

**CONCENTRACIÓN DE ARENAS NEGRAS PROVENIENTES DE BARBACOAS
(NARIÑO) Y EVALUACIÓN DE SU PROCESAMIENTO POR MOLIENDA DE
ALTA ENERGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE ILMENITA DE TAMAÑO
NANOMÉTRICO**

**ANDRÉS FELIPE ARIAS GONZÁLEZ
HERNÁN DANIEL CELIS BARRERA**

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

2017

**CONCENTRACIÓN DE ARENAS NEGRAS PROVENIENTES DE BARBACOAS
(NARIÑO) Y EVALUACIÓN DE SU PROCESAMIENTO POR MOLIENDA DE
ALTA ENERGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE ILMENITA DE TAMAÑO
NANOMÉTRICO**

**ANDRÉS FELIPE ARIAS GONZÁLEZ
HERNÁN DANIEL CELIS BARRERA**

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico

Director:

**Julio Elías Pedraza Rosas
Mag. en Ingeniería Civil de Minas**

Codirectores:

Julio Andrés Pedraza Avella

Dr. en Química

**Jorge Alberto Albarracín Arias
Ingeniero Químico**

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

2017

Dedico este proyecto de grado primero a Dios, porque gracias a su bendición, he logrado todo lo que me he propuesto en mi vida, le agradezco porque él me ha brindado una familia, salud y sabiduría.

A mis padres, Jairo Arias Delgado y Ludin Eislen González Jácome, por todas sus enseñanzas, consejos por su apoyo incondicional durante toda mi vida, les agradezco por su confianza y educación que me permitieron ser una persona íntegra.

A mi hermana, Manuela Arias González, porque siempre ha confiado en mí y me ha brindado su amistad.

A todas las personas que hicieron parte de este proyecto, por el apoyo, consejos, correcciones, en especial a los profesores Julio Elías Pedraza Rosas, Julio Andrés Pedraza Avella y al ingeniero Jorge Alberto Albarracín Arias por darme su confianza al brindarme la oportunidad de participar en este proyecto.

ANDRES FELIPE ARIAS GONZALEZ

Este proyecto lo dedico principalmente a mi familia, quienes siempre han estado acompañándome pendientemente en este proceso de crecimiento personal y profesional integral.

A mis padres, Hernán Celis Prada y Nancy Barrera Duarte, y a mi hermana, Martha Liliana Barrera, por ser un depósito permanente de apoyo, confianza y enseñanzas, y también por ser los mejores modelos a seguir.

A todos los participantes en el proyecto, por sus indicaciones, consejos, colaboraciones y correcciones realizados, que permitieron su correcta realización, en especial al ingeniero Julio Alberto Albarracín y a los profesores Julio Elías Pedraza y Julio Andrés Pedraza.

HERNAN DANIEL CELIS BARRERA

AGRADECIMIENTOS

Le agradecemos a nuestro director Julio Elías Pedraza Rosas, por su ayuda y guía durante el transcurso del proyecto. A nuestro codirector Julio Andrés Pedraza Avella, por sus correcciones, recomendaciones y apoyo. A nuestro codirector, Jorge Alberto Albarracín Arias por permitirnos trabajar y aprender en su investigación, gracias por tantas enseñanzas, de usted aprendimos la dedicación y la constancia; reconocemos su continua orientación, paciencia y confianza; gracias sobre todo por enseñarnos a ser recursivos. A la ingeniera Diana Cañas, por su colaboración e ingenio. Agradecemos a Jimmy Alexander Gamboa Rueda, por su colaboración y guía al principio de esta investigación.

Un especial agradecimiento a los integrantes del Grupo de Investigación en Minerales, Biohidrometalurgia y Ambiente (GIMBA), por darnos la oportunidad de realizar la presente investigación, gracias por acompañarnos en este proyecto brindándonos cada uno de sus aportes y consejos; a nuestros compañeros de la Escuela de Ingeniería Química quienes estuvieron con nosotros durante el transcurso de la carrera y de los que aprendimos en varias experiencias.

Gracias a la Escuela de Ingeniería Química, sus profesores y técnicos por todas sus enseñanzas y acompañarnos en nuestro aprendizaje. Agradecemos a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica por permitirnos trabajar en su Laboratorio de Beneficio de Minerales y por el préstamo de sus equipos; al técnico Javier Gaitán por ofrecer su experiencia en los diversos procesos. Un agradecimiento a la Escuela de Química, en especial al Laboratorio de Rayos X, al profesor José Antonio Henao Martínez y sus colaboradores por su atención y cordialidad para realizar las mediciones requeridas. Al Laboratorio de Instrumental de Análisis Químico, al profesor Enrique Mejía Ospino y a sus ayudantes por permitirnos realizar nuestras mediciones.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	17
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS.....	19
1.1 DEPOSITOS DE ARENAS NEGRAS	19
1.2 ILMENITA	19
1.3 BENEFICIO DE MINERALES	20
1.3.1 Concentración gravimétrica	20
1.3.1.1 Espiral concentradora tipo Reichert	21
1.3.1.2 Mesa Wilfley	22
1.3.2 Separación magnética	22
1.3.2.1 Separador magnético de baja intensidad en seco – DLIMS	23
1.3.2.2 Separador magnético de alta intensidad en húmedo – WHIMS.....	23
1.4 MOLIENDA DE ALTA ENERGIA	24
1.4.1 Molino Attritor	25
2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	26
2.1 CARACTERIZACION DE ARENAS NEGRAS Y CONCENTRADOS	27
2.2 CONCENTRACION DE LAS ARENAS NEGRAS.....	27
2.2.1 Espiral Reichert de concentración gravimétrica	27
2.2.2 Mesa Wilfley.....	28
2.2.3 Separador magnético de baja intensidad en seco – DLIMS	28

2.2.4 Separador magnético de alta intensidad en húmedo – WHIMS.....	28
2.3 MOLIENDA DE ALTA ENERGÍA	29
2.3.1 Molino Attritor	29
2.3.2 Caracterización de los concentrados molidos	30
2.3.2.1 Microscopía óptica	30
2.3.2.2 Dispersión dinámica de la luz (DLS)	30
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	31
3.1 CARACTERIZACION DE ARENAS NEGRAS BASE	31
3.1.1 Análisis granulométrico	31
3.1.2 Composición química y mineralógica.....	31
3.2 ANÁLISIS DE LOS CONCENTRADOS	33
3.2.1 Concentrado del espiral	33
3.2.1.1. Análisis de patrones de difracción	34
3.2.2 Concentrado de la mesa Wilfley	35
3.2.3 Concentrado del separador magnético de baja intensidad en seco.....	35
3.2.4 Concentrado del separador magnético de alta intensidad en húmedo.	36
3.2.4.1. Análisis de patrones de difracción	39
3.2.4.2 Composición mineralógica de los concentrados	39
3.2.5 Comparación de los resultados de los diversos circuitos experimentados ...	39
3.3 MOLIENDA DE ALTA ENERGÍA	40
3.3.1 Determinación de condiciones de molienda por microscopía óptica.....	41
3.3.2 Determinación de tamaño de partícula.	43
4. CONCLUSIONES	45

5. RECOMENDACIONES.....	46
CITAS BIBLIOGRAFICAS.....	47
BIBLIOGRAFIA.....	51
ANEXOS.....	56

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1. Diseño de experimentos para espiral.....	28
Tabla 2. Diseño de experimentos para molienda de alta energía	29
Tabla 3. Contenido elemental y sus respectivos óxidos en las ANB.....	31
Tabla 4. Porcentajes máxicos de las fases cristalinas presentes en las arenas negras.....	33

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Perfil de espiral con distinción de productos.....	21
Figura 2. Esquema del separador de alta intensidad en húmedo (WHIMS).	24
Figura 3. Esquema de molino Attritor.....	25
Figura 4. Esquema de circuitos de concentración.	26
Figura 5. Patrón de difracción de rayos X de las arenas negras base.....	32
Figura 6. Fracción de concentrado para cada prueba en la espiral	34
Figura 7. Patrón de difracción de rayos X de las muestras (a) CE10 0-3 min, (b) CE10 3-4 min, (c) CE10 4-5 min.....	35
Figura 8. Fracción de concentrado magnético para cada prueba en el separador magnético de baja intensidad en seco.....	36
Figura 9. Fracción magnética vs intensidad de campo magnético.....	37
Figura 10. Fracción de concentrado para cada prueba en el separador magnético de alta intensidad en húmedo	38
Figura 11. Patrón de difracción de rayos X de las muestras (a) CE10-MH 0-3 min, (b) CE10-MH 3-4 min, (c) CE10-MH 4-5 min.	39
Figura 12. Fracción de concentrado acumulada y porcentaje másico de ilmenita de los circuitos planteados (E: Espiral, M: Mesa Wilfley, D: DLIMS, W: WHIMS).....	40
Figura 13. Efectos y resultados de la (a) relación bolas:mineral, (b) frecuencia del molino y (c) diámetro de bolas	42
Figura 14. Diámetro de partícula promedio vs tiempo	43
Figura 15. Distribución de tamaño de partícula para diferentes tiempos	44

LISTA DE ANEXOS

	Pág.
Anexo A. Propiedades físico-químicas de la ilmenita	56
Anexo B. Protocolo de operación de equipos de concentración	57
Anexo C. Métodos de caracterización de concentrados	61
Anexo D. Análisis óptico	62
Anexo E. Especificaciones y dimensiones del molino Attritor	63
Anexo F. Análisis de distribución granulométrica.....	65
Anexo G. Composición mineral de los concentrados y las arenas negras	67
Anexo H. Micrografías	69
Anexo I. Circuito de concentración y molienda seleccionado	70
Anexo J. Oxidación en la molienda de alta energía	71

RESUMEN

TITULO: CONCENTRACIÓN DE ARENAS NEGRAS PROVENIENTES DE BARBACOAS (NARIÑO) Y EVALUACIÓN DE SU PROCESAMIENTO POR MOLIENDA DE ALTA ENERGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE ILMENITA DE TAMAÑO NANOMÉTRICO*

AUTOR: ANDRES FELIPE ARIAS GONZALEZ, HERNAN DANIEL CELIS BARRERA**

PALABRAS CLAVE: Arenas negras, ilmenita, concentración gravimétrica, separación magnética, molienda de alta energía, nanométrico.

DESCRIPCIÓN:

En diversos yacimientos de minerales en Colombia se pueden encontrar depósitos de arenas negras, que contienen minerales de gran importancia por sus aplicaciones, como es el caso de la ilmenita. Se determinó un circuito de concentración para la extracción de ilmenita de un depósito de arenas negras de Barbacoas(Nariño, Colombia), fueron evaluados concentradores gravimétricos; una espiral concentradora teniendo en cuenta el tiempo de operación(3-5min) y la concentración de sólidos en pulpa(10-20%) y una mesa vibratoria Wilfley(0,6L/s,11°); separadores magnéticos, uno de alta intensidad de campo magnético en húmedo(WHIMS), variando la intensidad del campo magnético(5-20%) y otro de baja intensidad de campo en seco(DLIMS). El circuito seleccionado comienza con la espiral durante 5 minutos de operación y una concentración de sólidos del 10%, cuyos concentrados pasan al separador magnético en húmedo con una intensidad de campo magnético del 5%(400 Gauss) obteniendo los mejores resultados en ley de ilmenita y fracción de concentrado (92,78% y 0,76 respectivamente). La composición elemental de las arenas negras fue analizada mediante FRX, para determinar las fases cristalinas que componen las arenas y sus concentrados se caracterizaron a través de DRX; la morfología y aspecto fueron analizados por medio de microscopía óptica. Los concentrados con alta ley de ilmenita, se sometieron a un proceso de molienda de alta energía en un molino Attritor(948cm³), evaluando la obtención del tamaño en escala nanométrica (fracción de distribución de tamaño(<100nm), teniendo en cuenta variables como: el tiempo de operación, la relación másica bolas:mineral(50:1 o 100:1), la frecuencia del molino(400-600 rpm), el diámetro de bolas(3-4,8mm). La distribución del tamaño de partícula de los concentrados molidos fue determinada mediante microscopía óptica y dispersión dinámica de la luz(DLS). Las mejores condiciones de molienda fueron: relación 50:1, frecuencia de 600 rpm, diámetro de bolas de 4,8 mm y un tiempo de operación de 3 horas.

* Trabajo de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: M.I. Julio Elías Pedraza Rosas. Co-Directores: Dr. Julio Andrés Pedraza Avella, Ing. Jorge Alberto Albarracín Arias.

ABSTRACT

TITLE: BLACK SANDS CONCENTRATION FROM BARBACOAS (NARIÑO) AND EVALUATION OF ITS PROCESSING BY HIGH ENERGY MILLING FOR THE OBTAINMENT OF ILMENITE OF NANOMETRIC SIZE*

AUTHOR: ANDRES FELIPE ARIAS GONZALEZ, HERNAN DANIEL CELIS BARRERA**

KEYWORDS: Black sands, ilmenite, gravimetric concentration, magnetic separation, high energy milling, nanometric.

DESCRIPTION:

In various mineral deposits in Colombia can be found black sands deposits, which contain minerals of great importance for their applications, such as is the case of the ilmenite. Gravimetric concentrators, a concentrator spiral taking into account the operating time(3-5 min) and pulp concentration (10-20%) and a Wilfley vibratory table (0,6 L/s, 11°); magnetic separators, a wet high intensity magnetic separator (WHIMS), varying the intensity of the magnetic field (5-20%), and a dry low intensity magnetic separator (DLIMS) were evaluated to define a concentration circuit for the extraction of ilmenite, from a black sands deposit in Barbacoas (Nariño, Colombia). The selected circuit starts with a spiral during 5 minutes of operation and a solids concentration of 10%, whose concentrates are carried to a wet high intensity magnetic separator with a field intensity of 5% (400 Gauss); getting the best results in fineness and recovery percentage of ilmenite (92,78% and 0,76 respectively). The elemental composition of the black sands was analyzed by FRX, the crystalline phases that compose the sands and their concentrates, were characterized by XRD, its morphology and appearance were analyzed by optical microscopy. Concentrates with high ilmenite fineness were subjected to a high energy milling in an Attritor mill (948 cm³), evaluating the size at nanoscale (size distribution fraction <100 nm), and considering variables such as: operating time, mass ratio balls: mineral (50: 1 or 100: 1), mill frequency (400 or 600 rpm) and ball diameter (3-4.8 mm). The particle size distribution of milled concentrates was determined by optical microscopy and dynamic light scattering (DLS). The best milling conditions were: 50:1 ratio, 600 rpm frequency, 4.8 mm ball diameter and an operating time of 3 hours.

* Bachelor thesis

** Faculty of Physicochemical Engineerings. School of Chemical Engineering. Director: MEng. Julio Elías Pedraza Rosas. Co-Directors: Ph.D. Julio Andrés Pedraza Avella, Eng. Jorge Alberto Albarracín Arias.

INTRODUCCIÓN

Colombia posee diferentes yacimientos de minerales que albergan diversos materiales como esmeraldas, hierro y carbón, es por esto que la minería se constituye como uno de los principales motores económicos del país. Entre los yacimientos colombianos se pueden encontrar depósitos de arenas negras, los cuales se hallan principalmente en playas costeras, llanuras aluviales o como subproducto de la minería aluvial de oro y platino [1]. Las arenas negras como las de Barbacoas, Nariño, son de gran interés porque contienen ilmenita, un mineral que se emplea principalmente como precursor de titanio metálico (Ti) y dióxido de titanio (TiO_2). La ilmenita es una especie mineral que está compuesta principalmente por hierro y titanio (FeTiO_3), y se caracteriza por tener un color negro y/o gris metálico, siendo un material de aspecto opaco.

La importancia de la ilmenita se debe sobre todo a la producción de dióxido de titanio, ya que cerca del 94% de los minerales de titanio extraídos en el mundo son utilizados en la producción de pigmentos de TiO_2 . Éste, prácticamente es el pigmento blanco más usado en el mundo ya que se halla en la mayoría de pinturas, plásticos, tintas de impresión, papel, vidrio, cerámica, fibras artificiales, entre otros [2]. Además, una característica del TiO_2 más llamativa que su color, es su actividad fotocatalítica [3], la cual es usada efectivamente para el tratamiento de aguas residuales y el tratamiento de contaminantes en el aire [4] [5].

Así mismo, para mejorar las propiedades fotocatalíticas es usual dopar el dióxido de titanio con Hierro (Fe) o la mezcla del mismo con óxido de hierro (Fe_2O_3) [3] [6]. Lo cual sugiere el uso de la ilmenita directamente como fotocatalizador por ser un mineral titano-ferroso. Por lo tanto, si se aplica la ilmenita natural no es necesario

realizar un proceso para la extracción de TiO_2 y posteriormente su dopaje, evitando con esto lidiar con costos y desechos que tales procesos implican [2].

Se ha comprobado que la ilmenita posee una actividad fotocatalítica significativa para tamaños gruesos (100 micras). Asimismo, el desempeño de un catalizador depende directamente del área superficial del mismo; por tanto, reducir el tamaño de partícula a dimensiones nanométricas, es de gran importancia; debido a que la actividad fotocatalítica del mineral se aprovechará al máximo [3].

Para la extracción de la ilmenita con las mejores características para su posterior utilización como material fotocatalítico, desde las arenas negras de Barbacoas se hizo necesario plantear un circuito de concentración que permita recuperar la mayor cantidad de mineral valioso presente en estas arenas. Para cumplir con este objetivo propuesto, se desarrollaron pruebas experimentales en dos equipos de concentración gravimétrica, seguidas por pruebas en dos equipos de concentración gravimétrica y separación magnética: una espiral concentradora modificada tipo Reichert, una mesa vibratoria Wilfley, un separador de alta intensidad de campo magnético en húmedo (WHIMS) y un separador magnético de baja intensidad en seco (DLIMS). Posterior a la obtención de un concentrado de alta pureza, se evaluó experimentalmente la reducción de tamaño de partícula, con el fin de obtener ilmenita de alta pureza y en tamaños a escala nanométrica ($<100 \text{ nm}$), lo cual se llevó a cabo por medio de molienda de alta energía en un molino Attritor. En este trabajo se evaluaron las variables más influyentes en cada equipo de concentración y molienda, con el objetivo de seleccionar un circuito de concentración y molienda que operando bajo condiciones apropiadas se obtenga un producto mineral de alta pureza de ilmenita que pueda ser usado para futuras aplicaciones en fotocatálisis.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 DEPOSITOS DE ARENAS NEGRAS

Son depósitos de metales y minerales pesados, que se generan por la erosión de las superficies terrestres y la posterior acumulación de los productos en una determinada zona o lugar [1]. Normalmente los depósitos se forman en zonas costeras, ya sea por la acción del agua generando depósitos de playa, o por la acción del viento formando depósitos de dunas. A su vez existen depósitos primarios, que se presentan como playas costeras o llanuras aluviales, y depósitos artificiales conformados por los subproductos de minería. Los principales minerales presentes en las arenas negras son ilmenita, leucoxeno, hematita, cuarzo, rutilo, zircón y magnetita, pudiéndose encontrar trazas de diópsido, monacita, wolframita, circonita, riebeckita, donpeacorita y xenotima [2]. Las arenas de trabajo provienen de Barbacoas, Nariño, y corresponden a un depósito primario de llanura aluvial.

1.2 ILMENITA

La ilmenita (FeTiO_3 o $\text{FeO} \cdot \text{TiO}_2$) es un mineral oxidado de hierro y titanio que puede ser encontrado en rocas ígneas y metamórficas, y a su vez en depósitos de arenas negras de playas [6]. Es el principal precursor de titanio metálico y dióxido de titanio (TiO_2). Generalmente los contenidos de TiO_2 en la ilmenita son menores al 65%. Este material suple alrededor del 90% de la demanda mundial de minerales de titanio [7]. Esta presenta sustituciones limitadas de elementos dependiendo de su lugar de origen, es por esto, que su fórmula puede expresarse como MTiO_3 donde M corresponde a Fe, Mg o Mn [8]. Las propiedades físico-químicas y su estructura cristalina se presentan en el Anexo A. Sus principales aplicaciones modernas están

en la espintrónica, como materiales con alta sensibilidad magnética o elevada capacidad de almacenamiento; también en la optoelectrónica que se ve reflejada en dispositivos leds y semiconductores; así mismo, se usa en circuitos integrados para altas temperaturas, en catálisis y en fotocátalisis, entre otras [9] [10].

1.3 BENEFICIO DE MINERALES

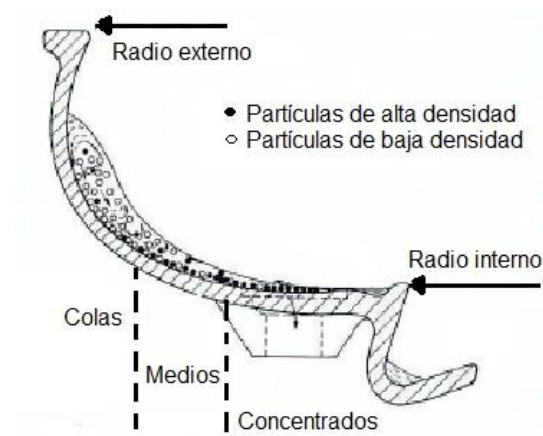
Es todo proceso empleado en el procesamiento de minerales para aumentar la pureza de especies mineralógicas útiles comercialmente y de valor económico por medio de la separación física de especies ganga o estériles de bajo valor. Lo anterior es posible al aprovechar las diferencias de propiedades entre los minerales como la densidad, susceptibilidad magnética, la conductividad eléctrica, entre otros. Esto explica que para la obtención de un material apropiado para las diferentes aplicaciones, esto es, que el producto de interés sea lo más puro, industrialmente sea necesario utilizar una serie de equipos en los que se retiren diferentes tipos de impurezas, aprovechando las propiedades de cada componente [11]. A las especies aisladas sin valor económico se les llama colas o gangas y las enriquecidas constituyen los concentrados, los cuales son un producto intermedio entre el estado natural del mineral y el producto final con función definida [12]. Los principales procesos de concentración que se desarrollan a escala industrial para tratar los minerales de titanio son la concentración gravimétrica y la separación magnética.

1.3.1 Concentración gravimétrica Hace relación al conjunto de técnicas empleadas para separar partículas de diferente peso específico, gracias a las diferencias en la respuesta cinemática cuando están sometidas a la fuerza gravitacional y simultáneamente a otras como la centrífuga o las viscosas. Este tipo de concentración, en donde por lo general se usa solo agua, predomina como el principal método preliminar para minerales de alto peso específico como el oro, el estaño y minerales de hierro, ya que por su bajo costo y sencillez es preferida frente

a los procesos de flotación, en donde se usan algunas cantidades pequeñas de reactivos. Una ventaja es que permite recuperar minerales útiles en tamaños gruesos ($>150\ \mu\text{m}$) [13] [14]. Dentro de esta categoría, existen equipos como los espirales, las mesas Wilfley, los jigs y las canaletas.

1.3.1.1 Espiral concentradora tipo Reichert Es un canal helicoidal en el que la fuerza gravitacional se combina con la fuerza centrífuga para lograr la separación. En el borde más próximo al eje de la espiral, la fuerza gravitacional prima sobre la centrífuga, pero en proximidades al borde externo esto se revierte. Es decir, las partículas fluyen a lo largo del canal, de tal manera que las pesadas se aproximan al borde interno y las livianas al externo. La separación se hace efectiva al ubicar divisores al final del canal a diferentes posiciones del eje de la espiral, lo que permite clasificar los productos obtenidos [15]. Las variables operacionales más importantes de la espiral son la capacidad, la concentración en sólidos de la pulpa de alimentación, la posición de los divisores usados para separar las corrientes de colas, medios y concentrados (Figura 1) y la adición de agua de lavado que recorre la superficie próxima al eje [16].

Figura 1. Perfil de espiral con distinción de productos



Fuente: Adaptado de Pavez, 2005 [13]

Al igual que otros concentradores gravitacionales su desempeño disminuye notablemente con la disminución de la diferencia de densidades entre los minerales a separar ($<1 \text{ g/cm}^3$), así como también fallan a tamaños finos ($<74 \text{ micras}$) puesto que la relevancia de las fuerzas viscosas sobrepasa la de la gravedad [17] [18].

1.3.1.2 Mesa Wilfley Consiste en una mesa romboidal de pendiente transversal ajustable a la que se le aplica un sacudimiento a lo largo de su eje longitudinal. Gracias al agua de lavado, a la disposición de los montículos alargados llamados rifles y a la baja densidad del material liviano, este es más susceptible de caer al rifle siguiente, partiendo desde la alimentación en la orilla superior [19]. Se constituye así un mecanismo de movimientos que direcciona las partículas livianas hacia el borde inferior (transversal a los rifles) y las partículas pesadas al borde opuesto a donde se aplica el sacudimiento [13]. En ella se procesan materiales finos (min $10 \text{ }\mu\text{m}$) a expensas de la capacidad, que resulta baja para su costo y necesidades de espacio. Las principales variables de operación son el ángulo de inclinación de la mesa, caudal de alimentación, concentración en sólidos de la pulpa de alimentación, posición de los divisores usados para separar las corrientes de productos y caudal de agua de lavado [20]. Su protocolo y esquema de funcionamiento se muestra en el Anexo B.

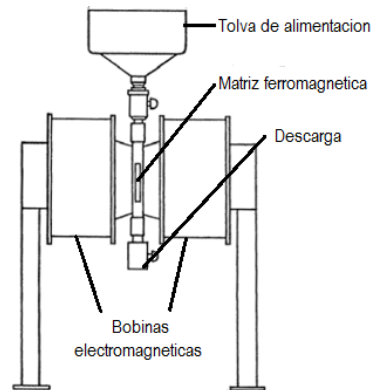
1.3.2 Separación magnética Este método de separación se fundamenta en la susceptibilidad magnética de los materiales, la cual determina su respuesta a un campo magnético y según la cual estos se dividen en dos grupos: los paramagnéticos que son atraídos a un campo magnético y los diamagnéticos que son repelidos por el mismo. El ferromagnetismo es un caso especial de paramagnetismo y hace referencia a materiales de alta susceptibilidad magnética que incluso retienen magnetismo al ser alejados del campo [13] [19]. Algunos metales como níquel, manganeso, titanio, cobalto y cromo son propiamente paramagnéticos, pero por lo general esta propiedad en los minerales de estos metales se debe a la presencia de hierro ferromagnético, como es el caso de la

ilmenita, razón por la cual estos métodos son de los más empleados en circuitos de concentración de minerales férricos [13]. La separación magnética se clasifica según la intensidad del campo magnético en equipos de alta o baja intensidad y según el medio en seco o en húmedo. Dentro de esta clasificación se encuentran el separador magnético de alta intensidad en húmedo (WHIMS) y el separador de baja intensidad en seco (DLIMS).

1.3.2.1 Separador magnético de baja intensidad en seco – DLIMS Estos separadores además de la fuerza magnética usan la fuerza gravitacional y en ocasiones la centrífuga para obtener una mejor separación, consisten en tambores rotatorios magnéticos de alta velocidad sobre los cuales queda adherida la fracción magnética. Usualmente se disponen para la concentración de magnetita y otros minerales ferromagnéticos y cuando no se puede disponer de agua fácilmente [13] [19]. Su protocolo y esquema de funcionamiento se puede ver en el Anexo B.

1.3.2.2 Separador magnético de alta intensidad en húmedo – WHIMS Para concentración magnética en medio húmedo predomina la operación a baja intensidad de campo, pero los avances en el diseño de electroimanes han permitido desarrollar concentradores en húmedo de alta intensidad empleados satisfactoriamente en concentración de minerales paramagnéticos contenidos en suspensión líquida.

Figura 2. Esquema del separador de alta intensidad en húmedo (WHIMS).



Fuente: Adaptado de ERIEZ, 2007 [21]

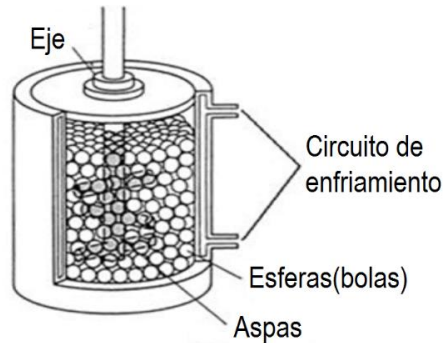
En cuanto a los equipos de concentración en húmedo de alta intensidad (figura 2), la alimentación se hace fluir dentro de una matriz ferromagnética inmersa en un campo magnético, a lo cual le sigue el flujo de agua de lavado en dos etapas, mientras el imán está conectado el agua arrastra los componentes no magnéticos y cuando se apaga el imán se lava para obtener la fracción magnética [19].

1.4 MOLIENDA DE ALTA ENERGIA

Es un proceso que se utiliza para la reducción del tamaño de partícula de un material, se diferencia de la tradicional ya que la energía de impacto es 1000 veces mayor y donde variables como la temperatura y la atmosfera de molienda influyen en cambios físicos y químicos del material. Por medio de esta molienda se puede lograr efectos como el refinamiento del tamaño de grano por debajo de los límites nanométricos, desarrollo de fases amorfas, aleado mecánico, reacciones químicas, entre otros [8]. Para este tipo de molienda se pueden usar molinos de atrición (Attritor), planetarios (de bolas), de anillos, rotatorios y vibratorios.

1.4.1 Molino Attritor Es un equipo que permite la molienda mecánica de un material. Funciona por medio de un motor que hace mover un eje con aspas, y estas a su vez provocan el desplazamiento de muchas esferas dentro de un recipiente (Figura 3).

Figura 3. Esquema de molino Attritor.



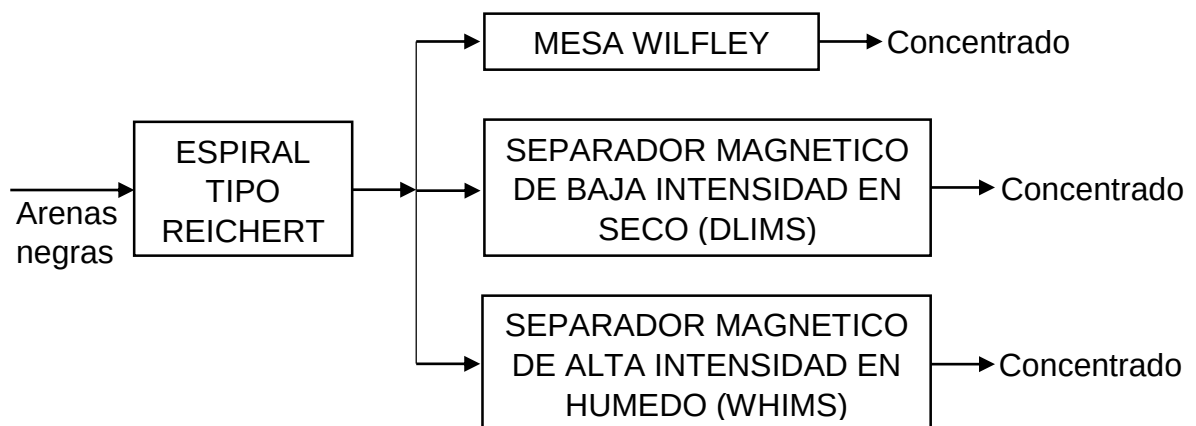
Fuente: Adaptado de Seminari, 2007 [22]

Los choques entre estas y contra la pared del contenedor produce la fractura de los minerales que se procesan, provocando asimismo la reducción del tamaño de las partículas.

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Inicialmente, se realizó un análisis de las arenas negras, con el objetivo de tener conocimiento de la materia prima; las arenas fueron procesadas gravimétricamente en la espiral concentradora evaluando las variables más influyentes, el producto o concentrado obtenido, se sometió a un proceso de concentración en la mesa Wilfley, así mismo, la separación magnética en el WHIMS y el DLIMS fue evaluada, como se muestra en la Figura 4.

Figura 4. Esquema de circuitos de concentración.



Se seleccionó el mejor circuito de concentración con las mejores condiciones de operación teniendo en cuenta dos variables de salida: la fracción de concentrado (Ecuación 1) y la ley de ilmenita (Ecuación 2).

$$\text{Fracción de concentrado (FC)} = \frac{\text{masa de concentrado}}{\text{masa de mineral alimentado}} \quad \text{Ecuación (1)}$$

$$\text{Ley de ilmenita (LI)} = \frac{\text{masa de ilmenita}}{\text{masa de arena o concentrado}} * 100 \quad \text{Ecuación (2)}$$

Para los diversos circuitos planteados se usó como variable de salida la fracción de concentrado acumulado:

$$\text{Fracción de concentrado acumulada}(FCA) = \prod_i FC_i \quad \text{Ecuación (3)}$$

2.1 CARACTERIZACION DE ARENAS NEGRAS Y CONCENTRADOS

Las arenas negras base y concentrados obtenidos en esta investigación fueron caracterizadas por medio de FRX y DRX, las especificaciones de cada método de caracterización se pueden observar en el Anexo C. Así mismo, se realizó un análisis de la distribución granulométrica de las arenas y se llevó a cabo un análisis óptico de las arenas y sus concentrados que se pueden observar en el Anexo D.

2.2 CONCENTRACION DE LAS ARENAS NEGRAS

Teniendo en cuenta la norma ASTM C702 [23], 100 kg de arenas negras fueron muestreadas mediante la técnica de cono y cuarteo, hasta obtener muestras equivalentes de 10 kg, las cuales fueron utilizadas en las pruebas experimentales.

2.2.1 Espiral Reichert de concentración gravimétrica A una espiral tipo Reichert, modelo SC LG7D, Mineral Technologies (USA), fueron alimentados 10 kg de arenas a distintos porcentajes de sólidos en pulpa: 10%, 15% y 20% y con variación del tiempo para 3, 4 y 5 minutos. Se realizó un montaje con un sistema de reciclo de tal manera que los medios y las colas fueran recirculados para lograr una mayor eficiencia en la concentración. El caudal de alimentación fue de $2 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ manteniendo fija la posición del divisor final de concentrados (Ver Anexo B). No se usó agua de

lavado. Los concentrados recolectados fueron secados en un horno a 120 °C. Para este equipo se planteó un diseño de experimentos como se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Diseño de experimentos para espiral.

Variables	-1	0	+1
Concentración de solidos [%]	10	15	20
Tiempo de operación [min]	3	4	5

2.2.2 Mesa Wilfley Los concentrados de la espiral se sometieron a una mesa vibratoria Wilfley de tamaño 13, MSI Industries Inc. (USA). Para la operación de la misma se tomaron como parámetros, el ángulo de inclinación en 11°, el caudal de 0,6 L/s, el porcentaje de sólidos en la alimentación de 30% y una frecuencia de vibración de 4(escala 1-10). Los medios fueron recirculados; con una carga inicial de 500g.

2.2.3 Separador magnético de baja intensidad en seco – DLIMS Los concentrados obtenidos en la espiral se alimentaron a un separador magnético WEDAG (Westfalia Dinnendal Groppe), con el objetivo de evaluar su eficiencia. La única variable manipulada fue la velocidad de alimentación la cual se rige por la vibración de la plataforma o banda transportadora del mineral.

2.2.4 Separador magnético de alta intensidad en húmedo – WHIMS Los concentrados obtenidos en la espiral se sometieron a concentración magnética, en un separador ERIEZ Wet High Intensity Magnetic Separator Series L Model 4 (USA); variando el porcentaje de intensidad de flujo de campo magnético. Para el uso del equipo se tomó como guía el manual del fabricante [21], el cual recomienda que se debe operar a 20% de sólidos en la alimentación y con partículas mayores a malla 30 Ty. Y para materiales que contengan más del 20% de magnéticos, se debe hacer una carga inicial de 25-50 g de sólidos.

2.3 MOLIENDA DE ALTA ENERGÍA

Una vez determinada la fracción de concentrado y pureza de ilmenita de cada circuito evaluado, se seleccionó el sistema con los mejores resultados. Luego, con el circuito propuesto se obtuvieron los concentrados que se utilizarían para evaluar la obtención del tamaño nanométrico mediante la molienda de alta energía

2.3.1 Molino Attritor El tamaño de partícula de los concentrados finales se redujo a escala nanométrica a través de un molino Attritor fabricado por la empresa INAL de Bucaramanga. Las especificaciones y las dimensiones del molino se pueden observar en el Anexo E. Para este equipo existen diversas variables de operación tales como: carga del molino, ambiente (seco o húmedo), material de cuerpos moledores, frecuencia del molino, razón bolas:mineral, tamaño de bolas y tiempo de molienda; siendo estas cuatro últimas las variables más relevantes y a manipular para alcanzar el tamaño nanométrico del mineral concentrado [24][25][26].

Para el estudio de molienda se planeó un diseño preliminar en el cual se fijó el tiempo (2 horas), y selecciono como variables, la razón bolas:mineral, la velocidad del molino y el diámetro de cuerpos moledores o bolas (Tabla 2); manteniendo constante el ambiente en aire. Con las mejores condiciones de operación obtenidas se realizó un análisis de la evolución de la molienda a través del tiempo. La carga del molino fue el 20% de su volumen.

Tabla 2. Diseño de experimentos para molienda de alta energía

Variables	-1	+1
Velocidad de molienda [rpm]	400	600
Relación másica bolas:mineral [g:g]	50:1	100:1
Diámetro de cuerpos moledores [mm]	3	4

2.3.2 Caracterización de los concentrados molidos Las variables respuesta a analizar fueron el tamaño promedio de grano y la distribución de partícula.

2.3.2.1 Microscopía óptica Esta microscopía se utilizó con el objetivo de identificar los efectos y tendencias que producían las variables del diseño de experimentos planteado para el molino Attritor, por medio de un análisis de distribución de tamaño de partícula tomando micrografías de cada muestra.

2.3.2.2 Dispersión dinámica de la luz (DLS) Esta técnica se usó con el fin de determinar la distribución de tamaño de partícula de los concentrados molidos. Se realizó a 25°C en un Analizador de Partículas, Zetasizer Nano ZS90 de Malvern Instruments® (Inglaterra), utilizando agua destilada para la suspensión. Las muestras fueron sometidas previamente a limpieza en un baño de ultrasonido durante 15 minutos. Este método aprovecha el movimiento Browniano de las partículas en un medio dispersante. Gracias a un haz de luz monocromática cada partícula genera un desvío de la señal y una función correlaciona su ángulo de fluctuación con el tamaño de la partícula.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 CARACTERIZACION DE ARENAS NEGRAS BASE

3.1.1 Análisis granulométrico Inicialmente fue necesario realizar un análisis granulométrico de las arenas negras, para determinar si el tamaño de partícula era adecuado para usar la espiral como concentrador principal; los resultados del análisis se encuentran en el Anexo F.

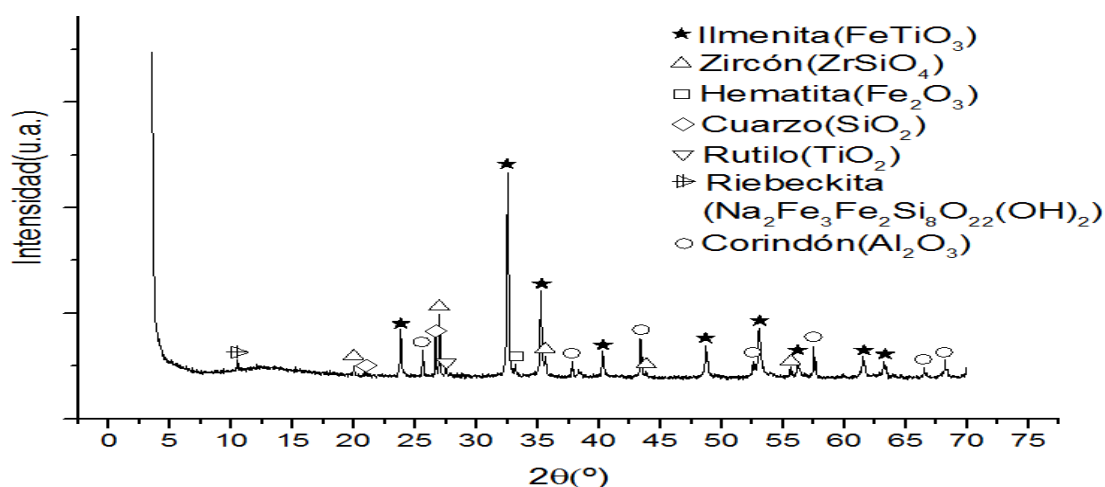
3.1.2 Composición química y mineralógica Las arenas negras base se sometieron a análisis de FRX para determinar la concentración de los elementos presentes, así como los óxidos más estables que se formarían con ellos. Los resultados se reportan en la Tabla 3. Se observa que los elementos que se encuentran mayoritariamente son Fe y Ti (principales componentes de la ilmenita), que juntos totalizan un 51%; a su vez están presentes el Si y el Al debido a la existencia de cuarzo y aluminosilicatos.

Tabla 3. Contenido elemental y sus respectivos óxidos en las ANB

Elemento	Concentración	Óxido	Concentración
Fe	26,67%	TiO ₂	40,59%
Ti	24,33%	Fe ₂ O ₃	38,13%
Si	4,97%	SiO ₂	10,62%
Mn	2,21%	MnO	2,85%
Zr	1,56%	Al ₂ O ₃	2,21%
Al	1,17%	ZrO ₂	2,11%
Ca	0,92 %	CaO	1,29%
Mg	0,48 %	MgO	0,80%
Otros	0,97%	Otros	1,4%

La presencia de Mn y Mg se debe posiblemente a sus sustituciones limitadas en la ilmenita. Existen en cantidades significativas elementos como el Zr y el Ca. Las mayores cantidades de óxidos corresponden a los de titanio y hierro (TiO_2 y Fe_2O_3), que corresponden aproximadamente a un 79% de las arenas negras. Asimismo existen óxidos en cantidades considerables, como los de silicio, manganeso, aluminio y zirconio. De igual manera, una muestra de las arenas negras se sometió a DRX, cuyo difractograma obtenido se muestra en la Figura 5.

Figura 5. Patrón de difracción de rayos X de las arenas negras base



Al analizar este patrón se identifica que las principales fases cristalinas presentes son Rutilo (TiO_2), hematita (Fe_2O_3), zircón (ZrSiO_4), cuarzo (SiO_2), riebeckita ($\text{Na}_2\text{Fe}_3\text{Fe}_2\text{Si}_8\text{O}_{22}(\text{OH})_2$) e ilmenita (FeTiO_3), siendo esta última la de interés en la investigación y la que mayor intensidad presentó; el corindón (Al_2O_3) que se encuentra presente fue añadido a la muestra como estándar para cuantificar las fases originales de las arenas negras. Un análisis semicuantitativo de las arenas negras, hecho con el patrón de difracción y el programa DIFFRAC.EVA V4.2, generó los resultados consignados en la Tabla 4.

Tabla 4. Porcentajes máxicos de las fases cristalinas presentes en las arenas negras

Fases Cristalinas	% m/m	Densidad (g·cm⁻³)	Susceptibilidad magnética[19]
Ilmenita	68,85	4,7	9,139
Zircón	11,45	4,6-4,7	0,134
Hematita	3,35	5,26	0,769
Cuarzo	9,64	2,65	0,175
Rutilo	1,54	4,25	0,168
Riebeckita	5,17	3,4	-

En esta tabla se registran igualmente las densidades y la susceptibilidad magnética de las fases cristalinas presentes, esto con el objetivo de plantear el circuito de concentración. Se observa que las arenas negras base tienen una composición inicial de ilmenita alta (68,85%), así como también se identifican zircón, hematita, cuarzo y riebeckita como los principales componentes secundarios o ganga.

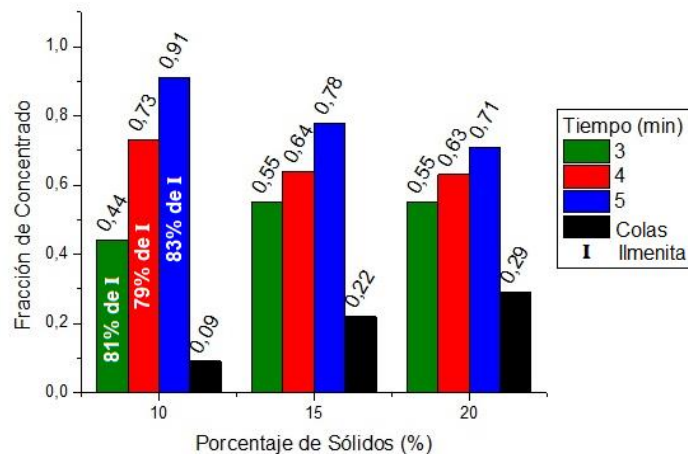
3.2 ANÁLISIS DE LOS CONCENTRADOS

Se usó la siguiente notación para referirse a los concentrados obtenidos:

- ANB: Arenas negras base
- CE#: Concentrado gravimétrico espiral para los distintos porcentajes de sólidos en pulpa (# = 10, 15 y 20)
- CE#-MH: Concentrado magnético en húmedo posterior a la concentración en la espiral

3.2.1 Concentrado del espiral Debido a la diferencia de pesos específicos de los minerales predominantes, se planteó la concentración gravimétrica en la espiral. En total fueron 9 pruebas, para cada porcentaje de sólidos en pulpas de alimentación (10,15 y 20%) se tomó una muestra cada 3, 4 y 5 min. Los resultados se presentan en la Figura 6.

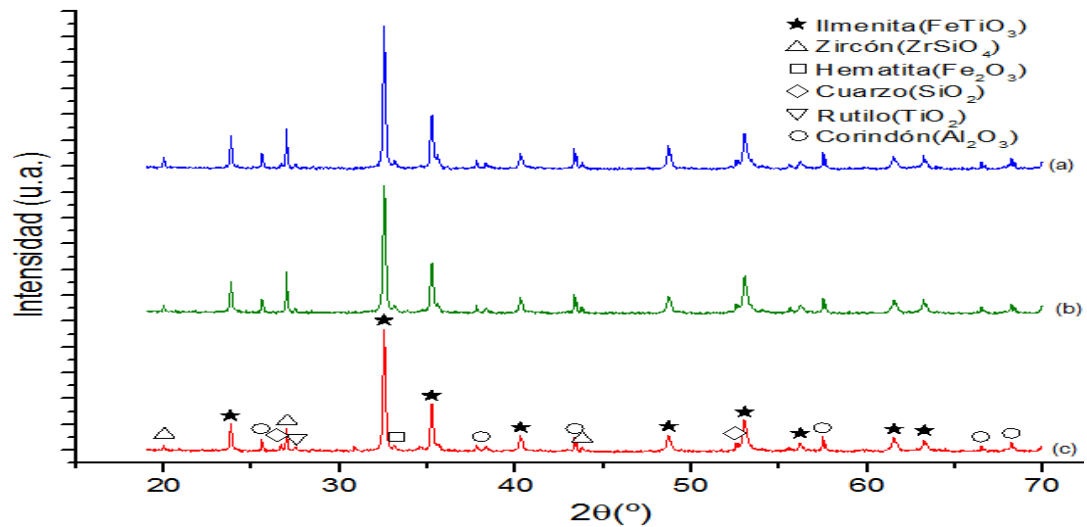
Figura 6. Fracción de concentrado para cada prueba en la espiral



Con estos resultados se observa claramente que a medida que pasa el tiempo la FC es mayor, así mismo, para tiempos mayores a 3 minutos esta disminuye con el aumento del porcentaje de sólidos. Esto se debe a que la cantidad de sólidos que circulan es mayor, por lo tanto, el descenso a través de la espiral es más lento. La prueba con la que se obtuvo la mayor FC (0,91) fue CE10 a los 5 minutos de operación, considerando que lo más importante es evitar la pérdida de ilmenita en la ganga a los 5 minutos (0,09), se decidió que las pruebas en las cuales se justificaba analizar el contenido de ilmenita serían las realizadas con pulpas de 10% de sólidos, obteniendo una composición de ilmenita similar para los tres tiempos, sin embargo, la mayor ley de ilmenita se logró a los 5 minutos de operación (83,09%).

3.2.1.1. Análisis de patrones de difracción. De manera cualitativa se compararon los mejores concentrados obtenidos en la primera etapa de concentración y sus patrones DRX se muestran en la Figura 7, donde se puede observar que para las tres pruebas los picos de minerales como cuarzo disminuyeron significativamente y es notable que el pico de riebeckita desaparece en los tres casos. Esto se debe a que sus densidades son muy inferiores a la de la ilmenita y el resto de minerales presentes (Tabla 4).

Figura 7. Patrón de difracción de rayos X de las muestras (a) CE10 0-3 min, (b) CE10 3-4 min, (c) CE10 4-5 min.

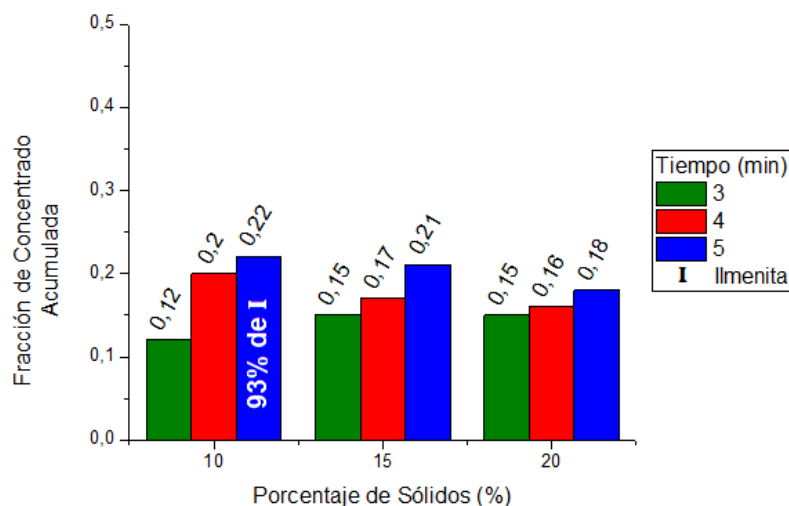


3.2.2 Concentrado de la mesa Wilfley El mejor concentrado obtenido en la espiral, fue usado como alimentación a la mesa Wilfley, obteniendo una FCA de 0,69 y una ley de ilmenita del 75%. Comparado con los resultados mencionados anteriormente, mientras que la fracción de concentrado se redujo levemente, la ley de ilmenita disminuyó en forma significativa. Puesto que visualmente se evidenció que en las colas había bastante mineral de tono oscuro (ilmenita y/o hematita), es por esto y por su baja capacidad de operación comparada con la de la espiral, que se decidió descartar el uso de este equipo para el proceso de concentración del material en experimentación.

3.2.3 Concentrado del separador magnético de baja intensidad en seco. Se evaluó la velocidad de procesamiento con respecto a la fracción de concentrado o magnética de los concentrados provenientes de la espiral, se observó que no hubo un cambio significativo en la fracción magnética cuando se variaba la velocidad de procesamiento, por consiguiente se operó al 100% de la velocidad y se obtuvieron los resultados que se muestran en la Figura 8. Como se puede apreciar, los resultados son FCA menores a 0,23, esto se debe a que la ilmenita es

moderadamente magnética, sus propiedades dependen de la relación Fe-Ti y por lo tanto son raramente atraídas bajo la acción de un magneto fijo [27].

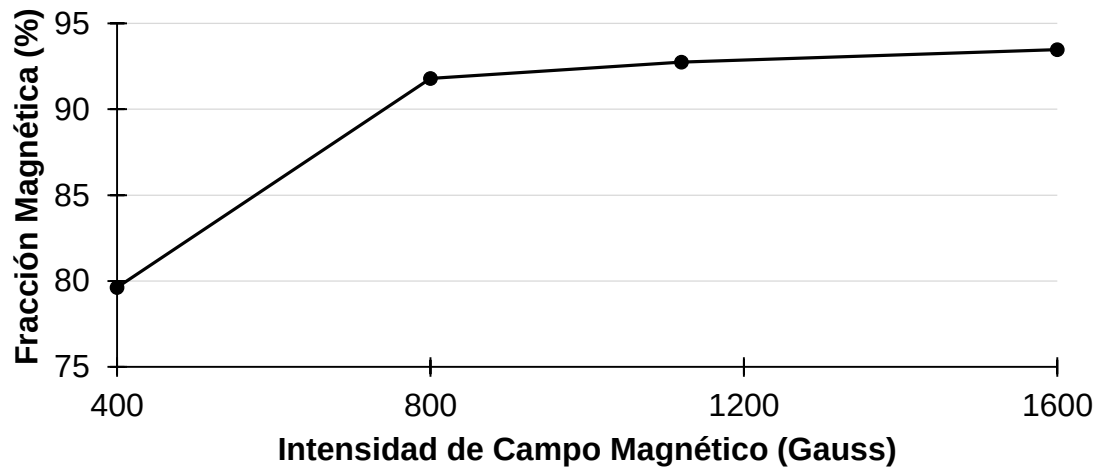
Figura 8. Fracción de concentrado magnético para cada prueba en el separador magnético de baja intensidad en seco



Otra razón es porque el tambor magnético posee un imán de intensidad fija y baja para la susceptibilidad de los minerales presentes, lo cual no es suficiente para atraer todo el material ferromagnético. A pesar de que la ley de ilmenita obtenida con las mejores condiciones en la espiral y posterior separación en seco es elevada (93%), fue descartada por su baja FCA.

3.2.4 Concentrado del separador magnético de alta intensidad en húmedo. Los 9 concentrados de la espiral fueron procesados usando un separador magnético de alta intensidad, evaluando inicialmente la intensidad de campo magnético de tal manera que la fracción de concentrado o magnética fuera la más selectiva posible, para esto se procesaron las ANB obteniendo los resultados de la Figura 9.

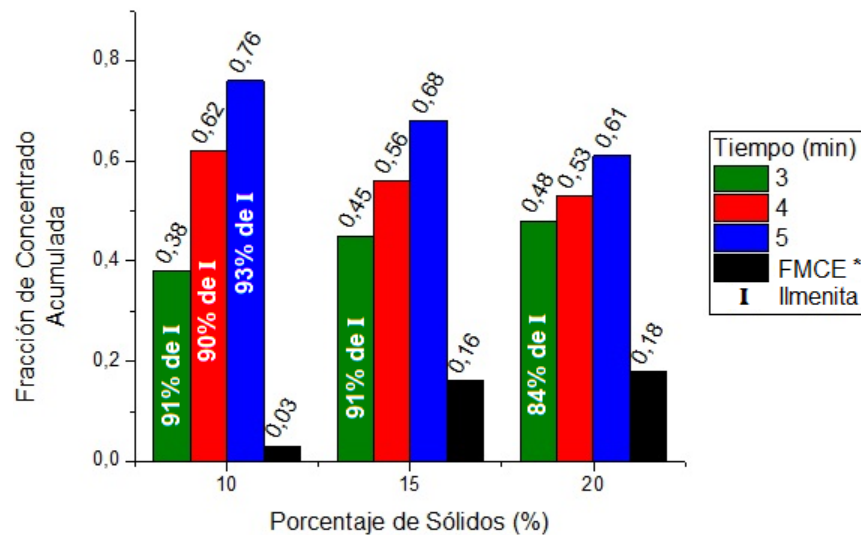
Figura 9. Fracción magnética vs intensidad de campo magnético



Se puede observar que la fracción de magnéticos es muy alta y similar para un rango entre 800 y 1600 Gauss de intensidad, esto se traduce en que minerales diferentes a la ilmenita quedan retenidos en la matriz del separador, por lo tanto la intensidad de campo magnético más selectiva visualmente es 400 Gauss con una buena fracción magnética (80%).

Una vez seleccionada la intensidad, se realizaron las 9 pruebas obteniendo los resultados que se muestran en la figura 10.

Figura 10. Fracción de concentrado para cada prueba en el separador magnético de alta intensidad en húmedo

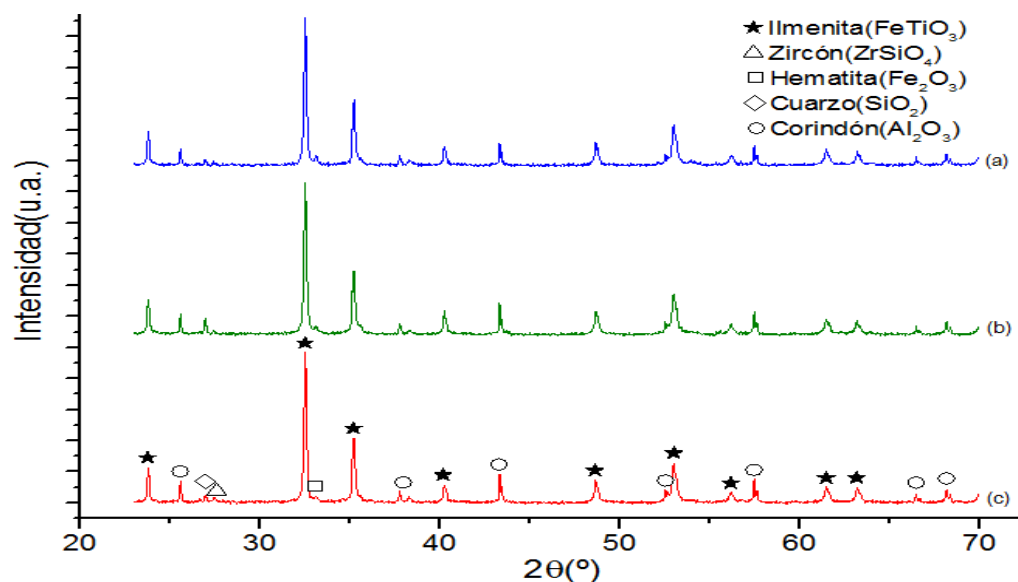


* FMCE= Fracción Magnética de Colas de Espiral, a los 5 min de operación

Se puede observar que los resultados de FCA tienen la misma tendencia obtenida en la espiral, es por esto que se debió analizar el producto de procesar la ganga obtenida a los 5 minutos de operación en la espiral para cada pulpa con los porcentajes de sólidos en el WHIMS. Se puede apreciar que la fracción magnética presentes en la colas (FMCE) es menor para el caso de 10% de sólidos (0,03) en comparación a los casos de 15 y 20% (0,16 y 0,18 respectivamente); esto quiere decir que la cantidad de ilmenita presente en las colas del proceso a 10% de sólidos en la espiral es muy poca, por lo tanto esto confirma que el mineral que se pierde utilizando esta ruta es mínimo. Así mismo, al caracterizar los concentrados CE10-MH, CE15-MH y CE20-MH durante 3 minutos, se identificó que la ley de ilmenita para CE10-MH y CE15-MH era aproximadamente igual (91%) y mayor a CE20-MH (84%). De lo anterior se puede concluir que los mejores concentrados a caracterizar serían los que provienen de un proceso de concentración gravimétrica a 10% de sólidos por su elevada LI y FCA. Con respecto a los concentrados a 10% de sólidos en la espiral, la mayor ley de ilmenita se alcanzó a los 5 minutos de operación (93%).

3.2.4.1. Análisis de patrones de difracción Se analizaron los patrones de difracción de los mejores concentrados magnéticos obtenidos (Figura 11), donde se puede observar que existe una disminución importante en la intensidad de los picos de cuarzo, zircón y rutilo, incluso los de este último desaparecen en las tres pruebas.

Figura 11. Patrón de difracción de rayos X de las muestras (a) CE10-MH 0-3 min, (b) CE10-MH 3-4 min, (c) CE10-MH 4-5 min.



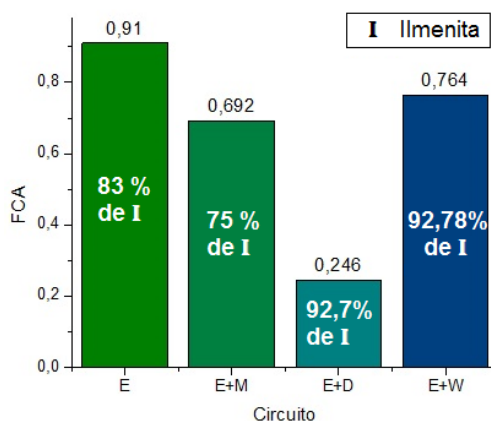
3.2.4.2 Composición mineralógica de los concentrados La composición mineralógica de los concentrados seleccionados fue determinada mediante un análisis semicuantitativo de las muestras utilizando el programa DIFFRAC.EVA V 4.2. Los resultados se pueden observar en el Anexo G.

3.2.5 Comparación de los resultados de los diversos circuitos experimentados

Para efectuar esta comparación se graficaron los resultados de los circuitos de concentración estudiados, teniendo en cuenta las dos variables de salida analizadas anteriormente (LI y FCA). En la Figura 12 se puede observar que el sistema en el que está presente el separador magnético de baja intensidad en seco (DLIMS), se obtiene un porcentaje de ilmenita alto (>90%) pero una FCA muy bajo (<25%), es

por esta razón que este equipo y consecuentemente sus circuitos fueron descartados. El sistema que constaba de espiral y mesa Wilfley produjo una FCA alta (0,69), sin embargo, la ley de ilmenita es muy baja comparada con los demás circuitos, concluyendo que la mesa Wilfley no podría ser incluida en el circuito.

Figura 12. Fracción de concentrado acumulada y porcentaje másico de ilmenita de los circuitos planteados (E: Espiral, M: Mesa Wilfley, D: DLIMS, W: WHIMS).



Al agregar el separador de alta intensidad en húmedo (WHIMS) a la concentración con espiral, se observa una leve disminución del FCA e incremento significativo del porcentaje másico de ilmenita. Por último, se verifica y corrobora que el circuito que está constituido por la espiral y el WHIMS, es con el que se obtiene la más alta FCA (0,76), una elevada ley de ilmenita (92,78%) y una muy alta recuperación de ilmenita ($\%R_{ilmenita} > 95\%$).

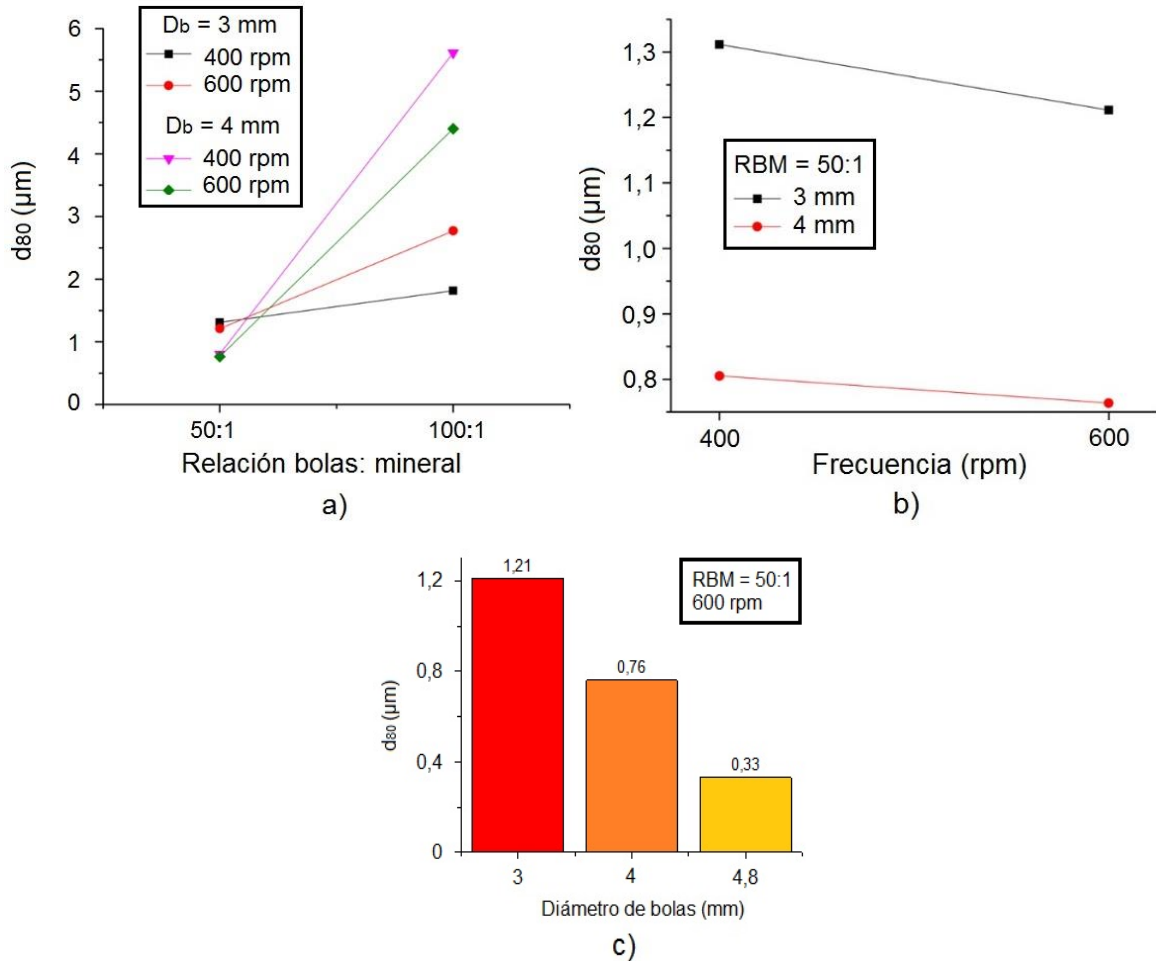
3.3 MOLIENDA DE ALTA ENERGÍA

Con los concentrados del circuito seleccionado anteriormente, se evaluó la obtención del tamaño nanométrico por medio de la molienda de alta energía, determinando las mejores condiciones de operación.

3.3.1 Determinación de condiciones de molienda por microscopía óptica

Inicialmente se determinó las variables más influyentes para la molienda de alta energía, y se desarrolló el diseño de experimentos mostrado en la Tabla 2. Esto se realizó mediante los análisis de las micrografías de los concentrados molidos, para un tiempo fijo de 2 horas. Los resultados y efectos se evidencian en la figura 13, con base en el diámetro del 80% de las partículas (d_{80}) de cada muestra. En la Figura 13(a) se puede observar el efecto de la relación bolas:mineral, donde se evidencia que con una relación 50:1 se produce el menor tamaño de partícula. Esto se debe a que la cantidad de mineral en el molino es mayor, por lo tanto, es más probable que un par de cuerpos molidores entren en contacto y provoquen la fractura de una partícula del mineral.

Figura 13. Efectos y resultados de la (a) relación bolas:mineral, (b) frecuencia del molino y (c) diámetro de bolas

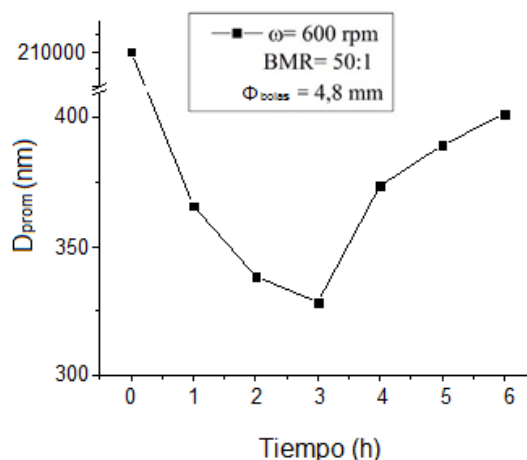


Una vez seleccionada la relación, se analizó la Figura 13(b), donde se observa que con una frecuencia de 600 rpm se obtiene el menor diámetro de partícula, consecuencia del aumento en la energía de impacto, por el incremento de la velocidad de los cuerpos moledores. Con las mejores condiciones de operación seleccionadas se evaluó el diámetro de los cuerpos moledores en la Figura 13(c), adicionando un tamaño de bolas de 4,8 mm, donde se aprecia que a mayor tamaño de bolas, decrece de manera significativa el tamaño de partícula del mineral; esto se debe a que el mineral de elevada densidad (ilmenita) requiere de un mayor tamaño de bolas para que se incremente la fuerza de impacto y por consiguiente se

permita la ruptura del grano. Se identificó que con bolas de 4,8 mm, una frecuencia de 600 rpm y una relación música bolas:mineral de 50:1 se alcanza el menor tamaño de partícula. En el Anexo H se puede observar una de las micrografías tomadas de las muestras analizadas.

3.3.2 Determinación de tamaño de partícula. Una vez establecidas las mejores condiciones de operación para obtener un bajo tamaño de partícula, se procedió a construir un perfil de molienda con respecto al tiempo con los mejores niveles de cada variable (relación bolas:mineral de 50:1, frecuencia de 600 rpm, diámetro de bolas de 4,8 mm), obteniendo los resultados que se muestran en la Figura 14. Se puede observar que con una sola hora de molienda se disminuye de manera significativa el tamaño de partícula, posterior a esto se puede apreciar que aparentemente hay una reducción del tamaño de partícula hasta las 3 horas de molienda, alcanzando un tamaño de partícula promedio de 328,5 nm; después de las 3 horas, se evidencio un aumento del tamaño, esto se debe a la posible formación de aglomerados.

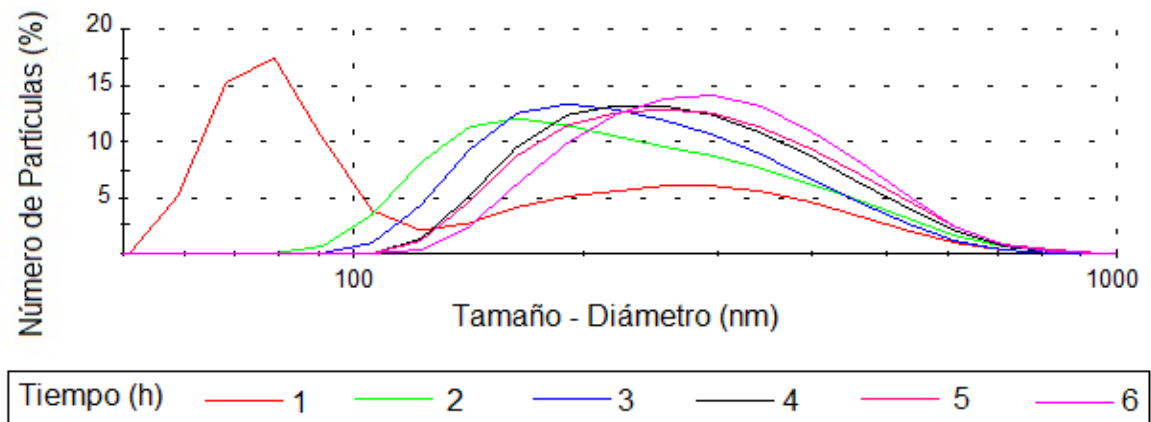
Figura 14. Diámetro de partícula promedio vs tiempo



Aunque según este análisis el tamaño de partícula es mayor al esperado (>100 nm), al observar la evolución de la distribución del tamaño de partícula con el tiempo en

la Figura 15, se puede observar que existen partículas en escala nanométrica, pertenecientes a las distribuciones de 1 a 3 horas de molienda, es notable que para 1 hora de molienda se presenta una distribución bimodal, donde aproximadamente el 50% de las partículas son nanométricas, mientras que la otra mitad son de un tamaño mayor a los 100nm.

Figura 15. Distribución de tamaño de partícula para diferentes tiempos



En esta figura se puede observar que la reducción del tamaño de partícula para los diferentes tiempos produce diámetros de partículas con una distribución amplia entre los 50 y 1000 nm, destacando que para 1 hora de molienda con las mejores condiciones de operación el tamaño nanométrico fue alcanzado. Después de 1 hora se puede apreciar que las distribuciones se vuelven homogéneas (unimodal), así mismo, se observa que las distribuciones se desplazan a la derecha, es decir, se presenta un leve aumento del tamaño de las partículas debido a la formación de aglomeraciones o eventos de soldadura. En la gráfica se puede observar que el grupo de partículas de mayor tamaño en la distribución de 1 hora, disminuyen su tamaño si se muele por 1 hora más, sin embargo, las partículas en escala nanométrica, empiezan a formar agregados, aumentando el tamaño de partícula en la distribución posterior. El circuito de concentración y molienda con las mejores condiciones de operación y su resultado en el Anexo I.

4. CONCLUSIONES

Los resultados de la distribución granulométrica junto con los de FRX y DRX permitieron identificar cual era la composición inicial de las arenas negras, y esto a su vez, permitió seleccionar los equipos y las condiciones de los mismos que producirían un alto concentrado de ilmenita.

El circuito de concentración con el cual se obtiene la mayor ley de ilmenita (92,78%) consta de una concentración gravimétrica en una espiral con una alimentación de 10% de sólidos en pulpa, durante 5 minutos de operación, seguido de un separador magnético de alta intensidad en húmedo a una intensidad de 400 Gauss; con lo cual se alcanza una fracción de concentrado acumulada de 0,76 con respecto a la alimentación de las arenas negras de Barbacoas (Nariño).

La mesa Wilfley y el concentrador magnético de baja intensidad en seco fueron descartados, debido a que se obtenían bajos rendimientos y fracciones de concentrado, con respecto a los equipos ya seleccionados, así mismo, los medios y colas obtenidas en estos procesos, presentaban gran cantidad de mineral valioso(ilmenita) que se podía observar a simple vista por su tono oscuro.

La operación del molino Atritor con una relación bolas:mineral de 50:1, una frecuencia de 600 rpm y un diámetro de bolas de 4,8 mm durante 1 hora de molienda, permite obtener un tamaño promedio de 365,9 nm. A pesar de no ser el tamaño deseado, se encontró que aproximadamente el 50% de las partículas pertenecían a la escala nanométrica (<100nm).

5. RECOMENDACIONES

Para próximas investigaciones, se recomienda evaluar otras variables en la concentración gravimétrica con la espiral, como la apertura de los concentrados y el uso de agua de lavado.

Se sugiere plantear un circuito más completo, de tal manera que los medios y las colas de cada uno de los procesos de concentración, fueran tratados de nuevo para aumentar la eficiencia global del sistema, con el objetivo de proponer un circuito a escala industrial.

Para el caso de la molienda de alta energía, se recomienda analizar la molienda con las mejores condiciones de operación obtenidas para tiempos menores a 1 hora, con intervalos de tiempo de 15 minutos.

Se propone estudiar el tamaño de partícula teniendo en cuenta variables como la adición de un agente de control de proceso, atmosfera de molienda, la combinación del tamaño (diámetro) de los cuerpos moledores o bolas, entre otras.

Como en el proceso de molienda de alta energía se pueden producir amorfos, aglomeraciones o reacciones, se recomienda cuantificar dichos amorfos y aglomeraciones, así como, compuestos que se hayan formado durante este proceso.

Si se desea obtener todas las partículas en escala nanométrica, se recomienda que con las condiciones de operación seleccionadas, se realice una posterior separación de tal manera que el producto sea solo mineral nanométrico.

CITAS BIBLIOGRAFICAS

[1] VARÓN. D. A. Estudio del efecto de la molienda de alta energía del mineral ilmenita presente en las arenas negras de puerto Colombia (Atlántico). Bucaramanga, 2007, 161 h. Trabajo de grado (Química) (Dir. Henao, J.A., Codir. Neira, G.), Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ciencias Básicas. Escuela de Química.

[2] ELSNER, H. Heavy minerals of economic importance. Hannover: BGR. (2013); p. 23-52.

[3] CAÑAS. D. M. Evaluación de las capacidades fotocatalíticas de oxidación y reducción de concentrados de ilmenita obtenidos de arenas negras de Barbacoas (Nariño). Bucaramanga, 2015, 67 h. Trabajo de grado (Ingeniería Química) (Dir. Meléndez, A. M., Codir. Pedraza J.A), Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química.

[4] GARCÉS GIRALDO, L., MEJÍA FRANCO, E., & SANTAMARÍA ARANGO, J. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. En: Revista Lasallista De Investigación. Vol. 1, Ed. 1; p. 83-92.

[5] GARCÉS GIRALDO, L., & PEÑUELA MESA, G. Tratamiento de aguas residuales de la industria textil por medio de la fotocatalisis. México, D.F. En: Corporación Universitaria Lasallista. (2009); p. 18-29.

[6] LUNA, J., SANABRIA, N. y CARRIAZO, J. Powders of iron (III)-doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: Powder technology. Vol. 302, Ed. 1016 (2016); p. 254-260,

[7] CARVAJAL, R. y ESTEVEZ, M. Extracción del titanil sulfato del mineral ilmenita (FeTiO_3) y su evaluación en la esterificación del ácido oleico. Bucaramanga, 2008, 75 h. Trabajo de grado (Químico). Universidad industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de química.

[8] GUTIÉRREZ. D. N. Disolución de la ilmenita proveniente de arenas negras, inducida por molienda de alta energía. Bucaramanga, 2004, 113 h. Trabajo de grado (Ingeniería Metalúrgica) (Dir. Neira, G., Codir. Uribe I.), Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica.

[9] RAGHAVENDER A.T. et al. Nano-ilmenite FeTiO_3 : Synthesis and characterization. En: J. Magn. Magn. Mater. Ed. 331 (2013); p. 129-132.

[10] CHEN Y.H. Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: J. Non-Cryst. Solids. Ed. 357 (2011); p.136-139.

[11] REUTER, M., VAN DEVENTER, J., GREEN, J., & SINCLAIR, M. Optimal design of mineral separation circuits by use of linear programming. En: Chemical Engineering Science. Vol. 43, Ed. 5 (1988); p. 1039-1049.

[12] COMAS, J., A., & BECERRA, A., J. Identificación electroquímica de ilmenita FeTiO_3 en concentrados y colas producto del beneficio de arenas negras. Bucaramanga, 2014, 45 h. Trabajo de grado (Ingeniería Química) (Dir. Pedraza J.A., Codir. Gauthier G. H.), Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Ingeniería Química.

[13] PAVEZ, O. Apuntes de concentración de Minerales II. Apuntes de Clase En: Universidad de Atacama, Facultad de Ingeniería, Departamento de Metalurgia. Ed. 2 (2005); p. 1-107.

- [14] MACDONALD, E. Handbook of gold exploration and evaluation. Cambridge: Woodhead. (2007); p. 488-552.
- [15] SIVAMOHAN, R., & FORSSBERG, E. Principles of spiral concentration. En: International Journal Of Mineral Processing. Vol. 15, Ed. 3 (1985); p. 173-181.
- [16] SADEGHI, M., BAZIN, C., & RENAUD, M. Effect of wash water on the mineral size recovery curves in a spiral concentrator used for iron ore processing. En: International Journal Of Mineral Processing. Ed. 129 (2014); p. 22-26.
- [17] CARPENTER, R. Mineral beneficiation by gravity concentration; a fundamental study. Idaho University of Idaho: School of Mines. (1949); p. 1-16.
- [18] RAMSAYWOK, P., VERMAAK, M., & VILJOEN, R. Case study: high capacity spiral concentrators. En: The Journal Of The Southern African Institute Of Mining And Metallurgy. Vol. 110 (2010); p. 637-642.
- [19] KELLY, E., & SPOTTISWOOD, D. Introducción al procesamiento de minerales. México: Limusa. (1990); p. 279-316.
- [20] KUMAR Y. et al. Influence of Shaking Table Process Parameters on Concentration of Chromite Plant Tailings. Proceedings Of The XI International Seminar On Mineral Processing Technology (MPT-2010). (2010); p.199-204.
- [21] ERIEZ. High intensity wet magnetic separator, series L model 4 laboratory separator. (2007); p. 1-2.
- [22] SEMINARI, U. Production of nanocrystalline aluminum alloy powders through cryogenic milling and consolidation by dynamic magnetic compaction. Montreal.

2007, 112 h. Thesis (Master of engineering).McGill University. Faculty of graduate studies. Department of mining and materials Engineering.

[23] ASTM. Standard practice for reducing samples of aggregate to testing size. C702/C702M-11. 2014.

[24] CHEN, Y., WILLIAMS, J., CAMPBELL, S., & WANG, G. M. Increased dissolution of ilmenite induced by high-energy ball milling. *Materials Science and Engineering*. Vol. 271, Ed. 1 & 2 (1999); p. 485–490.

[25] JUST, A., & YANG, M. Attrition dry milling in continuous and batch modes. Powder & Bulk Solid Conference/Exhibition. 1998

[26] SCHILLING, R. E., & YANG, M. Attritor Grinding Mills and New Developments. 2000.

[27] PRATER,L.S.Black Sands.Moscow:Idaho Bureau of Mines and Geology.1957.

BIBLIOGRAFIA

ASTM. Standard practice for reducing samples of aggregate to testing size. C702/C702M-11. 2014.

CAÑAS. D. M. Evaluación de las capacidades fotocatalíticas de oxidación y reducción de concentrados de ilmenita obtenidos de arenas negras de Barbacoas (Nariño). Bucaramanga, 2015, 67 h. Trabajo de grado (Ingeniería Química) (Dir. Meléndez, A. M., Codir. Pedraza J.A), Universidad Industrial de Santander.

CARPENTER, R. Mineral beneficiation by gravity concentration; a fundamental study. Idaho University of Idaho: School of Mines. (1949); p. 1-16.

CARVAJAL, R. y ESTEVEZ, M. Extracción del titanil sulfato del mineral ilmenita (FeTiO_3) y su evaluación en la esterificación del ácido oleico. Bucaramanga, 2008, 75 h. Trabajo de grado (Químico). Universidad industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de química.

CHEN Y.H. Synthesis, characterization and dye adsorption of ilmenite nanoparticles. En: J. Non-Cryst. Solids. Ed. 357 (2011); p.136-139.

CHEN, Y., WILLIAMS, J., CAMPBELL, S., & WANG, G. M. Increased dissolution of ilmenite induced by high-energy ball milling. *Materials Science and Engineering*. Vol. 271, Ed. 1 & 2 (1999); p. 485–490.

COMAS, J., A., & BECERRA, A., J. Identificación electroquímica de ilmenita FeTiO_3 en concentrados y colas producto del beneficio de arenas negras. Bucaramanga,

2014, 45 h. Trabajo de grado (Ingeniería Química) (Dir. Pedraza J.A., Codir. Gauthier G. H.), Universidad Industrial de Santander.

DOHEIM M. et al. Numerical simulation of particulate-flow in spiral separators: Part I. Low solids concentration (0.3% & 3% solids). En: Applied mathematical Modelling. Ed 37 (2013); p. 198-215. 2013

ELSNER, H. Heavy minerals of economic importance. Hannover: BGR. (2013); p. 23-52.

ERIEZ. High intensity wet magnetic separator, series L model 4 laboratory separator. (2007); p. 1-2.

FANG, W., GONG, X., & YANG, H. On the Unusual Properties of Anatase TiO₂ Exposed by Highly Reactive Facets. En: The Journal Of Physical Chemistry Letters. Vol. 2, Ed. 7 (2011); p. 725-734.

GARCÉS GIRALDO, L., & PEÑUELA MESA, G. Tratamiento de aguas residuales de la industria textil por medio de la fotocatalisis. México, D.F. En: Corporación Universitaria Lasallista. (2009); p. 18-29.

GARCÉS GIRALDO, L., MEJÍA FRANCO, E., & SANTAMARÍA ARANGO, J. La fotocatalisis como alternativa para el tratamiento de aguas residuales. En: Revista Lasallista De Investigación. Vol. 1, Ed. 1; p. 83-92.

GUTIÉRREZ. D. N. Disolución de la ilmenita proveniente de arenas negras, inducida por molienda de alta energía. Bucaramanga, 2004, 113 h. Trabajo de grado (Ingeniería metalurgica) (Dir. Neira, G., Codir. Uribe I.), Universidad Industrial de Santander.

JUST, A., & YANG, M. Attrition dry milling in continuous and batch modes. Powder & Bulk Solid Conference/Exhibition. 1998

KELLY, E., & SPOTTISWOOD, D. Introducción al procesamiento de minerales. México: Limusa. (1990); p. 279-316.

KUMAR J. et al. An analytical approach to explain the generation of secondary circulation in spiral concentrators. En: Powder Technology. Ed. 308 (2017); p. 165-170.

KUMAR Y. et al. Influence of Shaking Table Process Parameters on Concentration of Chromite Plant Tailings. Proceedings Of The XI International Seminar On Mineral Processing Technology (MPT-2010). (2010); p.199-204.

LUNA, J., SANABRIA, N. y CARRIAZO, J. Powders of iron (III)-doped titanium dioxide obtained by direct way from a natural ilmenite. En: Powder technology. Vol. 302, Ed. 1016 (2016); p. 254-260,

MACDONALD, E. Handbook of gold exploration and evaluation. Cambridge: Woodhead. (2007); p. 488-552.

NAKATA, K., & FUJISHIMA, A. TiO₂ photocatalysis: Design and applications. Journal Of Photochemistry And Photobiology C. En: Photochemistry Reviews. Vol. 13, Ed. 3 (2012); p. 169-189.

OREJUELA, O. A. Beneficio de minerales de yeso provenientes de la mina la nacuma “municipio de los santos”. Investigación (Dir. Pardave, W. y Vásquez, C.). 2007

PAVEZ, O. Apuntes de concentración de Minerales II. Apuntes de Clase En: Universidad de Atacama, Facultad de Ingeniería, Departamento de Metalurgia. Ed. 2 (2005); p. 1-107.

PRATER, L. S. Black Sands. Moscow: Idaho Bureau of Mines and Geology. 1957.

RAGHAVENDER A.T. et al. Nano-ilmenite FeTiO_3 : Synthesis and characterization. En: J. Magn. Mater. Ed. 331 (2013); p. 129-132.

RAMSAYWOK, P., VERMAAK, M., & VILJOEN, R. Case study: high capacity spiral concentrators. En: The Journal Of The Southern African Institute Of Mining And Metallurgy. Vol. 110 (2010); p. 637-642.

REUTER, M., VAN DEVENTER, J., GREEN, J., & SINCLAIR, M. Optimal design of mineral separation circuits by use of linear programming. En: Chemical Engineering Science. Vol. 43, Ed. 5 (1988); p. 1039-1049.

SADEGHI, M., BAZIN, C., & RENAUD, M. Effect of wash water on the mineral size recovery curves in a spiral concentrator used for iron ore processing. En: International Journal Of Mineral Processing. Ed. 129 (2014); p. 22-26.

SCHILLING, R. E., & YANG, M. Attritor Grinding Mills and New Developments. 2000.

SELTER. Sistemas magnéticos de separación para el reciclaje industrial y tratamiento de residuos; p. 1-10.

SEMINARI, U. Production of nanocrystalline aluminum alloy powders through cryogenic milling and consolidation by dynamic magnetic compaction. Montreal. 2007, 112 h. Thesis (Master of engineering). McGill University. Faculty of graduate studies. Department of mining and materials Engineering.

SIVAMOHAN, R., & FORSSBERG, E. Principles of spiral concentration. En: International Journal Of Mineral Processing. Vol. 15, Ed. 3 (1985); p. 173-181.

VARÓN. D. A. Estudio del efecto de la molienda de alta energía del mineral ilmenita presente en las arenas negras de puerto Colombia (Atlántico). Bucaramanga, 2007, 161 h. Trabajo de grado (Química) (Dir. Henao, J.A., Codir. Neira, G.), Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ciencias Básicas. Escuela de Química.

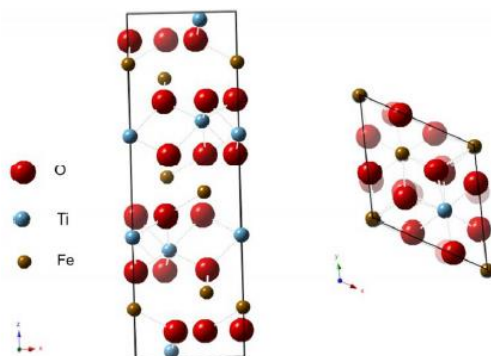
ANEXOS

Anexo A. Propiedades físico-químicas de la ilmenita

Composición: Su fórmula estequiométrica es FeTiO_3 , el porcentaje en peso es Fe 36,8%, Ti 31,6% y O 31,6%; sin embargo este mineral presenta sustituciones limitadas de Fe por Mg y Mn por consiguiente una formula realista seria $(\text{Fe}, \text{Mg}, \text{Mn})\text{TiO}_3$.

Estructura cristalina: La ilmenita presenta un sistema cristalino trigonal-romboédrico y su estructura es un derivado del corindón o la hematita.

Figura AA.1. Estructura cristalina de la ilmenita, FeTiO_3 .



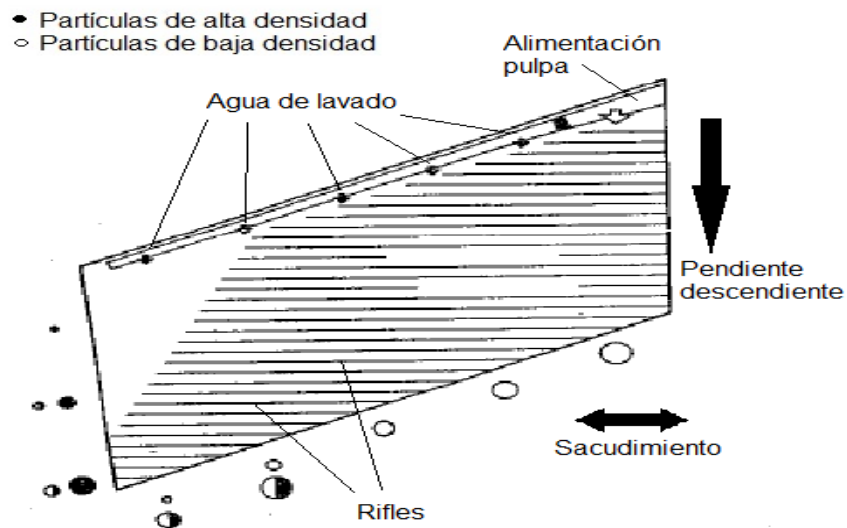
Propiedades físico-químicas	
Color	Negro
Lustre	Metálico, sub-metálico
Raya	Negro a marrón rojizo
Diafanidad	Opaco
Tenacidad	Frágil
Densidad	4,72 g/cm ³
Dureza	5-6 Mohs
Solubilidad	En ácido sulfúrico
Magnetismo	Moderadamente magnético

Anexo B. Protocolo de operación de equipos de concentración

-Mesa Wilfley

El esquema de funcionamiento de la mesa vibratoria Wilfley se puede observar en la figura AB.1.

Figura AB.1. Esquema de funcionamiento de una mesa Wilfley.



Fuente: Adaptado de Kelly, 1990 [1]

En este caso de estudio la mesa empleada fue probada en modo discontinuo. Teniendo esto en cuenta para operar la mesa concentradora es necesario:

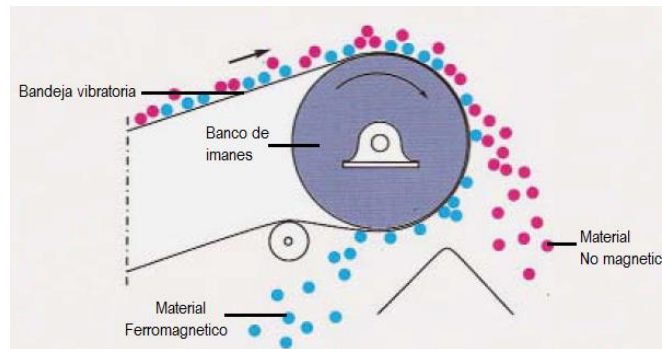
1. Verificar y ajustar el ángulo de inclinación de la mesa.
2. Situar recipientes de recolección de concentrados, medios y colas.
3. Situar la pulpa de alimentación en la tolva, con un porcentaje de sólidos no mayor al 40% y una carga de sólidos no mayor a 500 g.
4. Dejar correr el agua de lavado.
5. Encender el motor que provee el sacudimiento a la mesa.

6. Dar paso al flujo de la pulpa hasta que se la alimentación sea procesada.
7. Cortar el agua de lavado.
8. Apagar el motor.
9. Recolectar los productos obtenidos.

-Separador de baja intensidad en seco.

El esquema de funcionamiento del separador magnético de baja intensidad se puede observar en la figura AB.2.

Figura AB.2. Esquema del separador de baja intensidad en seco (DLIMS).



Fuente: Adaptado de SELTER, [2]

El separador magnético en seco fue probado en discontinuo y para operar en él se prosigue así:

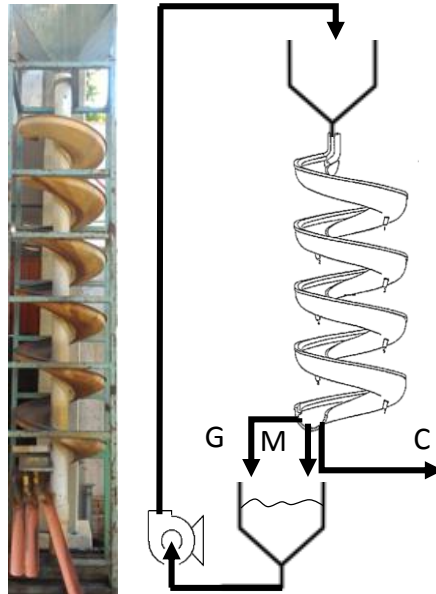
1. Situar los recipientes para recolección de la fracción magnética y de la fracción no magnética.
2. Ubicar en la tolva una cantidad de mineral no mayor a 300 g.
3. Encender simultáneamente el tambor magnético rotatorio y la bandeja vibratoria.
4. Garantizar un flujo de película delgada, de no más de 3 mm de espesor, desde la bandeja hacia el tambor, hasta que la alimentación haya sido totalmente procesada.
5. Apagar el tambor y la bandeja.

6. Recolectar los productos obtenidos.

-Espiral tipo Reichert

Para facilitar el uso de la espiral y reducir el tiempo de trabajo, fue necesario el montaje de un sistema de reciclo que tenía como fin mejorar la eficiencia del proceso, así que los medios y colas (gangas) fueron recirculados por medio de una bomba centrífuga horizontal como se muestra en la figura AB.3 y los concentrados fueron recolectados a través del tiempo en baldes

Figura AB.3. Sistema de reciclo en la espiral.



Para dar inicio a la operación de concentración en este equipo se planteó un protocolo de encendido que se describe a continuación:

1. Alimentar la tolva inferior con el agua requerida para el porcentaje de pulpa
2. Encender la bomba que permitiría el reciclo del agua a través de la espiral
3. Alimentar la tolva inferior con el mineral requerido para el porcentaje de pulpa(No recolectar los concentrados aun)

4. Recircular los concentrados sosteniendo un canal de plástico y esperar entre 30 segundos a 1 minuto hasta que se forme un perfil donde se distingan concentrados, medios y colas como se muestra en la figura AB.4.

Figura AB.4. Perfil de la arena en la espiral



5. Retirar el canal y recolectar los concentrados durante el tiempo requerido.
6. Apagar la bomba.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1] KELLY, E., & SPOTTISWOOD, D. Introducción al procesamiento de minerales. México: Limusa. (1990); p. 279-316.

[2] SELTER. Sistemas magnéticos de separación para el reciclaje industrial y tratamiento de residuos; p. 1-10.

Anexo C. Métodos de caracterización de concentrados

Fluorescencia de rayos (FRX)

Se realizó un análisis elemental y químico de las arenas negras base para identificar cuáles eran los principales elementos que la constituían. Los análisis se realizaron mediante el método QUANT-EXPRESS (Parámetros Fundamentales) en el rango de sodio (Na) a Uranio (U), en un espectrómetro secuencial de Fluorescencia de Rayos-X de Longitud de Onda Dispersiva de 4KW marca BRUKER modelo S8 TIGER; la fuente de rayos X fue tubo de Rodio (Rh). Las muestras se sometieron a tratamiento térmico, tamizado y molturado.

Difracción de rayos X (DRX)

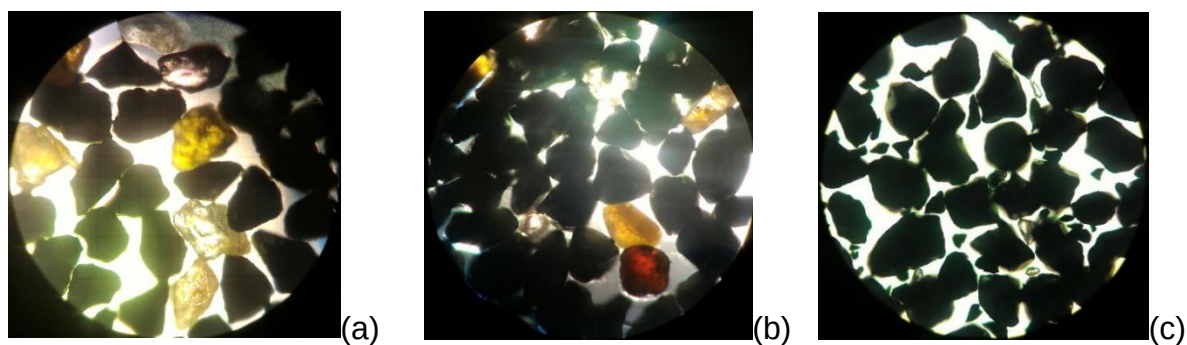
Se usó la técnica de difracción de rayos X para identificar las fases cristalinas presentes en las arenas negras base y los concentrados en cada etapa del proceso. Los difractogramas fueron obtenidos en un difractómetro de polvo BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría DaVinci operando a 40 kV y 40 mA usando radiación $\text{CuK}\alpha$ I en un rango de 2θ entre 3,5 y 70°. La identificación y el análisis semicuantitativo de las diferentes fases se estimaron mediante refinamiento por el método Rietveld empleando el software DIFFRAC.EVA. V 4.2.

Anexo D. Análisis óptico

Las arenas negras y los mejores concentrados obtenidos se analizaron igualmente mediante un microscopio óptico ZEISS AXIO Lab.A1, acoplando una cámara Axiocam ERc 5s, con el objetivo de observar el aspecto, morfología y color de cada muestra.

En la Figura AD.1 se observa la micrografía de las arenas base y las muestras de concentrados correspondientes a CE10 y CE10-MH durante 5 minutos de operación en la espiral, en las arenas base se pueden distinguir minerales como cuarzo y zircón (traslucidos) debido a la diferencia en el color de los fragmentos. Asimismo, se observa que la fase dominante o mayoritaria es de tono oscuro que corresponde a los granos de ilmenita y/o hematita.

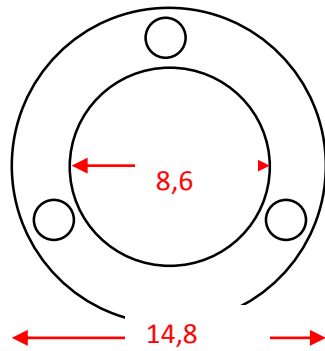
Figura AD.1. Micrografía de (a) arenas negras base (b) concentrado gravimétrico (CE10) y (c) posterior separación magnética (CE10-MH). Escala: 16X



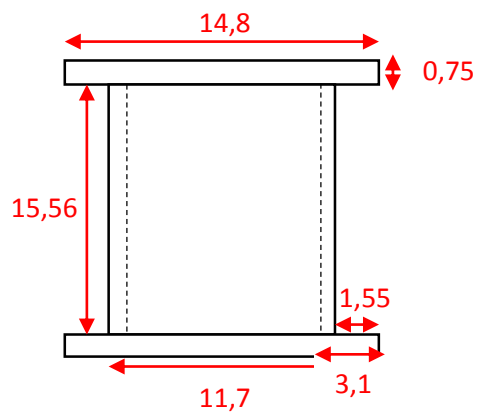
Aunque en CE10 aún se observan diferentes colores, es notable que la variedad es menor y la mayoría son de coloración oscura. Finalmente, en CE10-MH no se distinguen tonos diferentes a los oscuros (ilmenita/hematita).

Anexo E. Especificaciones y dimensiones del molino Attritor.

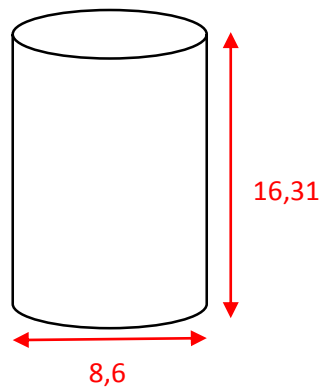
-Vista superior



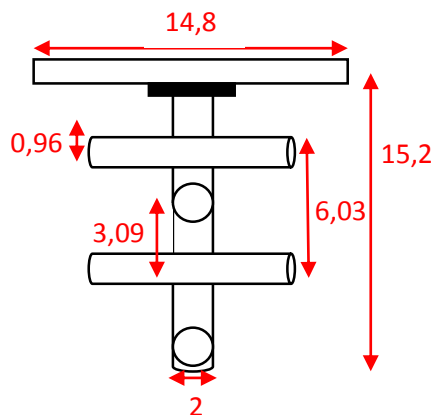
-Vista lateral



-Volumen interno



-Eje con aspas



Todas las medidas son en cm.

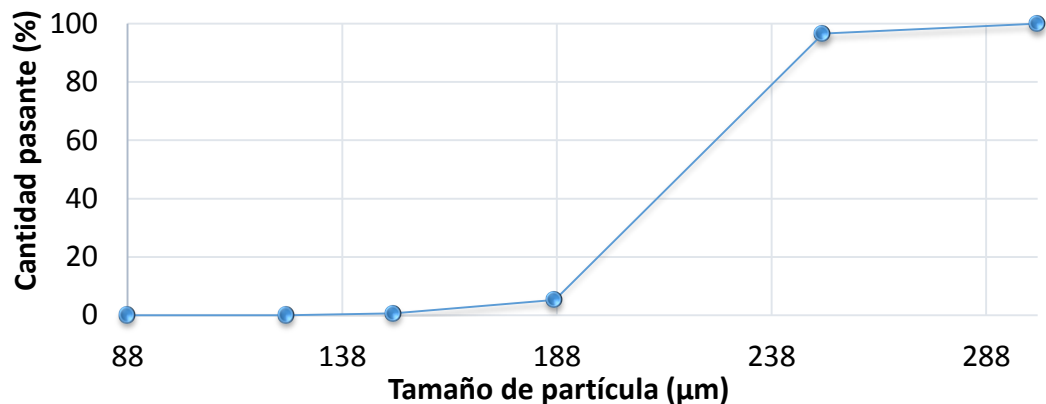
Tabla AE.1. Especificaciones del molino Attritor.

Equipo utilizado	Molino de atrición vertical
Diámetro	8,6 cm
Capacidad de contenedor	947,42 cm ³
Material	Acero inoxidable
Motor	Siemens 0,75 HP; 60 Hz; 220 – 440 V; 2,9-1,75 A; 1650 rpm; η =64%
Material de cuerpos moledores	Acero inoxidable

Anexo F. Análisis de distribución granulométrica

Inicialmente fue necesario realizar un análisis granulométrico de las arenas negras base, para determinar qué tamaño de partícula predominaba y así proponer las rutas de concentración. Como resultado se obtuvo que el 95% de las arenas negras están dentro de un rango de 188 μm hasta 300 μm (Figura AF.1), cuyos valores son favorables para la operación de la espiral gravimétrica. Según la literatura, las espirales concentradoras funcionan de manera eficiente cuando el mineral posee tamaños menores a 3000 μm [1][2]. Por lo tanto es adecuado usar este equipo como concentrador principal.

Figura AF.1. Distribución de tamaño de partícula en arenas base



REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

[1] DOHEIM M. et al. Numerical simulation of particulate-flow in spiral separators: Part I. Low solids concentration (0.3% & 3% solids). En: Applied mathematical Modelling. Ed 37 (2013); p. 198-215. 2013

[2] KUMAR J. et al. An analytical approach to explain the generation of secondary circulation in spiral concentrators. En: Powder Technology. Ed. 308 (2017); p. 165-170.

Anexo G. Composición mineral de los concentrados y las arenas negras

Los resultados del análisis semicuantitativo de la composición de las arenas negras base y los concentrados preseleccionados se muestran en la tabla AG.1.

Tabla AG.1. Porcentajes máscicos de las fases cristalinas presentes en las muestras, mediante un análisis semicuantitativo en el Software DIFFRAC.EVA V4.2.

	% m/m de fases cristalinas					
Muestra\F.Cristalina	<i>Ilmenita</i>	Zircón	Hematita	Cuarzo	Rutilo	Riebeckita
ANB	68,85	11,45	3,35	9,64	1,54	5,17
CE10, 0-3 min	81,14	12,21	3,53	1,36	1,76	0,00
CE10, 3-4 min	79,28	14,61	3,28	0,89	1,94	0,00
CE10, 4-5 min	83,09	7,98	2,84	3,65	2,44	0,00
CE10-MH, 0-3 min	91,04	2,24	5,32	0,00	1,40	0,00
CE10-MH, 3-4 min	90,00	5,23	2,92	0,00	1,85	0,00
CE10-MH, 4-5 min	92,78	2,20	2,35	0,00	2,67	0,00

Se puede apreciar que en la fase de concentración con la espiral, la composición de ilmenita a los diferentes tiempos, es similar, así mismo, se observa que la concentración de ilmenita aumenta por la inclusión de la segunda etapa (concentrador magnético) al proceso.

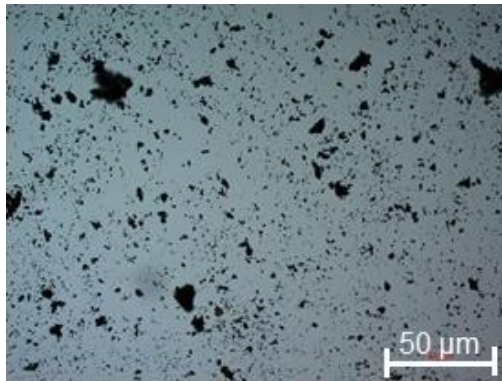
La concentración gravimétrica con la espiral produjo un aumento en la ley de ilmenita de 13% aproximadamente, por la reducción de la presencia de riebeckita y cuarzo (fases cristalinas de menor densidad). De esta manera se ve reflejado el principio de la concentración gravimétrica, donde se separa aprovechando la diferencia en sus densidades (Tabla 4).

Con respecto a la posterior separación magnética en húmedo, se observa que la pureza de ilmenita se incrementa en un 10% aproximadamente, esto se debe a la separación del cuarzo sobrante y de grandes cantidades de zircón, que no quedan retenidas en la matriz del separador por su baja susceptibilidad magnética (Tabla 4). De los concentrados finales obtenidos, la muestra que posee la más alta ley de ilmenita es CE10-MH a los 5 minutos de operación en la espiral, por lo tanto las mejores condiciones de operación se justifican completamente, y son; una alimentación del 10% de sólidos en la espiral durante 5 minutos de operación, con posterior concentración magnética de alta intensidad en húmedo a 400 Gauss.

Anexo H. Micrografías

Para el diseño de experimentos propuesto en la molienda de alta energía, se utilizó como variable respuesta el diámetro del 80% de las partículas, el cual se obtiene a través de un análisis aproximado de la distribución del tamaño de grano presente en una micrografía. Una de las micrografías utilizadas se puede observar en la Figura AH.1

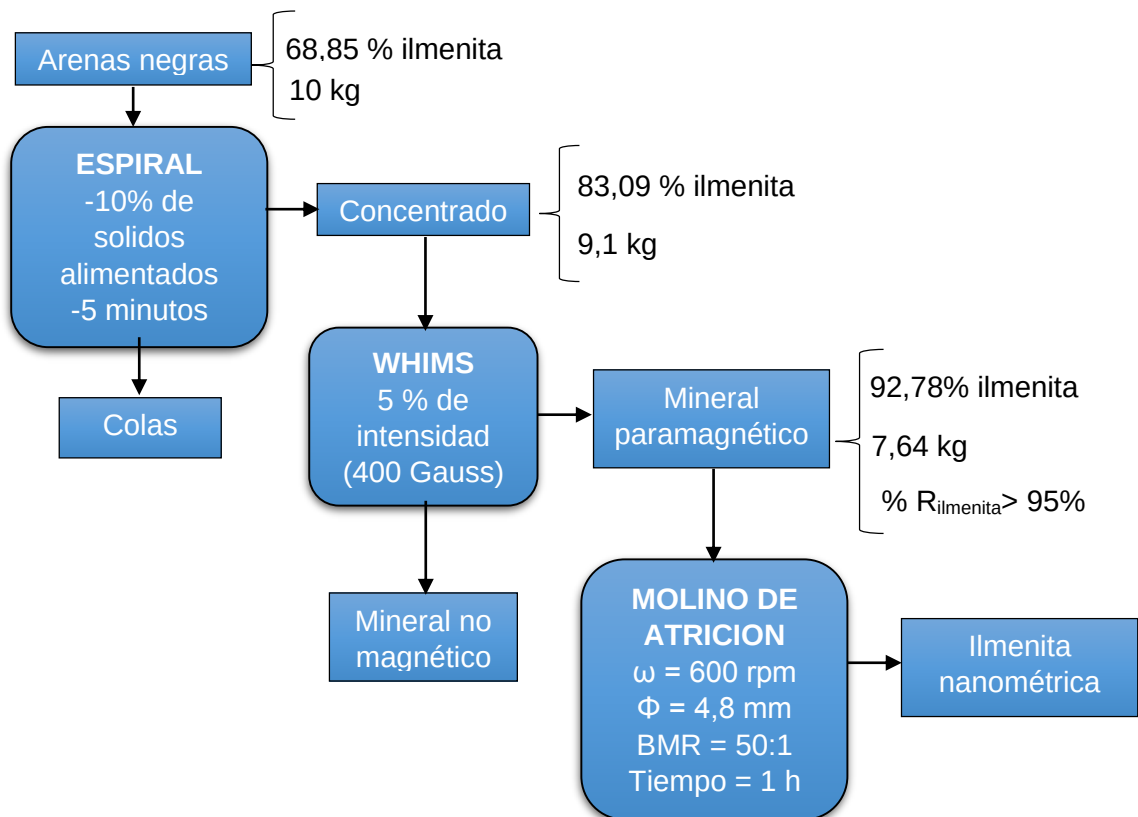
Figura AH.1. Micrografía de concentrado molido



Anexo I. Circuito de concentración y molienda seleccionado

El circuito de concentración y molienda con las mejores condiciones de operación y su resultado se muestra en la Figura AI.1.

**Figura AI.1. Diagrama final del proceso de concentración y molienda
propuesto**

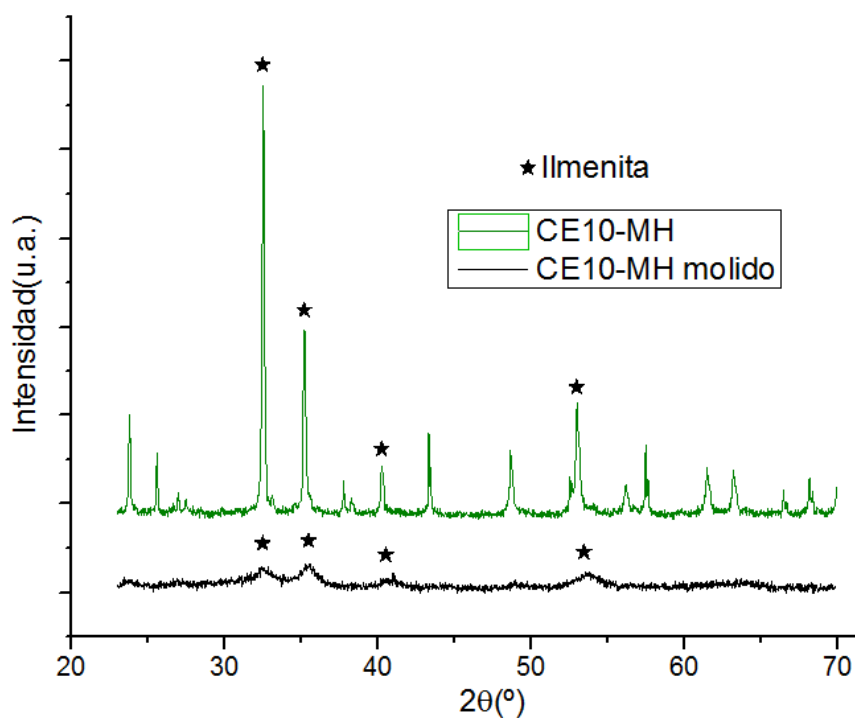


Anexo J. Oxidación en la molienda de alta energía

Durante el proceso de molienda se produce una oxidación de la ilmenita, ya que el aire presente y la energía de impacto generada, permite que el hierro pase de Fe^{2+} (presente en la ilmenita) a Fe^{3+} y se oxide. Esto se puede observar a simple vista cuando el color negro del mineral cambia a un color rojizo y marrón. La oxidación se visualiza para tiempos de molienda mayores a 3 horas.

Realizando un análisis de los difractogramas del mineral antes y después de una molienda de 6 horas, se permite inferir que a pesar de que se produzca la oxidación, se puede observar que los picos que siguen predominando son los de ilmenita (Figura AJ.1).

Figura AJ.1. Patrones de DRX del concentrado final y su respectivo molido.



Sin embargo, como el tiempo de molienda con el que se obtuvo el menor tamaño de partícula fue 1 hora, para este caso, la oxidación no es significativa.