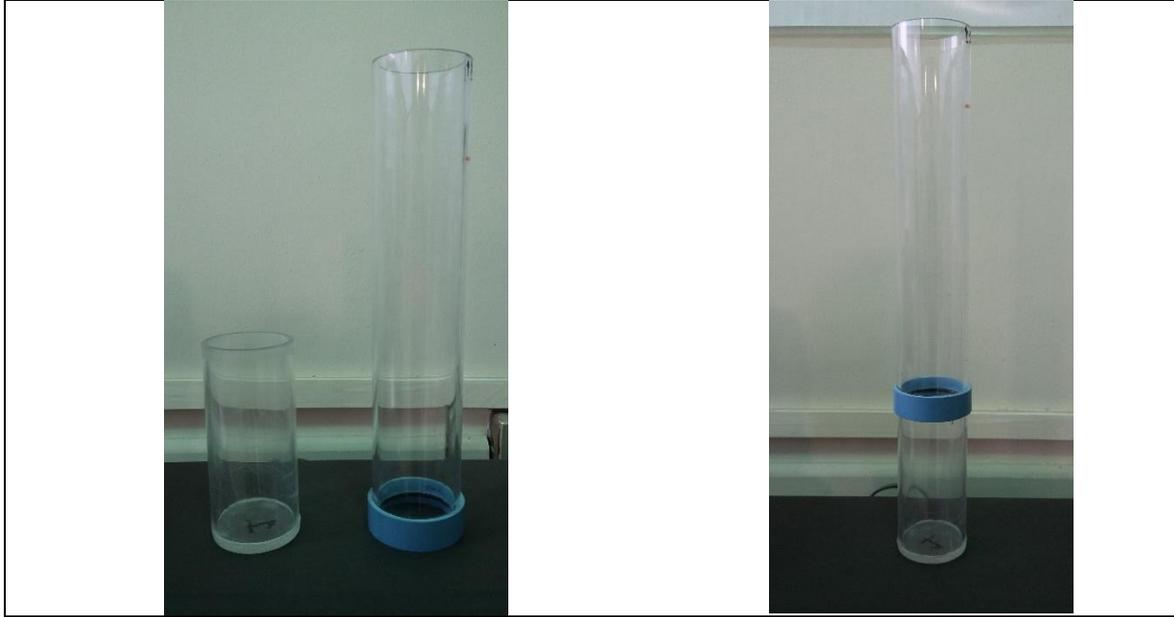


Figura 26: Esquema tubo desmontable.

Fuente: Elaboración propia.

### 3.4.2 Pruebas de Determinación Yield Stress

Para la determinación de *yield stress*, se utilizó el reómetro RT V550 de Hakke, donde se utilizó 3 paletas intercambiables, como se indica en la Figura 27 y Figura 28. El procedimiento es sumergir la paleta en el sedimento, el que consolidó 17 horas, el equipo hace girar la paleta a una velocidad de cizalle constante  $\dot{\gamma} = 0.3 \left[ \frac{1}{s} \right]$  registrando los torques y viscosidad del sedimento a medida que se está llevando a cabo la prueba. Si la velocidad de giro es constante, la curva torque vs tiempo mostrará un máximo después de una región de deformación elástica lineal, para el material que se está trabajando. Con el valor de torque máximo y las dimensiones de las paletas se puede determinar el valor de *yield stress*.



Figura 27: Reómetro RT V550 Hakke.  
Fuente: Elaboración propia.



Figura 28: Paletas FL-1000, FL-100 y FL-11 de izquierda a derecha.  
Fuente: Elaboración propia.

En la Tabla 3, se muestra el nombre o código de cada paleta y las dimensiones de alto y diámetro.

Tabla 3: Dimensiones de cada paleta empleada.

Paleta	Dimensiones	
	H [cm]	D [cm]
FL-1000	0.88	1.0
FL-100	1.6	2.2
FL-11	5	2.2

### 3.4.3 Prueba de turbidez.

Las pruebas de turbidez se realizaron con el fin de evaluar la captación de finos por partes de los reactivos empleados. En anexo 6 se adjunta un ejemplo de cálculo.

Para realizar las mediciones de turbidez se utilizó el turbidímetro TurbiQuant 1100 IR, el que cuenta con una medición máxima de 1100 NTU, este equipo se puede observar en la Figura 29. El acondicionamiento de la muestra para los casos de extrema turbidez es diluir la muestra por un factor de dilución, se agita la muestra, se introduce

inmediatamente en el turbidímetro y se toma la primera medición. Este proceso se repite tres veces.



Figura 29: TurbiQuant 1100 IR.

Fuente: Elaboración propia.

#### 3.4.4 Medición de sólidos totales

Para realizar la medición de sólidos totales, se prepara un volumen de 10 mL representativo del residuo suspendido, luego es evaporada y secada en una cápsula de porcelana a 103-105°C. El incremento del peso de la cápsula representa los sólidos totales.

#### 3.4.5 Gravimetría

La medición del porcentaje de sólidos en el sedimento es mediante gravimetría. La muestra es secada a 60° C en un horno eléctrico durante 6 horas y luego se realiza el cálculo como se indica:

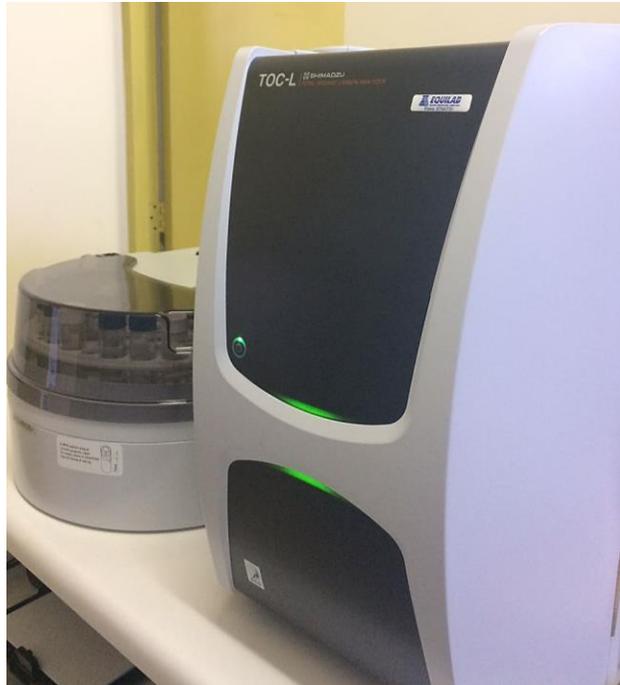
$$W \% = \frac{m_s}{m_s + m_l} * 100 \quad (3.7.1)$$

### 3.4.6 Carbono orgánico total (TOC)

El propósito de medir el contenido de carbono total en el agua clara es relacionar cuanto del floculante adicionado pasa al sedimento y cuando queda en el agua clara.

Para realizar las mediciones de carbono orgánico total en el agua clara, se empleó el equipo TOC-L Shimadzu el que se puede observar en la Figura 30. Éste equipo se ubica en el laboratorio GIBA (Grupo de Ingeniería y Biotecnología Ambiental) en el centro de ciencias ambientales EULA y el equipo es manipulado por una Químico Analista quién sigue un manual internacional para el análisis de las muestras (*“Standard methods for examination of water and wastewater”* [23]).

El procedimiento es inyectar la muestra en una cámara de reacción a 680°C, rellena con un catalizador oxidante. Como consecuencia de ello, la muestra se vaporiza, el carbono total se oxida a CO<sub>2</sub> y se forman otros productos de la reacción. Este CO<sub>2</sub> y subproductos se transportan para eliminar los subproductos de la reacción que podrían interferir en la medición. El CO<sub>2</sub> se mide y sirve para conocer la concentración de TC de la muestra. El TOC se determina por diferencia entre TC e IC, por lo que se debe medir además la cantidad de carbono inorgánico de la muestra. El IC se determina mediante acidificación de la muestra con un ácido fuerte HCl de forma que todo el IC se convierta en CO<sub>2</sub>, que se mide a su vez en el analizador de infrarrojos. En estas condiciones el carbono orgánico no se oxida, por lo que solo se determina el IC.



*Figura 30: Equipo empleado para la medición de carbono orgánico total (TOC-L), Shimadzu*

*Fuente: Elaboración propia.*

Con los resultados de las mediciones de Carbono total (CT), que para este caso solo se pudo medir en las pruebas realizadas con el reactivo SNF 4096, se realizó un balance de masa por Carbono total como se indica a continuación:

$$\begin{aligned}
 [C]_{floculante} * V_{floculante} + [C]_{Agua} * V_{Agua} + [C]_{mezcla\ mineral} * V_{mezcla\ mineral} & \quad 3.4.6-1 \\
 = [C]_{agua\ clara} * V_{agua\ clara} + [C]_{sedimento} * V_{sedimento} &
 \end{aligned}$$

Las variables conocidas son:  $[C]_{floculante}$  ,  $[C]_{mezcla\ mineral}$  ,  $[C]_{Agua}$ , con sus respectivos volúmenes, las variables que fueron medidas experimentalmente es  $[C]_{agua\ clara}$  y altura del sedimento para calcular el volumen del mismo, por lo que la incógnita en el balance de masa es la concentración de Carbono en el sedimento ( $[C]_{sedimento}$ ). En el anexo 7 se indican los valores de  $[C]_{floculante}$  y  $[C]_{mezcla\ mineral}$  que fueron considerados para el balance.

Se decidió presentar los resultados como la razón entre la masa de Carbono total en el sedimento y la masa de Carbono total que está en el sistema, interpretando estos resultados como una eficiencia de adsorción de carbono al sedimento.

## Capítulo 4: Resultados y discusiones.

En este capítulo se presentan los resultados experimentales de las pruebas realizadas, se presentó el promedio del duplicado de cada ensayo como resultado final, aquellos resultados que tuvieron una desviación relativa mayor al 5% fueron realizadas por triplicado.

### 4.1 Resultados para las pruebas con floculante Rheomax DR 1050.

A continuación, se presenta la Figura 31: Velocidad de Sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH. donde se puede apreciar los resultados de velocidad de sedimentación en función del contenido de caolinita, donde se observa un aumento de la velocidad de sedimentación de las pruebas realizadas a valores de pH 11 respecto de las de pH 9.

Al observar la Figura 22 y al comparar los valores de potencial zeta en función del pH 9 y pH 11, las partículas de cuarzo adquieren una carga eléctrica superficial más negativa a valores de pH 11; éstas comienzan a repelerse con mayor fuerza manteniéndose más alejadas unas de otras, por lo que cuando se adiciona el floculante, a éste le resulta más difícil adsorberse en la superficie del mineral para llevar a cabo la floculación. Sin embargo, en esas condiciones al floculante se le facilita interactuar con las partículas de mayor masa ya que sufren menor arrastre hidrodinámico en el sistema, mientras que para los finos resulta más difícil interactuar producto del alto movimiento y arrastre hidrodinámico de la pulpa, debido a esto, resulta en una menor probabilidad de formar un flóculo. Sumado a lo mencionado anteriormente, para las pruebas de pH 11 se alcanzó altos niveles de turbidez, es decir, una mala floculación de la fracción fina, esto se puede observar en la Figura 32.

Por lo tanto, se alcanza una mayor velocidad de sedimentación para valores de pH 11 producto de una floculación de la fracción de partículas de mayor tamaño de la distribución las que son identificadas como la interfaz de descenso, mientras que, la fracción fina queda en suspensión contribuyendo a la alta turbidez del agua clara.

Cuando el sistema está a pH 9, la dispersión disminuye por lo que la floculación es se incrementa para los finos, por lo que resulta en menores velocidades de sedimentación y bajo niveles de turbidez del agua clara.

Por otra parte, las velocidades de sedimentación no sufren mayor cambio con el contenido de caolinita dentro de los rangos estudiados, a excepción de la prueba de 35 g/t y pH 11 la que con un 0.5% de caolinita disminuye su velocidad en un 22% respecto a cero contenidos de caolinita para luego mantenerse constante su velocidad de sedimentación, este efecto se puede observar en la Figura 31.

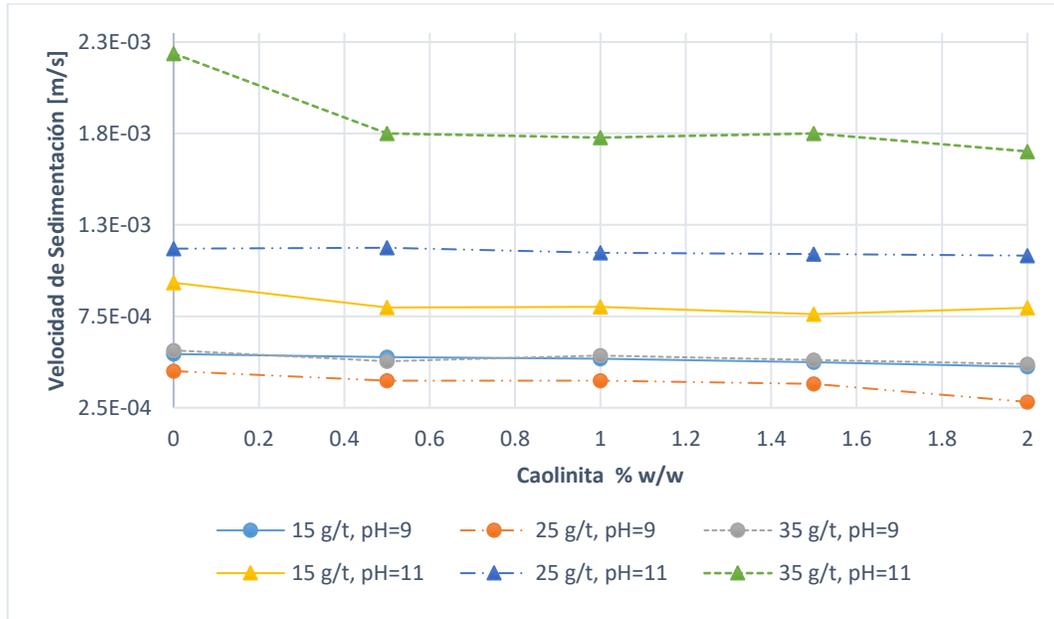


Figura 31: Velocidad de Sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 32, se indican los resultados de turbidez donde se ve una relación de aumento de turbidez con el aumento de la dosis de floculante para pH 11, para la prueba de 35 g/t se tiene la mayor velocidad de sedimentación, debido a que la floculación se da con la fracción más gruesa de la suspensión la que le atribuye este comportamiento, pero al mismo tiempo resulta un agua clara de mayor turbidez, siendo efectos contraproducentes, es decir, un efecto positivo mayor velocidad de sedimentación y negativo alta turbidez.

La turbidez para las pruebas realizadas a pH 9 se mantuvieron cercanas entre sí para todas las dosis y en bajos niveles de turbidez; el floculante es capaz de reaccionar tanto con gruesos y finos, adquiriendo menores velocidades de sedimentación, pero con menos turbidez del agua clara.

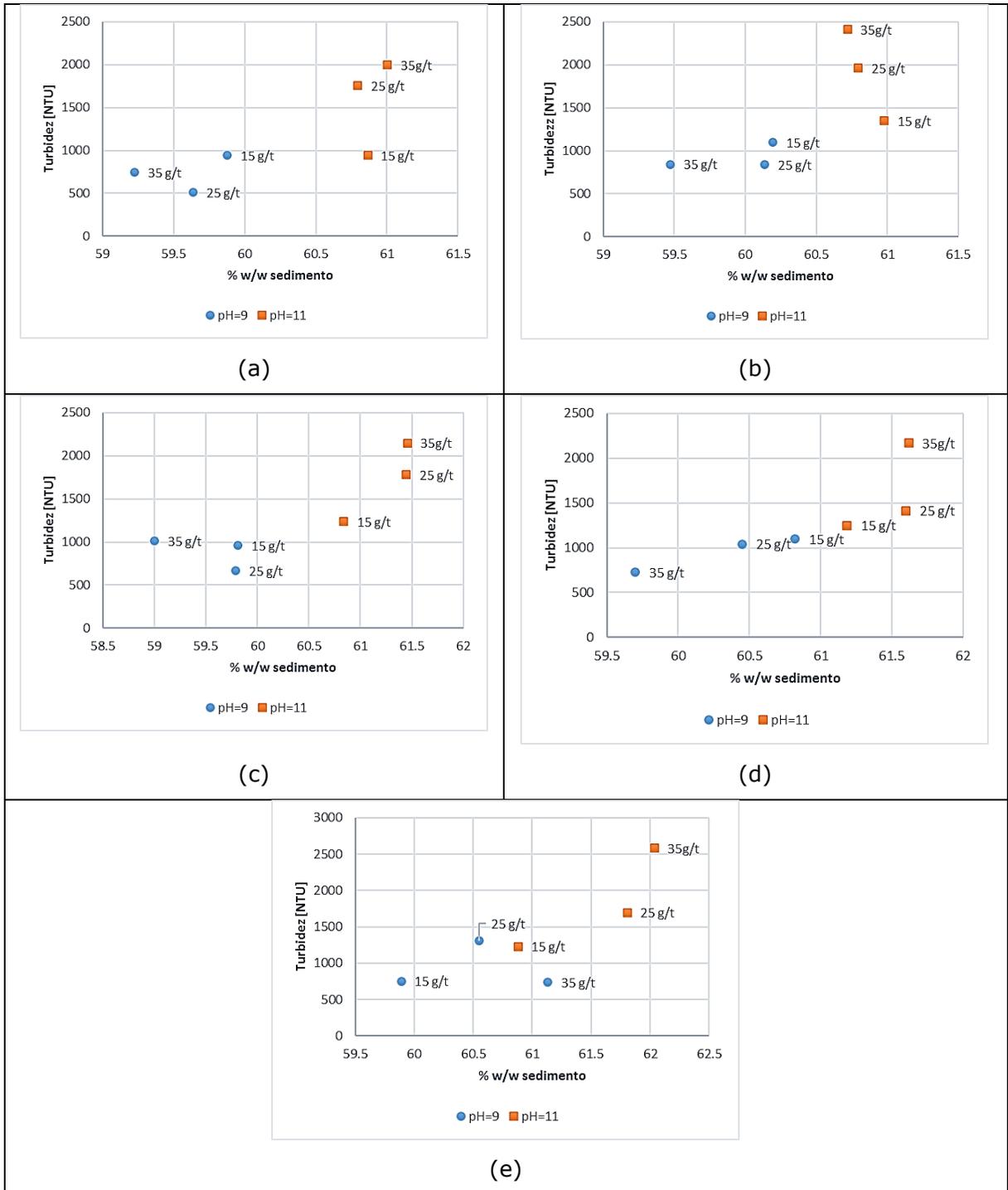


Figura 32: Variación de la turbidez con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

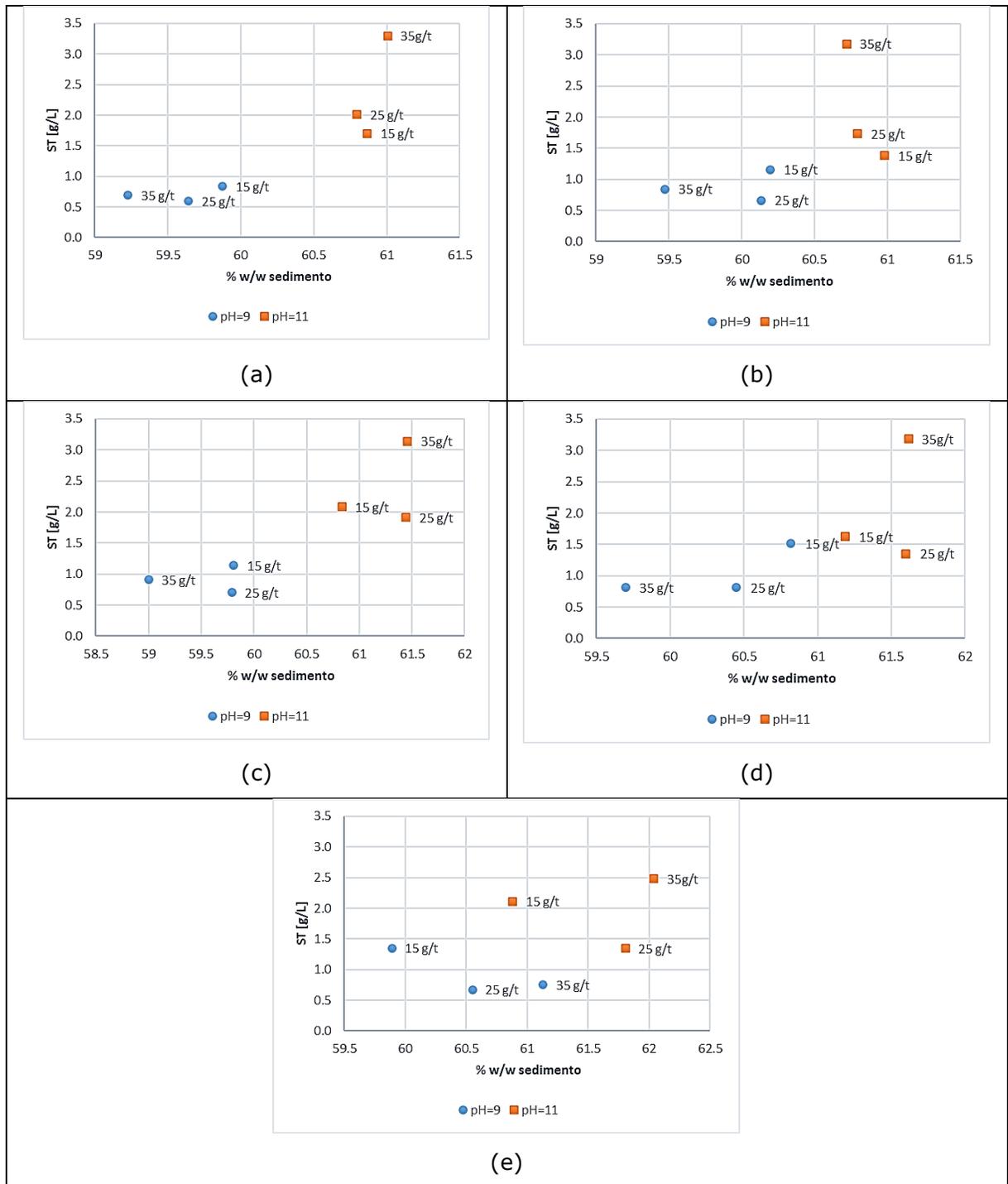


Figura 33: Variación de sólidos totales con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

Dentro de los análisis de agua clara también se realizó un análisis de sólidos totales; estos resultados revelan que para valores de pH 11 se tienen mayores sólidos en suspensión en comparación con las pruebas de pH 9. Además, en la Figura 33 se

observa que las pruebas realizadas a pH 9 y dosis de 25g/t y 35g/t resultaron con la menor cantidad de sólidos totales y se evidencia una eficiente floculación ya que el sistema es menos disperso dado por la condición de menor magnitud de fuerzas repulsivas entre partículas (capa eléctrica superficial).

En la Figura 34 se observan los resultados de *yield stress* del sedimento, donde se aprecia el claro efecto del pH de la suspensión, a valores de pH 11 se disminuyen considerablemente los valores de *yield stress*, siendo estos un 50% menores que los obtenidos a pH 9, para todas las dosis de caolinita. Este comportamiento se debe a la alta dispersión del sistema que se tiene a valores de pH 11, al tener un sistema de alta dispersión las fuerzas repulsivas hacen un aporte adicional que ayudan a alcanzar el valor del *yield stress*, haciendo que éste disminuya.

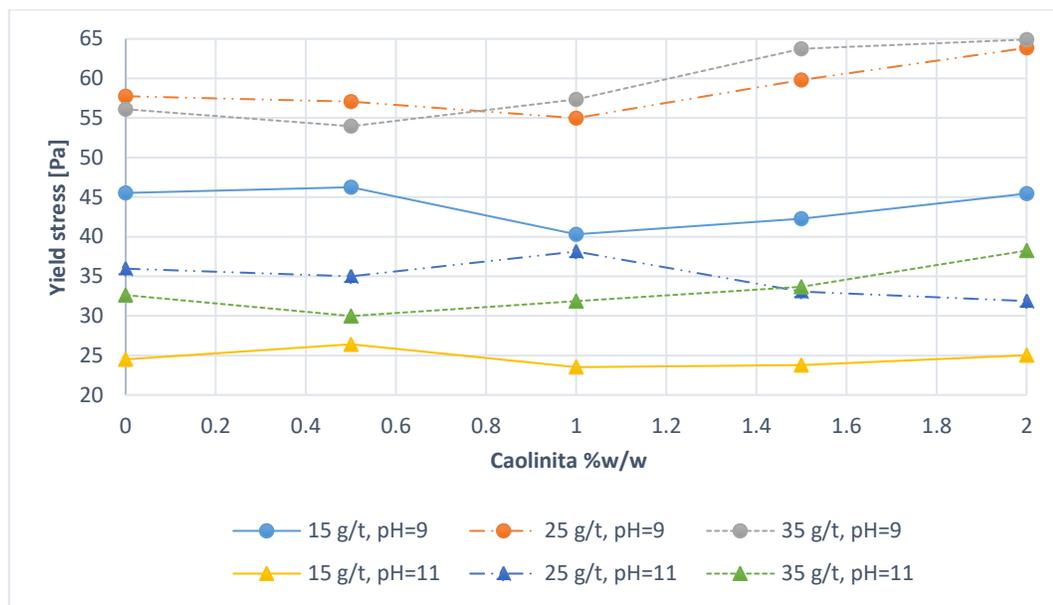


Figura 34: Yield stress en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 34, se observa el efecto de la dosis de floculante, para una dosis de 15 g/t y todos los contenidos de caolinita, los valores de *yield stress* están bajo los resultados obtenidos con las dosis de 25 y 35 g/t. Esto debido a que existe un aumento de la viscosidad del sedimento a medida que se aumenta la dosis de floculante.

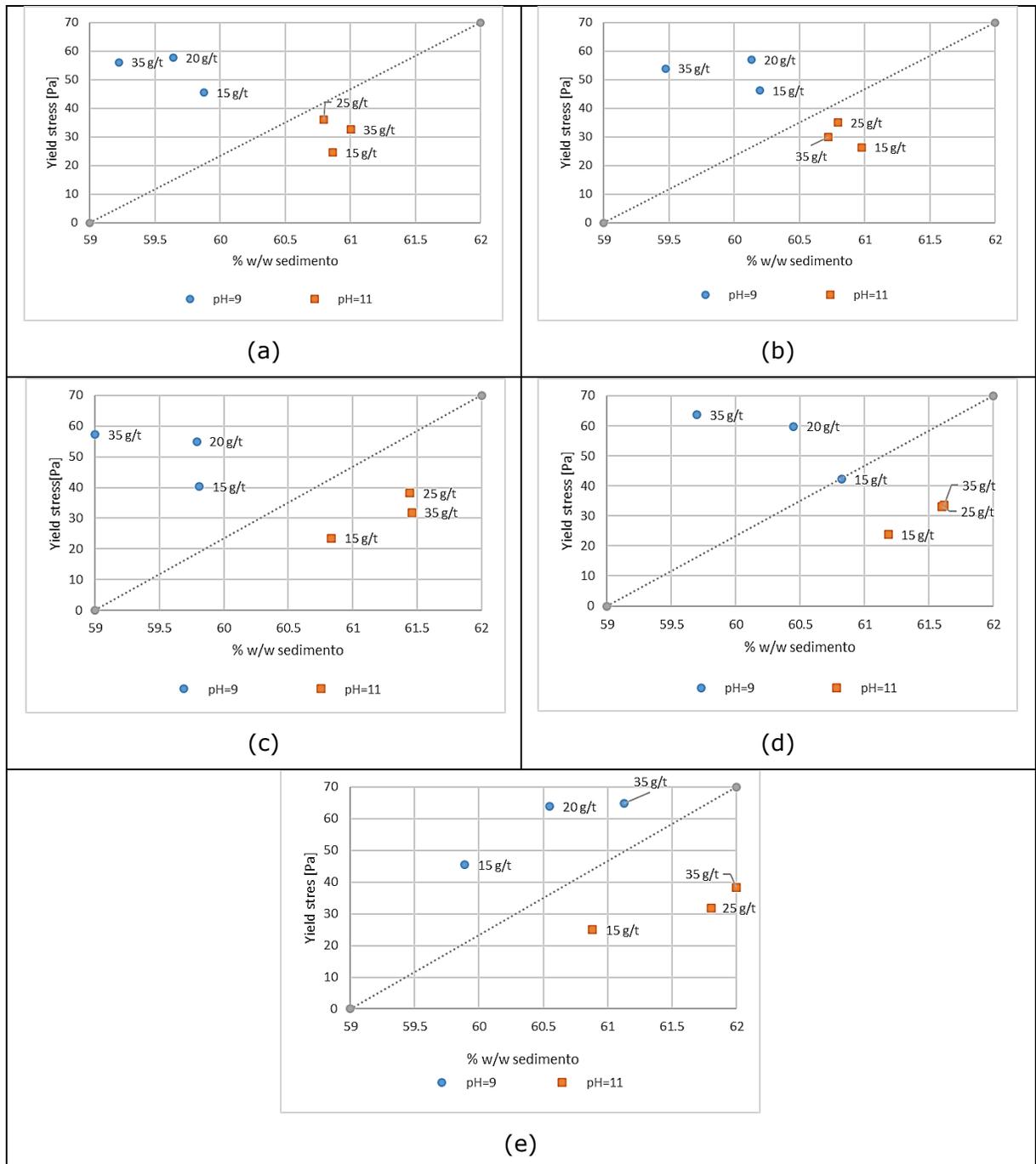


Figura 35: Variación del yield stress respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2%w/w.

En la Figura 35, se observan los resultados de *yield stress* separados según el contenido de caolinita y en función del porcentaje de sólidos del sedimento. Se visualiza que, para cada contenido de caolinita, los resultados se segregaron en dos zonas que están divididas por una línea recta.

Los mayores porcentajes de sólido que se alcanzaron en el sedimento fueron a valores de pH 11, al mismo tiempo que se obtuvo los menores valores de *yield stress*, todo esto respecto a los resultados obtenidos a valores de pH 9.

Por otra parte, los ensayos realizados a pH 9 dieron como resultados menores porcentajes de sólidos en el sedimento y *yield stress* mayores. El tener altos porcentajes de sólidos en el sedimento tiene un efecto positivo en el proceso, ya que permite mayor capacidad de tratamiento y una mayor recuperación de agua que es recirculada al sistema; al mismo tiempo que el sedimento tenga menores *yield stress* es positivo ya que demanda un menor consumo de energía para el sistema de rastras del espesador.

Por lo tanto, se puede suponer que Rheomax forma estructuras estables con el sólido, bien consolidada y con altas fuerzas de atracción lo que determina los altos valores de *yield stress*; fundamentado por la adsorción del floculante como una floculación por puente entre parte de la larga cadena del floculante con los iones de oxígeno presentes en la superficie de las partículas a través de puentes de hidrógenos, así también el potencial zeta de las partículas y como éste se ve afectado a medida que se incrementa el pH.

#### **4.2 Resultados para las pruebas con floculante SNF 4096.**

A continuación, se presentan los resultados obtenidos empleando floculante catiónico SNF 4096.

En la Figura 36 se observa los resultados de la velocidad de sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH; la velocidad de sedimentación para la prueba de 60 g/t de floculante y pH 11 no pudo ser cuantificada debido a la alta dispersión del sistema, no se identificó la interfaz sólido- líquido por lo que no se pudo medir.

En los resultados de las pruebas realizadas a valores de pH 11 se observa un aumento de la velocidad de sedimentación en promedio de un 60% más para la dosis de 130 g/t respecto de la prueba con 100 g/t; lo que se mantiene para todos los contenidos de caolinita.

Para los resultados obtenidos a valores de pH 9 se observa que para 60 g/t la velocidad de sedimentación se ve disminuida considerablemente en comparación con

las dosis de 100 y 130 g/t. Esto se debe que con 60 g/t no se tiene suficiente floculante para flocular el sistema, quedando partículas minerales no floculadas las que debido a su bajo peso relativo no sedimentan como los flóculos, retrasando la velocidad de avance de la interfaz sólido-líquido.

Para todas las pruebas realizadas se observa una tendencia a disminuir la velocidad de sedimentación conforme se agrega más caolinita al sistema. Particularmente, la prueba realizada con 130 g/t y pH 9 es donde más se observa esta disminución, siendo esta de un 57% menos respecto de 0% de caolinita; este comportamiento se debe a que como se tiene un alto contenido de floculante en el sistema, se da el fenómeno de re estabilización, es decir el floculante se adsorbe completamente en las partículas individualmente y no generan grandes flóculos sino que micro flóculos que son débiles.

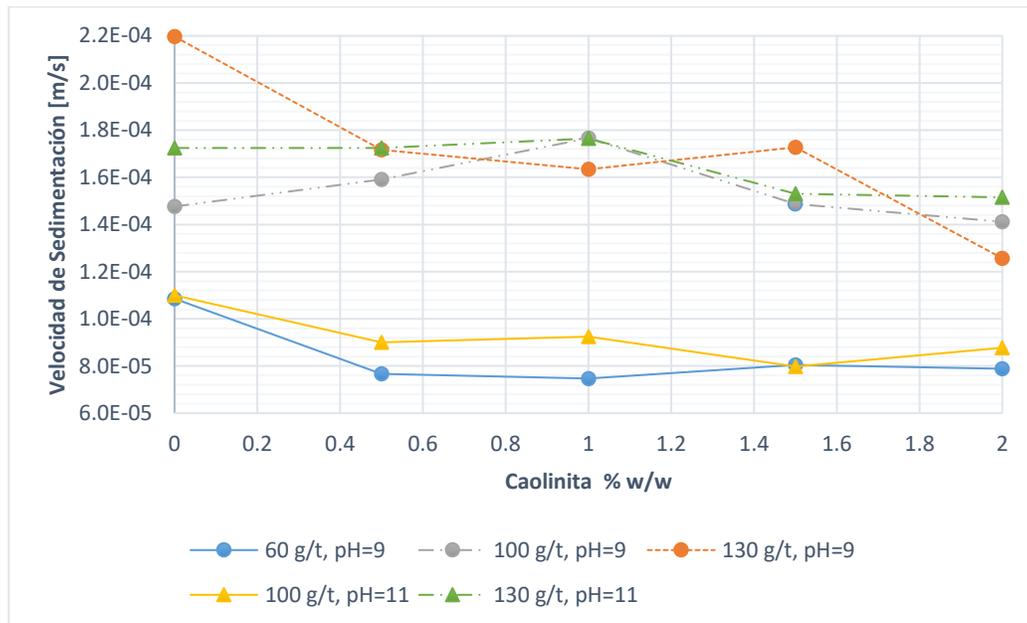


Figura 36: Velocidad de sedimentación en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH.

Fuente: Elaboración propia.

El floculante SNF 4096 (catiónico) a diferencia del Rheomax DR 1050, interactúa con las partículas minerales principalmente por atracción electrostática, debido a la carga eléctrica superficial negativa de las partículas minerales y la carga positiva de la estructura del floculante. Como se observa en la calidad del agua clara, Figura 37, ésta mejoró considerablemente en comparación con los resultados obtenidos con Rheomax, para pH 9 todos los resultados de las pruebas estuvieron en una turbidez menor a 70

NTU, mientras que para pH 11, las pruebas con 60 g/t de floculante se alejó a valores por sobre los 3000 NTU, lo que tiene relación con la alta dispersión del sistema. A pesar de tener un floculante favorable por atracción electrostática, con 60 g/t no era suficiente para contrarrestar las fuerzas de repulsión del sistema. Con 100 y 130 g/t a pH 11 hay una notable mejora con niveles de turbidez no mayores a 1500 NTU.

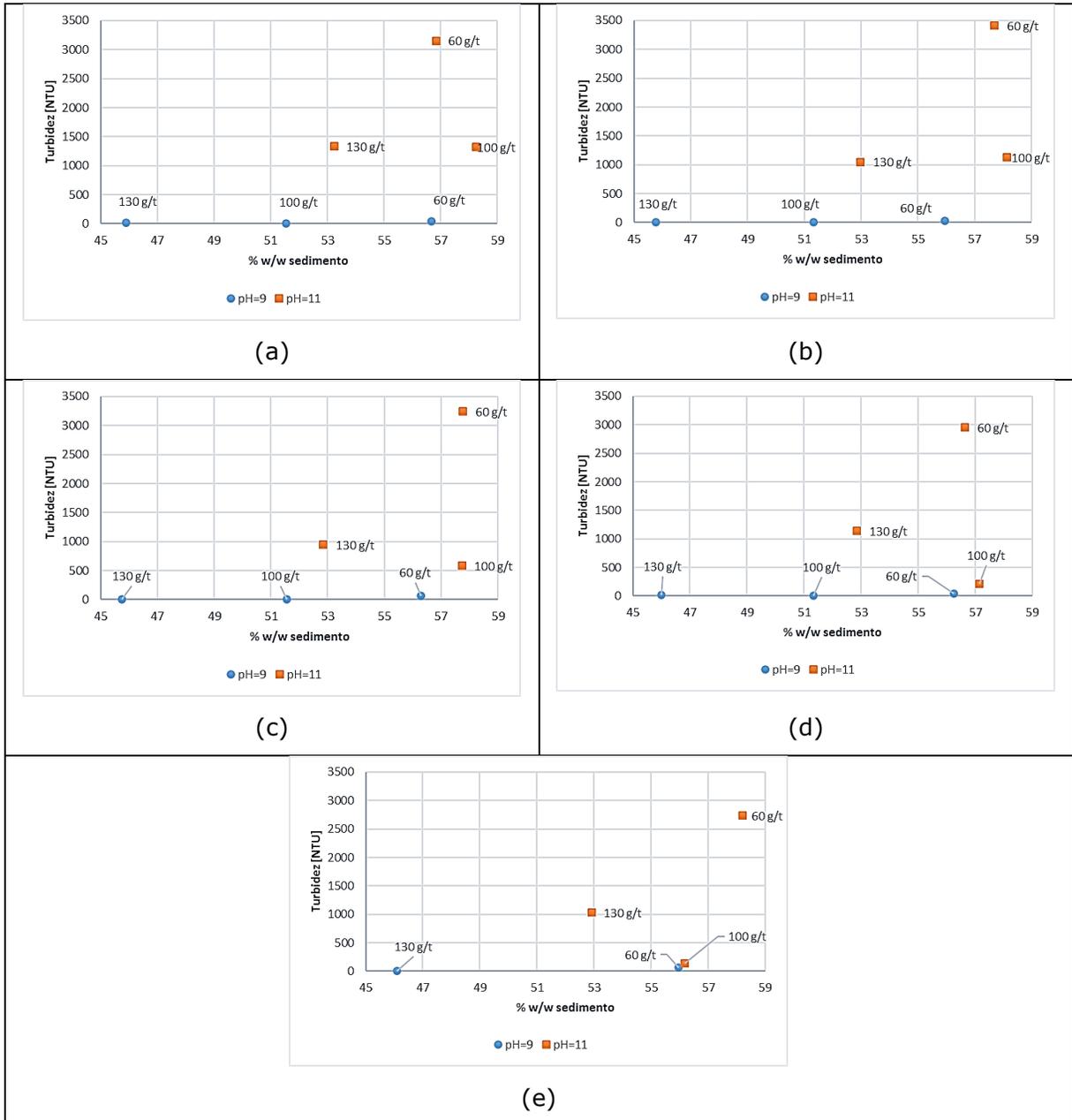


Figura 37: Variación de la turbidez con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 38 se presentan los resultados de sólidos totales del agua clara. La totalidad de las pruebas realizadas a pH 9 presentaron niveles bajos de sólidos totales, menor a 0.5 g/L, mientras que para pH 11 se tiene una mayor cantidad de sólido totales en el agua clara, la prueba de 60 g/t y pH 11 es la que más se aleja de los resultados, producto de la dispersión del sistema para ese valor de pH.

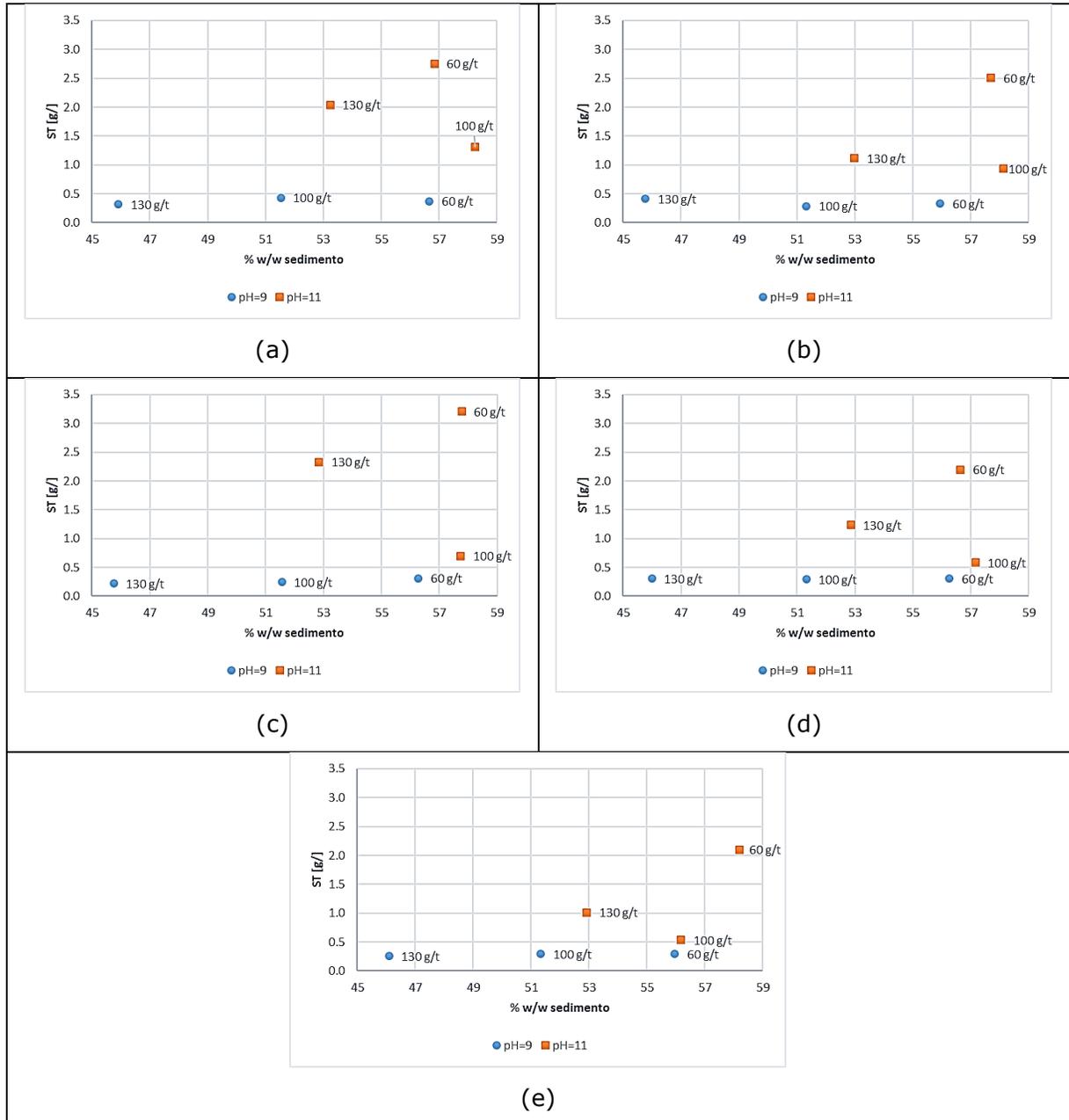


Figura 38: Variación de sólidos totales con respecto al porcentaje de sólidos en el sedimento, para valores de pH de 9 y 11, con porcentajes de caolinita de: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 39 se observa los resultados de *yield stress* de las pruebas realizadas con el floculante SNF 4096. Para las pruebas realizadas a valores de pH 9 se observó que a medida que se dosificó mayor floculante fue en aumento el *yield stress*. El aumento de dosis de floculante se relaciona con el aumento de viscosidad del sedimento, los enlaces que se generan entre el floculante y partículas son las responsables de éste aumento de la viscosidad, los que le otorgan un incremento del *yield stress*.

Para las pruebas realizadas a pH 11, se tiene la misma tendencia de aumento de *yield stress* con el aumento de la dosis de floculante.

El pH no tiene un efecto notorio en el *yield stress*, es mucho más significativo la dosis de floculante. Por otra parte, las curvas de misma dosis y distinto pH se mueven en vecindades cercanas, por ejemplo, las pruebas con dosis de 130 g/t están muy cercanas y por sobre todas las demás con los mayores valores de *yield stress*.

Respecto del contenido de caolinita, en el paso de 0 a 0.5% w/w de caolinita se aprecia una disminución en los valores de *yield stress* para todas las pruebas, sin embargo, para mayores contenidos se tiende a un aumento de los valores de *yield stress*. De modo global, para los niveles de caolinita estudiados no son concluyentes las tendencias y más bien se podrían asumir como constantes en un rango más menos de 15%.

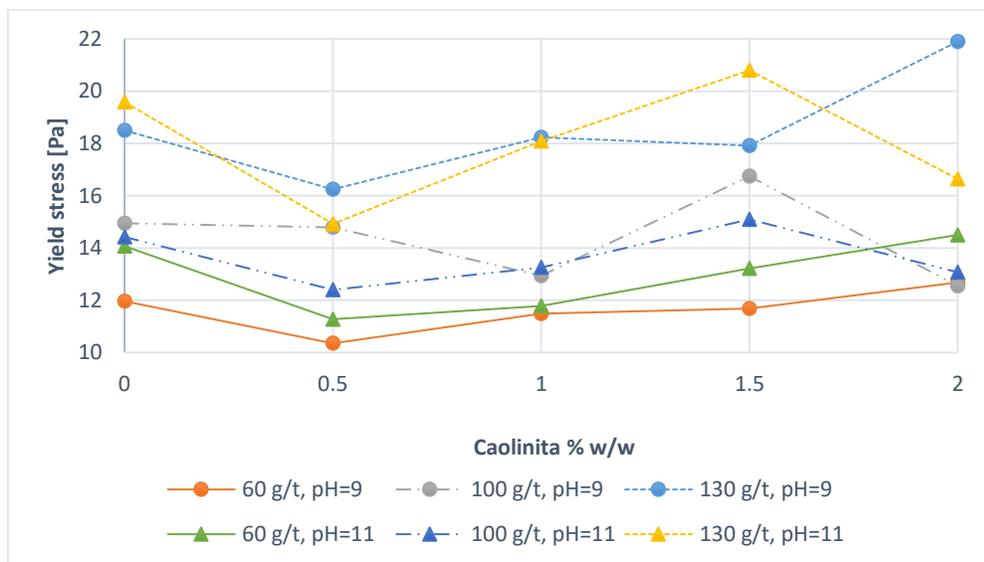
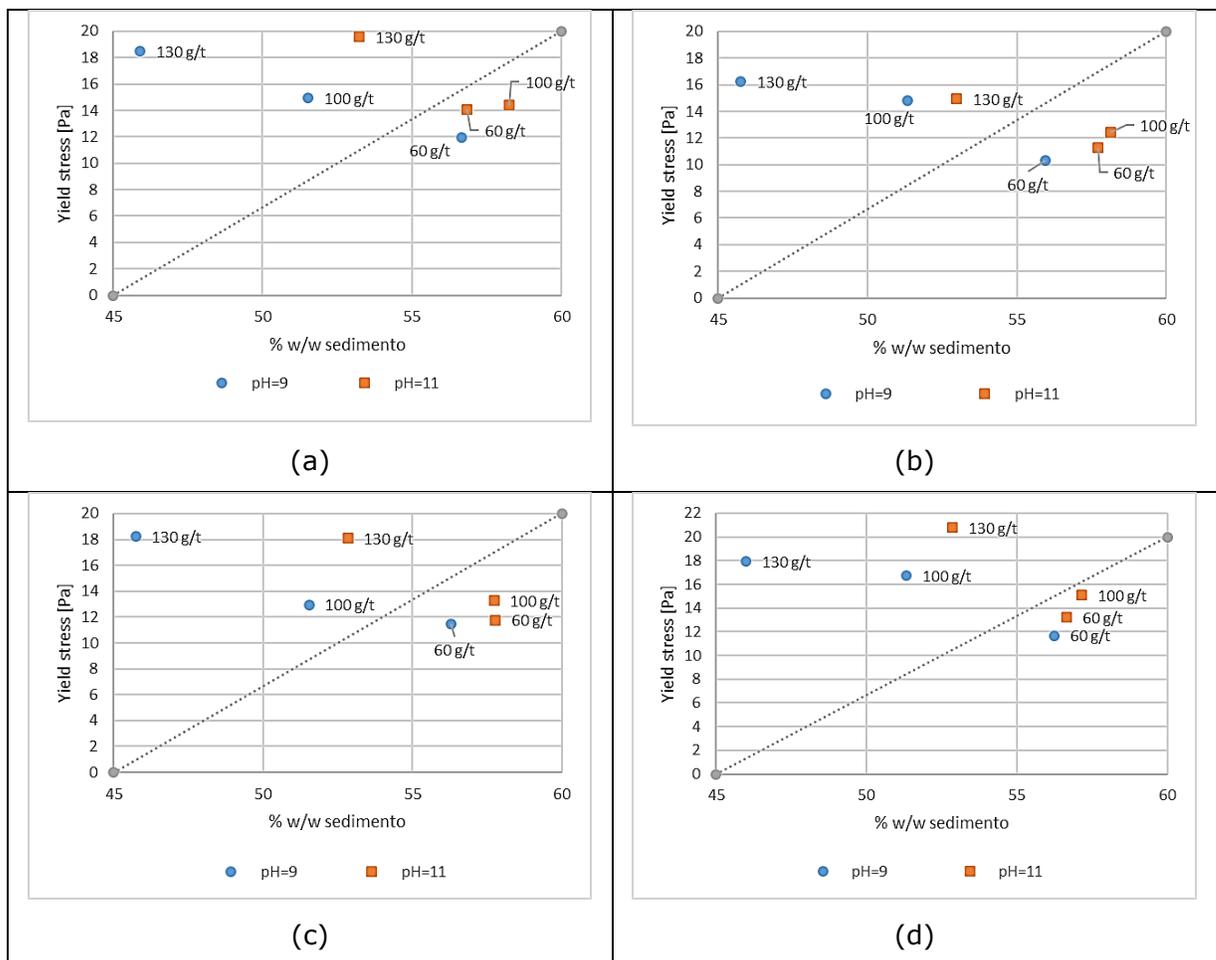


Figura 39: Yield stress en función del contenido de caolinita para cada dosis de floculante y pH.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 40 se observa una recta divide en dos zonas respecto del pH de la prueba. Para pH 11 se alcanzan mayores porcentajes de sólido en el sedimento para 60 y 100 g/t. Para la prueba de 60 g/t y pH 9 también arroja mayores porcentajes de sólido en el sedimento. Sin embargo, se observa que con dosis de 130 g/t se alcanzan los menores porcentajes de sólidos en el sedimento, es decir hay menor consolidación, esto tanto para pH 9 y pH 11. El resultar con menores porcentajes de sólidos en el sedimento tiene un efecto negativo, ya que disminuye la recuperación de agua y la capacidad de un espesador; SNF 4096 a pesar de tener una muy buena calidad de agua clara, su consolidación es muy baja.



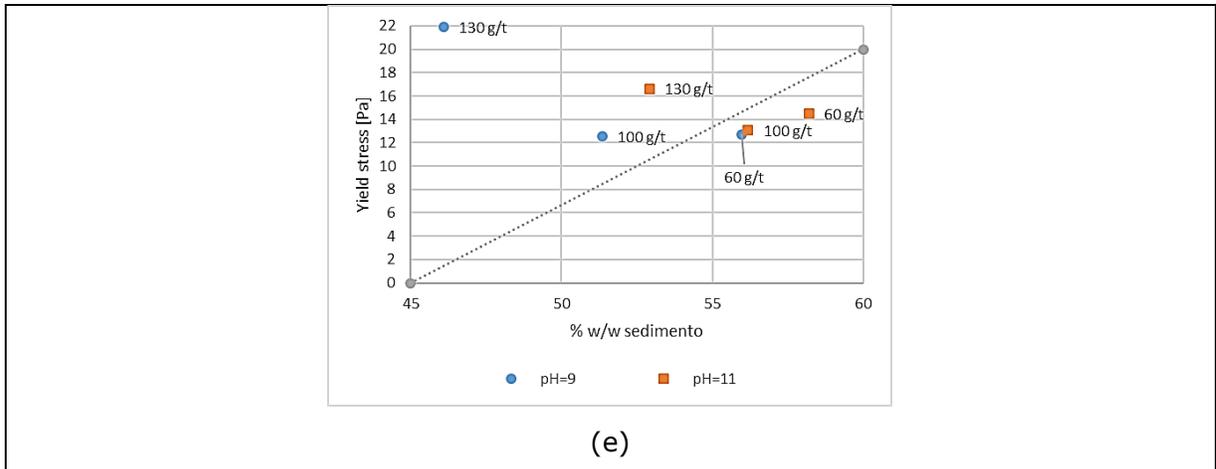


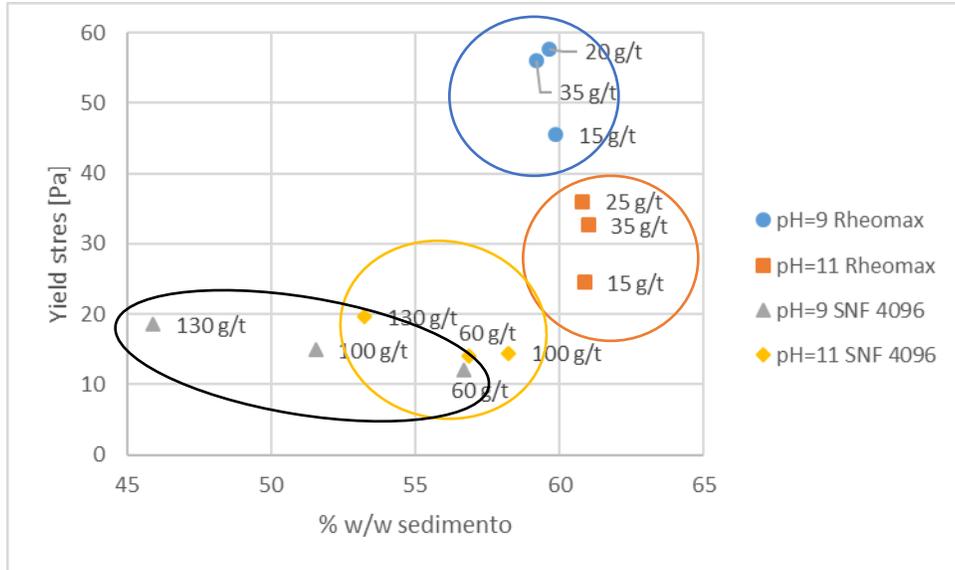
Figura 40: Yield stress para cada composición de caolinita, a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

Fuente: Elaboración propia.

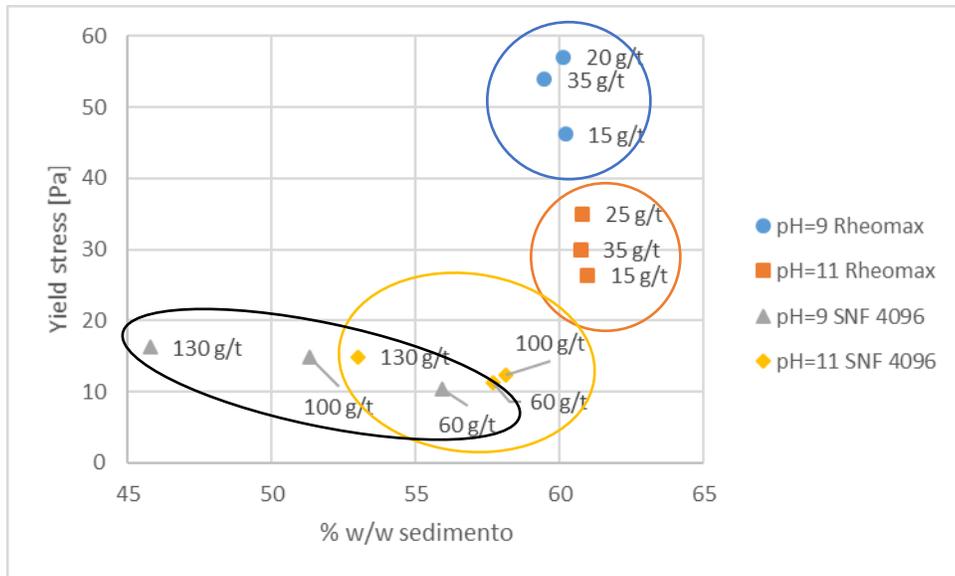
En la Figura 41 se unificaron los resultados del *yield stress* obtenidos con Rheomax y SNF 4096, donde se esquematizó cuatro zonas en donde se agruparon los resultados dependiendo de cada condición de prueba.

Comparando los floculantes empleados, Rheomax permite lograr mayores porcentajes de sólidos en el sedimento, lo que es beneficioso en la capacidad de tratamiento y recuperación de agua, pero al mismo tiempo resulta en altos valores de *yield stress*.

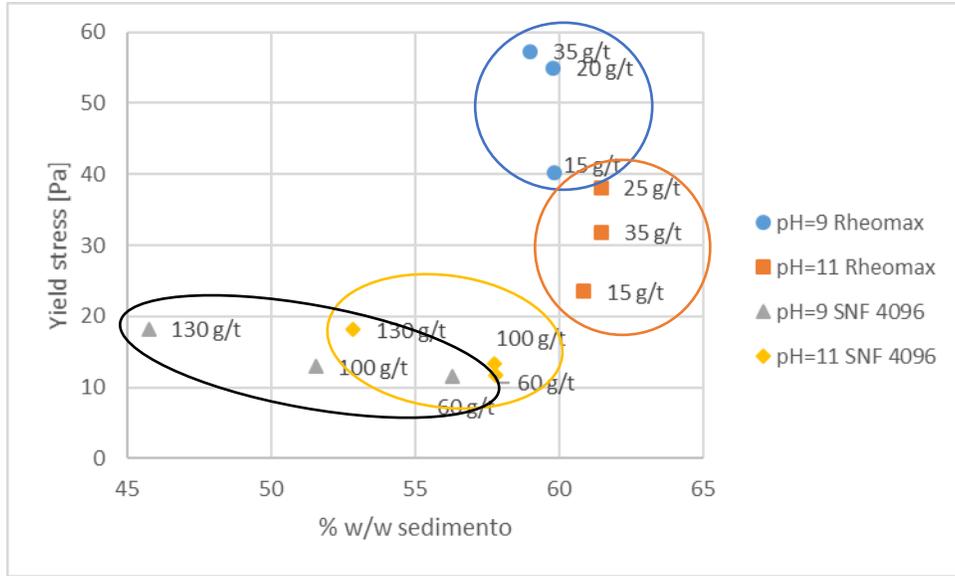
SNF 4096 tiene la gran ventaja que los valores de *yield stress* son del orden de 15 Pa comparados con 50 Pa obtenidos con Rheomax, sin embargo, la consolidación de los sedimentos es deficiente, lo que limita la recuperación de agua y capacidad de tratamiento.



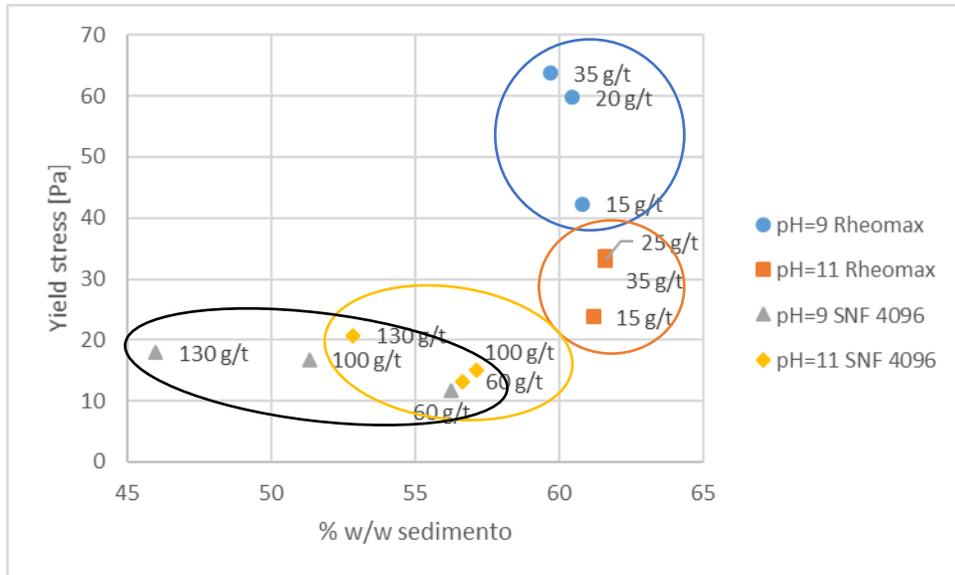
(a)



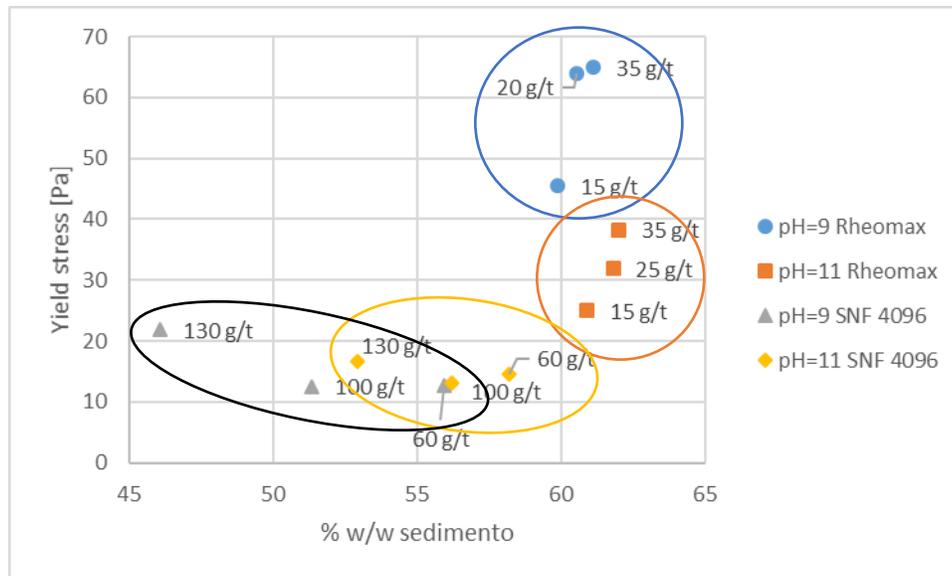
(b)



(c)



(d)



(e)

Figura 41: Efecto del Floculante Rheomax y SNF 4096 para cada composición de caolinita: a) 0%, b) 0.5%, c) 1%, d) 1.5% y e) 2% w/w.

Fuente: Elaboración propia.

A continuación, se presentan los resultados del análisis de carbono total en las muestras de agua clara para las pruebas realizadas con el floculante SNF 4096.

En la Figura 42 se observa la razón entre la masa de Carbono en el sedimento y la masa de Carbono que está presente en el sistema versus el contenido de caolinita en la pulpa. Se distingue que conforme aumenta el %w/w de caolinita, disminuye la eficiencia de adsorción de carbono en el sedimento siendo en la prueba de 130 g/t y pH 11 donde más se acrecienta dicho efecto. Por otra parte, se observa que para valores de pH 9 mejora considerablemente la eficiencia de adsorción de carbono al sedimento, es decir, el floculante adicionado al sistema logra ser adsorbido en la superficie de las partículas minerales quedando principalmente ahí alojados y no reportando en el agua clara; caso contrario ocurre con las pruebas realizadas a valores de pH 11 donde claramente se ve disminuida la eficiencia de adsorción de carbono en un 50% promedio. La razón por la que se da este efecto del pH es por la dispersión del sistema, al tener un sistema poco disperso en el caso de pH 9 el floculante adicionado puede interactuar electrostáticamente con las partículas minerales logrando ser adsorbidas en su gran mayoría, sin embargo para un sistema de alta dispersión, de pH 11, las fuerzas repulsivas entre las partículas minerales entorpecen la acción del floculante, haciendo

que sea más difícil llevar a cabo la floculación bajando así la eficiencia de adsorción del carbono.

Para las pruebas realizadas a pH 9, se observa que para las dosis de 130 g/t se tiene la mejor eficiencia de adsorción siendo de un 67% en promedio para los distintos contenidos de caolinita, mostrando mejor desempeño que la prueba realizada con 100 g/t, mientras que para las pruebas realizadas a pH 11, se observa una considerable disminución de la eficiencia de adsorción para la dosis de 60 g/t, sin embargo, mejora alrededor de un 200% más con 100 g/t y 130 g/t alcanzando un 35% de eficiencia de adsorción en promedio para todos los contenidos de caolinita.

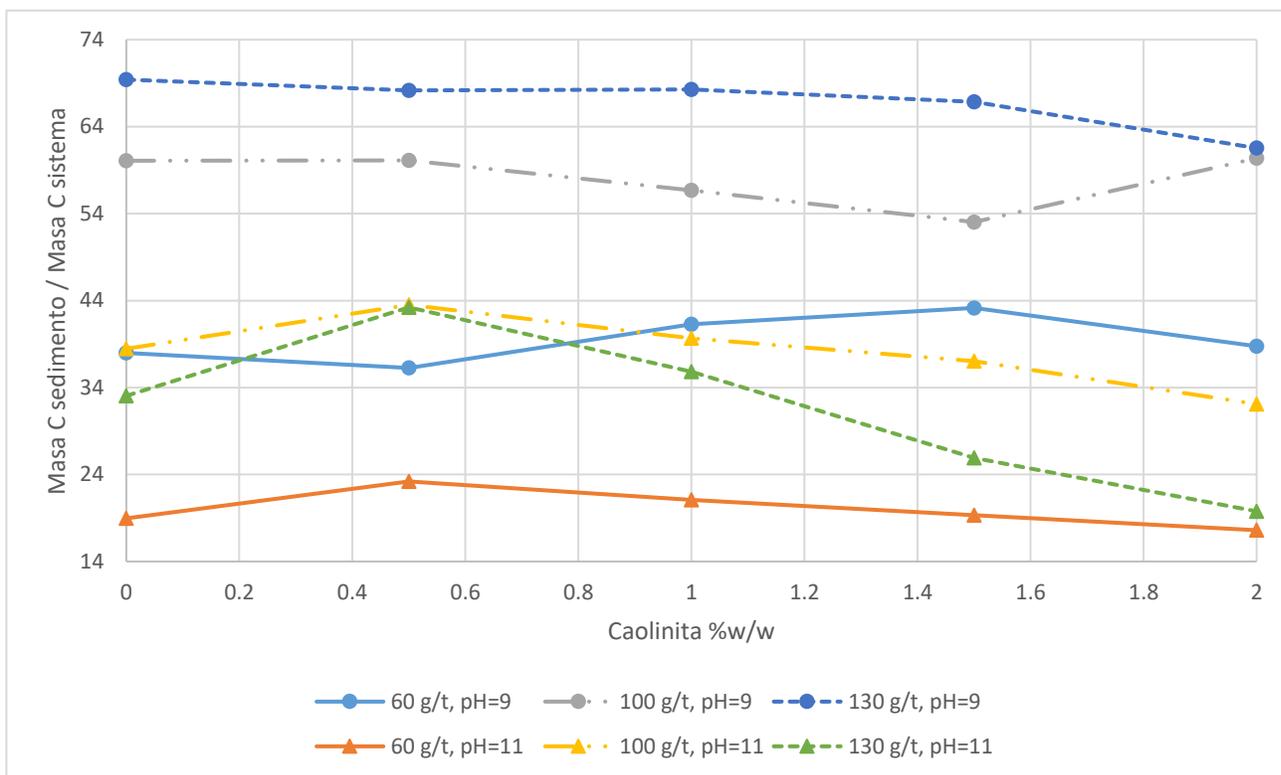


Figura 42: masa C sedimento / masa C sistema vs contenido de Caolinita %w/w.

Fuente: Elaboración propia.

En la Figura 43 se presentan los resultados de *yield stress* vs la eficiencia de adsorción de carbono. Para las pruebas realizadas a valores de pH 9 se observa una proporcionalidad directa entre la eficiencia de adsorción, dosis de floculante y el valor de *yield stress* del sedimento, es decir, se tienen mayores valores de *yield stress* con la

mayor dosis de floculante que resulta en la mayor eficiencia de adsorción. Para valores de pH 11 se tienen valores de *yield stress* similares tanto para una eficiencia de adsorción de 20 y 38%; por otra parte, la prueba realizada con 130 g/t muestra una mayor dispersión de los resultados de eficiencia de adsorción de carbono, sin embargo, todos valores de *yield stress* están por sobre los obtenidos con 60 g/t y 100 g/t.

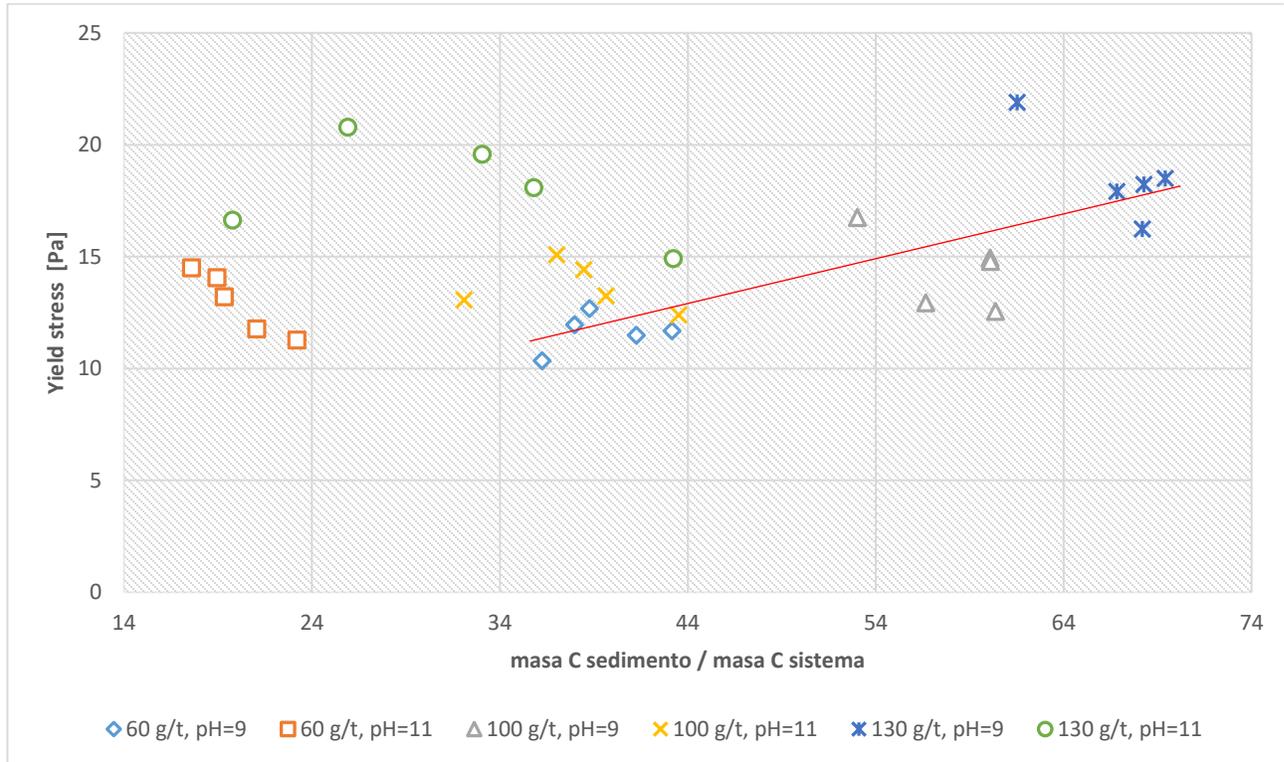


Figura 43: Yield stress vs masa C sedimento/ masa C Sistema.

Fuente: Elaboración propia.

## Capítulo 5: Conclusiones

Para Rheomax DR 1050 se tiene:

1. Para los contenidos de caolinita estudiados, no se observaron cambios significativos en la velocidad de sedimentación ni en el *yield stress*.
2. Para valores de pH 11 se alcanzaron mayores velocidades de sedimentación, debido a una floculación principalmente de la fracción de partículas de mayor tamaño dentro de la distribución, las que fueron identificadas como la interfaz de descenso, mientras que la fracción de partículas finas quedó en suspensión contribuyendo a la alta turbidez del agua clara.
3. Los resultados de turbidez evidenciaron altos niveles de turbidez para valores de pH 11 respecto al pH 9, lo que resulta en un efecto negativo por la mala calidad del agua clara. Esto debido a la dispersión del sistema y las altas fuerzas de repulsión entre las partículas minerales que impiden llegar a cabo eficientemente la floculación. Este comportamiento también se reafirma con el análisis de sólidos totales que se realizó.
4. El pH tuvo un efecto en reducir los valores del *yield stress*, se observó una reducción en torno al 50% en los valores de *yield stress* de las pruebas realizadas a valores de pH 11 respecto de las realizadas a valores de pH 9. Lo que es un efecto positivo ya que permite reducir el consumo de energía del sistema de rastras y ayuda a la operación en el control de los embancamientos.
5. Se evidenció mejores resultados en la consolidación del sedimento respecto del floculante SNF 4096, lo que tiene un efecto positivo ya que permite un aumento de la capacidad de tratamiento y recuperación de agua para recircular al sistema.

Para SNF 4096 se tiene:

1. En las pruebas realizadas y dentro de los niveles de las variables estudiadas se observó una tendencia a disminuir la velocidad de sedimentación conforme se aumenta el contenido de caolinita en el sistema.
2. En el caso del *yield stress* no se observaron cambios significativos para los contenidos de caolinita estudiados.
3. En la turbidez se observó una eficiente captación de finos llegando a niveles de turbidez del orden de 70 NTU para pH 9 y 1000 NTU para pH 11, lo que tiene un efecto positivo porque permite tener una recuperación de agua para recircular al sistema de buena calidad.
4. El pH no tiene un efecto notorio en los valores de *yield stress*, es mucho más significativa la dosis de floculante, es decir, se observó mayor aumento de *yield stress* a medida que se incrementó la dosis de floculante.
5. Se observó bajos valores de *yield stress*, del orden de 15 Pa, lo que implica en una menor demanda de energía en el sistema de rastras del espesador, y menos posibilidades de embancamiento, sin embargo, la mala consolidación o bajo niveles de porcentaje de sólido en el sedimento limita la recuperación de agua.
6. Se observó una mejor eficiencia de adsorción de carbono al sedimento para las pruebas realizadas a valores de pH 9, lo que indica que bajo esas condiciones el floculante adicionado al sistema es adsorbido en las partículas minerales logrando la floculación y permaneciendo en el sedimento no reportando en el agua clara. Por otra parte, se encontró una proporcionalidad directa del *yield stress* con la dosis de floculante y la eficiencia de adsorción de carbono.

Para ambos reactivos:

1. Al emplear el reactivo Rheomax se observó que tiene mejores resultados en la velocidad de sedimentación en comparación con SNF 4096, para todas las condiciones estudiadas. Sin embargo, Rheomax no tuvo una eficiente captación de la fracción fina de la suspensión, resultando con altos niveles de turbidez del agua clara, del orden de los 1000 NTU para pH 9 y 3000 NTU para pH 11.

2. En ambos casos para las pruebas realizadas a valores de pH 11 se tiene un sistema más disperso con mayores fuerzas repulsivas que resultan en una mayor dificultad para el proceso de floculación.
3. Se identificó cuatro zonas de comportamientos que están definidas por el porcentaje de sólidos del sedimento, y *yield stress* para cada pH y floculante empleado.

## Recomendaciones

- Continuar el estudio del efecto de la caolinita en la velocidad de sedimentación y *yield stress*, con una mayor concentración de caolinita en el sistema.
- Probar una mezcla de Rheomax con SNF 4096 con el objetivo de potenciar lo características positivas de cada uno.

## Bibliografía

- [1] Concha, F. (2001). *Manual de filtración & separación*. Universidad de Concepción, Departamento de Ingeniería Metalúrgica.
- [2] Apuntes Asignatura "Espesamiento y Filtración Depto. Ingeniería metalúrgica, Universidad de Concepción.
- [3] Apuntes Laboratorio reología, asignatura "Espesamiento y Filtración Depto. Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Concepción.
- [4] Dzuy and Boger, Yield Stress Measurement for Concentrated Suspensions, *Journal of rheology*, 1983.
- [5] Robert L. Mott "Mecánica de fluidos", sexta edición, Editorial Pearson Educación.
- [6] Advisory Editor: K. Walters, Introduction to Rheology, Department of Mathematics, University College of Wales, U.K.
- [7] Mingzhao He "Slurry rheology in wet ultrafine grinding of industrial minerals" 2004, Institute of material science and engineering, University of Technology, China.
- [8] Jhon-Paul "Effect of temperature and molecular weight on polymer adsorption and deposition", Department of chemical, the University of Melbourne.
- [9] Andía Cárdenas, Y., de Vargas, L., & Barrenechea Martel, A. (2000). Tratamiento de agua: coagulación-floculación. *Evaluación de Plantas y Desarrollo Tecnológico. SEDAPAL. Lima, abril del 2000.*
- [10] Hogg, R. T., Healy, T. W., & Fuerstenau, D. W. (1966). Mutual coagulation of colloidal dispersions. *Transactions of the Faraday Society*, 62, 1638-1651.
- [11] Laskowski, J. S., & Pugh, R. J. (1992). Dispersions stability and dispersing agents. *Colloidchemistry in mineral processing*, 151-166.
- [12] Fernández F, "Evaluación de las propiedades de sedimentación y reológicas de las pulpas de los relaves de Minera Candelaria, Memoria de título, Universidad de Concepción, 2010.

- [13] Ortega L, "Estudio de capacidad de espesadores de relave de Codelco Chuquicamata (Diagnóstico Operacional-Metalúrgico) y estudio de alternativas para maximizar recuperación de agua, Memoria de título, Universidad de Concepción, 2015.
- [14] Ji, Y., Lu, Q., Liu, Q., & Zeng, H. (2013). Effect of solution salinity on settling of mineral tailings by polymer flocculants. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 430, 29-38.
- [15] Kang, Y. K., Hamzik, J., Felo, M., Qi, B., Lee, J., Ng, S., ... & Ludwig, D. L. (2013). Development of a novel and efficient cell culture flocculation process using a stimulus responsive polymer to streamline antibody purification processes. *Biotechnology and bioengineering*, 110(11), 2928-2937
- [16] Holtz, R. D., & Kovacs, W. D. (1981). *An introduction to geotechnical engineering* (No. Monograph).
- [17] Gupta, V., & Miller, J. D. (2010). Surface force measurements at the basal planes of ordered kaolinite particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, 344(2), 362–371.
- [18] Kau, P. M. H., Smith, D. W., & Binning, P. (1998). Experimental sorption of fluoride by kaolinite and bentonite. *Geoderma*, 84(1-3), 89–108.
- [19] Zhou, Z., & Gunter, W. D. (1992). The nature of the surface charge of kaolinite. *Clays and Clay Minerals*, 40(3), 365–368.
- [20] Júnior, J. A. A., & Baldo, J. B. (2014). The behavior of zeta potential of silica suspensions. *New Journal of Glass and Ceramics*, 4(02), 29.
- [21] Kaya, A., & Yukselen, Y. (2005). Zeta potential of clay minerals and quartz contaminated by heavy metals. *Canadian Geotechnical Journal*, 42(5), 1280-1289.
- [22] Uribe, L., Gutierrez, L., & Jerez, O. (2016). The depressing effect of clay minerals on the floatability of chalcopyrite. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*.
- [23] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21<sup>th</sup> Ed, American Public Health Association (APHA), American water works Association (AWWA), Water pollution control federation (WPCF), Washington, D.C.

## Anexos

### Anexo 1: Ejemplo de cálculo para la determinación de la velocidad de sedimentación.

A continuación, se presenta un ejemplo de cálculo para la determinación de la velocidad de sedimentación en suspensiones de carbonato de calcio. La Tabla 4 muestra los resultados de un ensayo realizado con carbonato de calcio. Los datos fueron graficados como se observa en la Figura 44.

Tabla 4: Datos de tiempo y altura de la interface agua-suspensión.

Prueba 1		Prueba 2		Prueba 3		Prueba 4	
Tiempo [min]	Altura [m]						
0	0.338	0	0.338	0	0.338	0	0.338
28.2	0.336	18	0.292	18	0.21	7.8	0.128
38.4	0.335	22.8	0.284	22.2	0.186	12	0.076
53.4	0.331	28.2	0.274	27	0.162	16.8	0.051
113.4	0.329	33	0.265	31.8	0.144	31.8	0.044
173.4	0.326	42.6	0.247	42	0.112	42	0.041
263.4	0.319	52.2	0.23	51.6	0.096	91.8	0.037
383.4	0.312	102	0.172	102	0.079	151.8	0.03
623.4	0.301	162	0.162	162	0.073	241.8	0.029
863.4	0.291	252	0.15	252	0.064	361.8	0.029
1103.4	0.277	372	0.139	372	0.061	601.8	0.028
1343.4	0.274	612	0.127	612	0.057	841.8	0.028
1583.4	0.264	852	0.122	852	0.056	1081.8	0.027
1823.4	0.257	1092	0.118	1092	0.056	1321.8	0.027
2063.4	0.252	1332	0.117	1332	0.054	1561.8	0.027
2303.4	0.247	1572	0.115	1572	0.054	1801.8	0.026
2543.4	0.243	1812	0.115	1812	0.054	2041.8	0.026
2783.4	0.238	2052	0.115	2052	0.054	2281.8	0.025
3023.4	0.235	2292	0.113	2292	0.054	2521.8	0.025

3263.4	0.232	2532	0.113	2532	0.054	2761.8	0.025
3503.4	0.23	2772	0.113	2772	0.054	3001.8	0.025

Tabla 5: Resultados de los ensayos de sedimentación.

	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Prueba 4
$v_s(\varphi)$	-0.00000144	-0.0000307	-0.0000797	-0.000143
$\varphi$	0.265	0.103	0.044	0.017
$f_k(\varphi)$	-3.82E-04	-3.16E-02	-3.51E-02	-2.43E-06

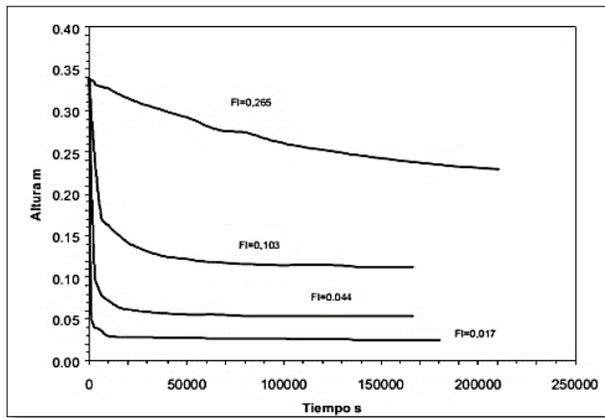


Figura 44: Curva de sedimentación de carbonato de calcio a diferentes concentraciones (datos de Tabla 4)

Fuente: Concha F., 2001.

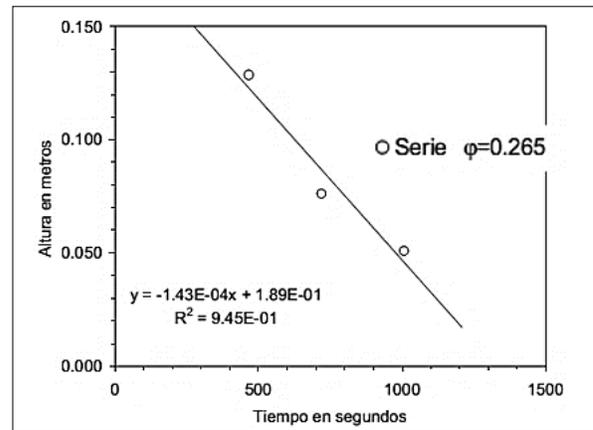


Figura 45: Velocidad inicial de sedimentación prueba 1.

Fuente: Concha F., 2001.

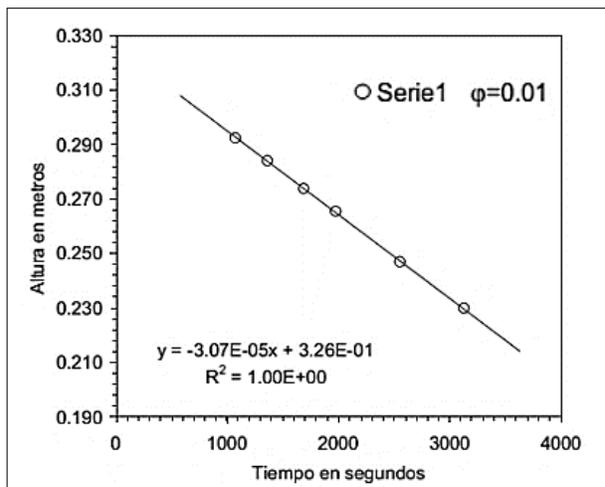


Figura 46: Velocidad inicial de sedimentación prueba 2.

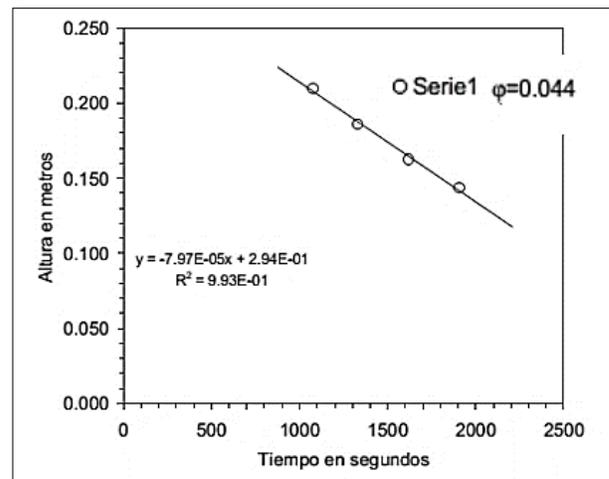


Figura 47: Velocidad inicial de sedimentación prueba 3.

Fuente: Concha F., 2001.

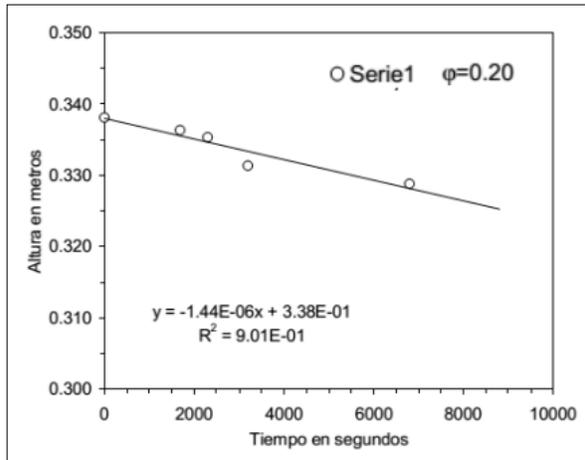


Figura 48: Velocidad inicial de sedimentación prueba 4.

Fuente: Concha F., 2001.

Fuente: Concha F., 2001.

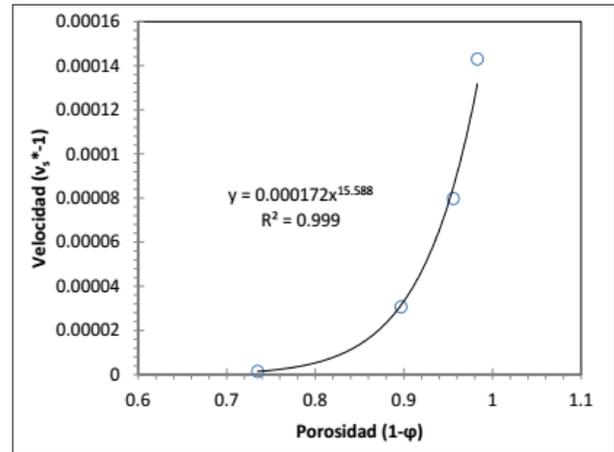


Figura 49: Parámetros de sedimentación: Correlación de Richardson y Zaki.

Fuente: Concha F., 2001.

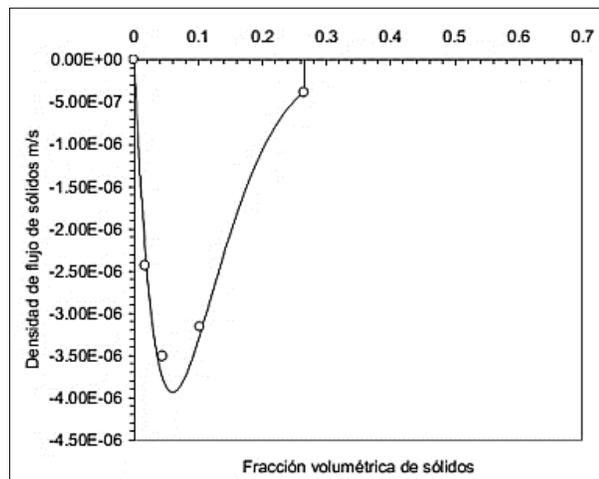


Figura 50: Parámetros de sedimentación: Curva de densidad de flujo de sólidos en función de la concentración.

Fuente: Concha F., 2001.

## Anexo 2: Resultados de potencial zeta, mediante ZetaCompact Z9000

En la Tabla 6 se observan los resultados de la medición del potencial zeta de los materiales empleados en el estudio, cuarzo y caolinita. El equipo empleado fue ZetaCompact Z9000.

Tabla 6: Resultados del potencial zeta de los materiales.

Material	pH	Zeta potencial	Nª prueba
Caolinita	11	-31	1
Caolinita	11	-30	2
Caolinita	9	-35	1
Caolinita	9	-33	2
Cuarzo	11	-27	1
Cuarzo	11	-26	2
Cuarzo	9	-30	1
Cuarzo	9	-29	2

### Anexo 3: Ejemplo de cálculo de yield stress mediante vane test.

En la Figura 51, se observa una curva típica de un ensayo mediante el método de paletas ("vane method"), donde el valor utilizado para el cálculo del *yield stress* es el máximo alcanzado como se indica con la línea roja horizontal en cada prueba.

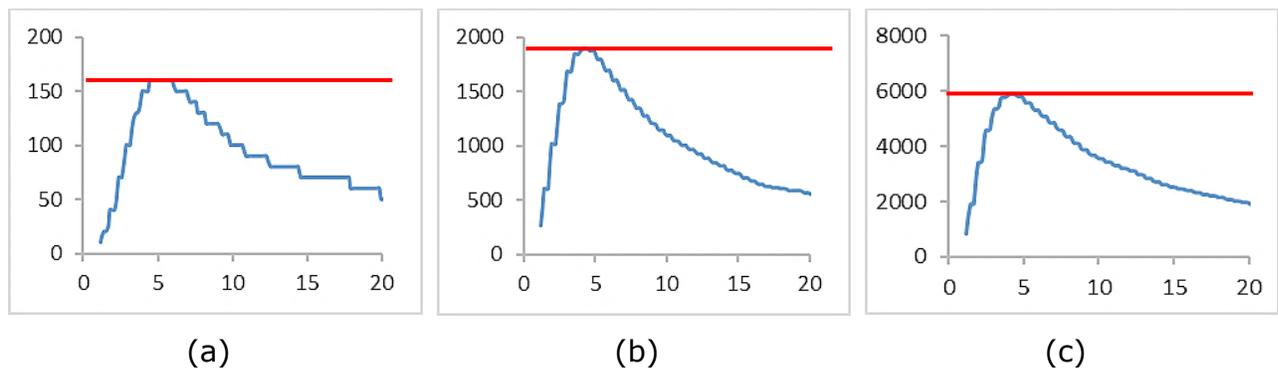


Figura 51: (a) Resultado con paleta FL-1000; (b) Resultado con paleta FL-100; (c) Resultado con paleta FL-11.

Fuente: Elaboración propia.

El método de torque, además toma en cuenta la relación potencial existente entre el esfuerzo de cizalle y el radio de la paleta, regida por la ecuación (3-1). El cálculo de *yield stress* se realiza graficando  $\frac{2T_m}{\pi D^3}$  vs  $\frac{H}{D}$ , donde la pendiente representa el valor del *yield stress*.

$$\frac{2T_m}{\pi D^3} = \tau_y \frac{H}{D} + \frac{\tau_y}{P + 3} \quad (3-1)$$

En la Figura 52, cada punto corresponde a la medición de torque máximo realizada con cada paleta; para este ejemplo de cálculo, el *yield stress* fue: 45.488 Pa.

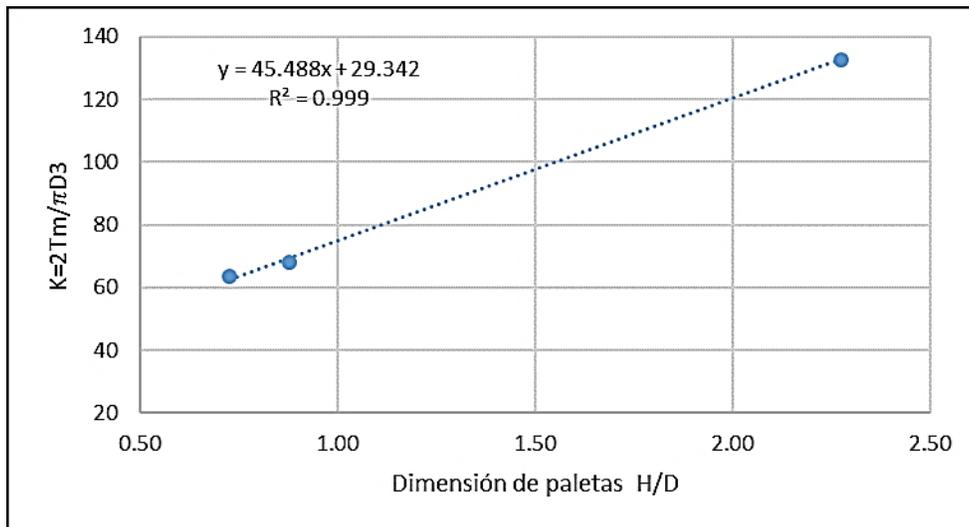


Figura 52: Ejemplo de cálculo de *yield stress*.

Fuente: Elaboración propia.

#### Anexo 4: Detalle de procedimiento de laboratorio.

A continuación, se presenta el procedimiento detallado paso a paso para la realización de los ensayos.

##### Procedimiento preparación de pulpa.

1. Preparar cada muestra pesando la cantidad de cuarzo y caolinita, en las proporciones según corresponda al set de prueba que se está realizando.
2. Agregar aproximadamente 200 [mL] de agua de la llave al vaso precipitado de 1000 [mL], luego adicionar el sólido y enrasar con agua de la llave hasta los 700 [mL].
3. Agitar la pulpa con ayuda del agitador eléctrico y mantener en 600 rpm, mientras se ajusta el pH.
4. Introducir el electrodo del pHmetro a la pulpa mientras está siendo agitada. Ajustar el pH de la pulpa al requerido, adicionando gradualmente hidróxido de sodio (1M), con la jeringa de 5 [mL]. Esta etapa debe ser realizada

meticulosamente para no exceder la dosificación de NaOH. Se estableció un tiempo de 2 minutos para asegurar la estabilización del pH de la pulpa.

5. Retirar el electrodo de la pulpa en agitación, detener el agitador y vaciar la pulpa en el tubo, según corresponda.
6. Montar cada tubo en el equipo sedirack para la prueba de sedimentación.

#### **a) Procedimiento de la prueba de sedimentación.**

1. Una vez montado los 5 tubos en el equipo sedirack, ajustar la tapa y verificar que no haya filtraciones en ningún tubo.
2. Homogenizar la pulpa en los 5 tubos con ayuda de la manivela del sedirack.
3. Bloquear el sedirack para evitar que gire y soltar los tornillos por donde se adiciona el floculante.
4. Agregar el floculante, según corresponda a cada tubo y tapar el orificio con los tornillos que antes fueron retirados.
5. Homogenizar nuevamente la pulpa para hacer el contacto entre el floculante y las partículas de material, para esto se fijó en 5 vueltas al sedirack, medida estándar para todas las pruebas realizadas. Tener el cuidado de que cada vuelta sea relativamente lenta, para evitar el rompimiento de los flóculos ya generados.
6. Luego de las 5 vueltas, rápidamente, inmovilizar el equipo, prender las luces posteriores y hacer click en el botón "Tomar Datos" del software del sedirack.
7. Proceso de toma de datos aproximadamente 10 minutos, hasta que se vea en la curva el paso de sedimentación a consolidación.
8. Guardar la información en el notebook de la prueba de sedimentación.
9. Una vez terminada la toma de datos de sedimentación, la pulpa se deja consolidar 17 horas, para luego realizar la prueba de reología (*vane method*).

#### **b) Procedimiento para la prueba de reología.**

1. Retirar los tubos del sedirack evitando generar cambios en el consolidado producto del movimiento de los tubos.

2. Extraer el agua clara de cada uno de los tubos y verterlo en botellas plásticas de 500 [mL], las que también serán analizadas. Para extraer el agua, se debe sifonear por la parte superior de los tubos.
3. Desmontar los tubos y con la parte inferior llena del sedimento comenzar la prueba.
4. Abrir el programa *RheoWin 3 Job Manager* y seleccionar el programa de trabajo, en éste caso el icono de "velocidad de cizalle fija", fijar los parámetros de velocidad de cizalle en  $\dot{\gamma} = 0.3 \left[ \frac{1}{s} \right]$ , duración de 20 segundos y 150 puntos que serán registrados.
5. Seleccionar el sistema de Paleta FL-1000, FL-100 o FL-11, según corresponda.
6. Sumergir la paleta en el sedimento, dejándola centrada respecto del diámetro y de la altura.
7. Iniciar la medición, esperar los 20 segundos, remover la paleta, limpiarla y seguir con la siguiente, previo al guardado de cada prueba.
8. Con el programa *RheoWin e Data Manager* se tiene acceso a los resultados de cada prueba.

### **Anexo 5: Equipos e insumos de laboratorio.**

En la Tabla 7 y Tabla 8 se indican los insumos de laboratorio y equipos necesarios para la realización de los ensayos.

*Tabla 7: Insumos de laboratorio.*

<b>Insumos de laboratorio</b>	
1 Vaso precipitado de 2000 [mL]	Jeringa de 50 [mL]
1 Vaso precipitado de 1000 [mL]	1.5 [m] de manguera transparente
1 Vaso precipitado de 250 [mL]	Pipeta total de 5 [mL] y de 10 [mL]
1 Vaso precipitado de 50 [mL]	Pro pipeta eléctrica
1 piceta con agua destilada	Soluciones buffer, pH=4, pH=7, pH=10
Solución de NaOH, 1 M	4 picnómetros

Tabla 8: Equipos de laboratorio.

<b>Equipos de laboratorio</b>	
Balanza digital	Reómetro RT V550 Hakke
pHmetro	Sedirack
Agitador de pulpa con control de velocidad	Horno eléctrico

**Anexo 6: Ejemplo de cálculo de turbidez.**

Tabla 9: Ejemplo de cálculo turbidez.

<b>Código Prueba</b>	<b>Turbidez medida</b>	<b>Factor de dilución</b>	<b>Turbidez Muestra</b>
P1S33	354.2	<b>2</b>	<b>708.4</b>
P2S33	504.2	<b>2</b>	<b>1008.4</b>
P3S33	594.9	<b>2</b>	<b>1189.8</b>
P4S33	506.4	<b>2</b>	<b>1012.8</b>
P5S33	585.3	<b>2</b>	<b>1170.6</b>

**Anexo 7: Aportes de carbono al sistema.**

Tabla 10: Aportes de carbono al sistema.

Mezcla mineral pH 9	16.7	mg/L
Mezcla mineral pH 11	32.66	mg/L
Agua potable	8.59	mg/L
SNF- 4096	287	mg/L