



UNIVERSIDAD
DE ATACAMA

FACULTAD TECNOLÓGICA
DEPARTAMENTO DE GEOMINERÍA

**“IMPLEMENTACIÓN DE SISTEMA DE LIXIVIACIÓN POR AGITACIÓN
PARA LA OBTENCIÓN DE NANOMATERIALES A PARTIR DE RELAVES
MINEROS DE ENAMI TALTAL”**

Trabajo de titulación para optar al título de técnico en metalurgia

Profesor guía: Dr. Mauricio Morel Escobar.

Profesor co-guía: Carolina Venegas Abarzúa.

Cristopher Iribarren Cerda

Daniel Núñez Núñez

Fernando Torres González

Vallenar, Chile 2022

AGRADECIMIENTOS

El primer y más grande agradecimiento es para nuestro profesor guía Dr. Mauricio Morel, quien con gran paciencia y dedicación nos apoyó en este proyecto de tesis, respondiendo dudas, enseñando nuevos conocimientos y entregando nuevas herramientas para nuestro futuro.

En segundo lugar, a nuestra profesora Mg. Carolina Venegas, quien fue nuestra profesora desde nuestro primer año de carrera, enseñándonos con entusiasmo no solo la materia correspondiente, también formándonos como mejores profesionales con conocimientos sobre el medio ambiente y el cuidado de este.

En tercer lugar, a la Universidad de Atacama por facilitar sus instalaciones para el desarrollo de este proyecto de tesis; al laboratorio de materiales por apoyarnos realizar las caracterizaciones de muestra.

En cuarto lugar, a ENAMI Taltal planta José Antonio Moreno por facilitar las muestras de relaves para su caracterización.

Como agradecimiento especial a Lidia Santibáñez, compañera de ingeniería en metalurgia, que nos ayudó explicando y enseñando diversos puntos que nos complicaron a lo largo de este proyecto.

Por último, a nuestros amigos y familiares quienes nos han apoyado e instado a seguir adelante con esta carrera y con nuestro desarrollo en la vida.

Índice contenido

1.1.- Introducción.	9
1.2.- Objetivo general:.....	10
1.3.- Objetivos específicos:	10
1.4.- Planteamiento del problema:.....	10
1.5.- Hipótesis:	11
1.6.- Justificación:	11
1.7.- Antecedentes.	11
1.8.- Alcances.	12
Capítulo 2: Marco teórico.	13
2.1.- Antecedentes de la empresa.	13
2.1.1.- ENAMI Taltal, planta José Antonio Moreno.....	13
2.2.-Hidrometalurgia.	16
2.3.- Lixiviación:	17
2.4.- Nanomateriales.....	20
2.4.1.- Nanopartículas de óxido de hierro.	21
2.4.2.- Métodos de síntesis de nanomateriales.	21
Los métodos de arriba hacia abajo:	22
Métodos “de abajo hacia arriba”:	22
2.5.- Armado del sistema de lixiviación.....	23
2.5.1 Arduino.....	24
2.5.2.- Motor paso a paso nema 17.....	24
2.5.3.- Modulo controlador de motores L298N.....	25
2.6.- Métodos de caracterización de muestras y nanomateriales.....	25
2.6.1.- Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).....	25
2.6.2.- Análisis de difracción de rayos X (XRD)	26
Capítulo 3 Metodología.	28
3.1.- Caracterización del relave.	28
3.1.1. Procedimiento específico de la Curva de calibración de Cu.	29
3.1.2.- Curva de determinación de cobre.....	29
3.2. Análisis SEM.....	30

3.3.- Caracterización por XRD.....	31
3.4.- Planificación del sistema de lixiviación.....	31
3.5.- Desarrollo.....	33
3.5.1 Modelado de piezas en 3D:	33
3.5.2 Impresión de piezas 3D:	34
3.6.- Construcción del sistema:	35
3.7.- Automatización del sistema.	36
3.8 Validación del sistema de lixiviación construido:.....	38
Capítulo 4 Resultados y discusiones.....	39
4.1.- Análisis del relave.....	39
4.2 Análisis SEM.....	43
4.3 Caracterización por XRD.	46
4.5 Validación del sistema de lixiviación construido.....	48
Capítulo 5: Conclusiones.	49
Bibliografía	50

Índice de figuras:

Figura 2.1. Ubicación de plantas de trabajo ENAMI Taltal.	14
Figura 2.2. Proyecto de contención de tranque de relave.	15
Figura 2.3 Lixiviación en pilas.	17
Figura 2.4 Lixiviación in situ.	18
Figura 2.0-1 Lixiviación en bateas.	18
Figura 2.6 Columnas de lixiviación.	19
Figura 2.7 Columna de lixiviación por agitación.	20
Figura 2.8 Escala comparativa de tamaño de nanomateriales.	20
Figura 2.9 Arduino Uno.	24
Figura 2.10 Motor paso a paso nema 17.	24
Figura 2.11 controlador tipo h-bridge L298N.	25
Figura 2.12 Equipo de microscopía electrónica de barrido.	26
Ilustración 2.13 representación de difracción de rayos X sobre una muestra.	27
Figura 3.1 Diagrama de los pasos de metodología.	28
Figura 3.2 Muestra a analizar en SEM.	30
Figura 3. 3 muestra lista para el análisis.	31
Figura 3.4 plano 2D del sistema de lixiviación.	33
Figura 3.5 a la izquierda perspectiva interior de una columna / a la derecha las piezas diseñadas en Inventor.	34
Figura 3.6 Configuración de los parámetros para imprimir.	35
Figura 3.7 Líneas de código para controlar el sistema.	37
Figura 3.8 Circuito de Arduino, controlador L298N y potenciómetro en protoboard.	37
Gráfico 1 curva de calibración donde el eje X es la concentración y el eje Y es la absorbancia.	40
Figura 4.1 imagenes de la composicion elemental obtenidas por SEM.	44
Figura 4.2 imagenes de la composicion elemental obtenidas por SEM.	45
Gráfico 2 Presencia en % de los elementos de la muestra.	45
Gráfico 3 % en masa de los elementos redistribuidos, luego de excluir el C y O.	46
Gráfico 4 Picos característicos de cada fase de cristalina presente en la muestra.	47
Figura 4.3 enlace a video 1.	48
Figura 4.4 Enlace a video 2.	48

Índice de tablas.

Tabla 1 Datos de absorbancia medidos por espectrofotometría.....	39
Tabla 2 Absorbancia, concentración medida y concentración real de cada muestra.	41
Tabla 3 Nombres de los compuestos, su factor de escala y la formula química de cada uno.	47

RESUMEN

La principal actividad económica de Chile es la minería, aportando un 14,6% del PIB, sin embargo, la extracción y el procesamiento mineral generan residuos de una magnitud similar o superior al volumen de producción del material valorizado. Un ejemplo de ello, son los relaves que provienen de un proceso llamado flotación, del cual anualmente se depositan 537 millones de toneladas de material. Los relaves son considerados pasivos ambientales debido a su enorme volumen y a la composición que contienen; en la actualidad la empresa que los genera debe responsabilizarse de ellos. Es por este motivo que es necesario encontrar metodologías de valorización de dichos residuos.

En este proyecto de tesis se propone realizar un proceso de lixiviación en columnas por agitación en medio ácido para tratar los relaves de la empresa ENAMI, planta José Antonio Moreno. La lixiviación se realiza con ácido clorhídrico (HCl 6 mol/L) y el producto de ella tiene un uso potencial para la obtención de nanopartículas de óxido de hierro. El sistema de lixiviación propuesto ha sido construido en torno a las necesidades de la muestra (tamaño y especies presentes), incorporando además un sistema de agitación semiautomático. Para lograr el objetivo, se diseñaron (AutoCAD) y construyeron piezas (impresora 3D) a la medida del sistema propuesto.

Las muestras de relave se caracterizaron por medio de análisis elemental por microscopía electrónica de barrido (SEM-EDX) y por medio de difracción de rayos X (XRD) para estudiar la composición y estructura cristalina de las especies presentes. A su vez, por medio de espectrofotometría de absorción UV-Vis y el método de curvas de calibración se determinó las concentraciones de hierro y cobre en el relave. Los resultados obtenidos indican que la presencia de cobre es menor a 0,05%, y que el hierro y los aluminosilicatos son mayoritarios (mayor a 12%).

Se concluye que es posible diseñar un sistema de lixiviación en columna con elementos económicos como lo es, el PVC, y piezas impresas. La agitación controlada por medio de un sistema inteligente contribuye al procesamiento del relave. En especial se plantea que la solución lixiviada tiene un gran potencial para la obtención de nanopartículas de óxido de hierro. Los resultados son prometedores, pero requiere de mejoras y un mayor número de pruebas de viabilidad.

Abstract.

The main economic activity in Chile is mining, contributing 14.6% of PIB, however, the extraction and processing of minerals generate waste of a magnitude similar or greater than the volume of production of the valued material. An example of this is the tailings that come from a process called flotation, of which 537 million tons of material are deposited annually. Tailings are considered environmental liabilities due to their enormous volume and the composition they contain; Currently, the company that generates them must be responsible for them. It is for this reason that it is necessary to find methodologies for the recovery of such waste.

In this thesis project, it is proposed to carry out a leaching process in columns by cancellation in an acid medium to treat the tailings of the ENAMI company, José Antonio Moreno plant. The leaching is carried out with hydrochloric acid (HCl 6 mol/L) and its product has a potential use to obtain iron oxide nanoparticles. The proposed leaching system has been built around the needs of the sample (size and species present), also incorporating a semi-automatic depression system. To achieve the objective, parts were designed (AutoCAD) and built (3D printer) to suit the proposed system.

The tailings samples were characterized by means of elemental analysis by scanning electron microscopy (SEM-EDX) and by means of X-ray diffraction (XRD) to study the composition and crystalline structure of the species present. In turn, by means of UV-Vis absorption spectrophotometry and the method of calibration curves, the concentrations of iron and copper in the tailings will be prolonged. The results obtained indicate that the presence of copper is less than 0.05%, and that iron and aluminosilicates are in the majority (greater than 12%).

It is concluded that it is possible to design a column leaching system with economic elements such as PVC, and printed parts. Confusion controlled by means of an intelligent system contributes to the processing of the tailings. In particular, it is suggested that the leached solution has great potential for obtaining iron oxide nanoparticles. The results are promising, but require improvements and more feasibility tests.

Capítulo 1: Marco Introductorio

1.1.- Introducción.

En Chile, el tipo de extracción minera más común corresponde a minerales de cobre sulfurado. La extracción del metal necesita de varias etapas de concentración, donde la principal corresponde al proceso de flotación. Mediante este método se logra un concentrado de un 20 a 30% de cobre.

En enero de 2020 Sernageomin entregó un “catastro de depósitos de relaves en Chile” actualizado, donde informa un total de 742 depósitos de relaves de los cuales 2 están en proceso de construcción, 104 en operación, 463 inactivos y 173 en situación de abandono. Es de tal magnitud la situación que los relaves se encuentran presentes en 10 de 16 regiones del país, el material proveniente de la flotación, pero sin valor económico, o sea el relave, presenta un tamaño menor a 200 mallas ($74\mu\text{m}$) donde, además, se pueden encontrar minerales, agua, metales pesados y químicos tales como cianuro, arsénico, plomo, cadmio, zinc, mercurio, entre otros. (Sernageomin, 2020)

Los relaves en la actualidad son objetos de estudio, para su remediación y posible reprocesamiento y así extraer algún valor económico a la vez que se reduce el volumen y se evita los problemas ambientales asociados a este. En esta ocasión la Planta de ENAMI Taltal ha proporcionado muestras de este relave para su estudio, de manera de caracterizar, investigar y posteriormente plantear una posible recuperación de valores de estos residuos.

En la siguiente tesis se plantea lo siguiente al tema de valorización de relaves de la minería del cobre:

- Generación de un sistema de lixiviación que pueda contribuir a la obtención de nanomateriales de óxido de hierro a partir de las muestras de relaves proporcionadas.
- Obtener un sistema de lixiviación por agitación que consiste en 1 o 2 columnas de PVC, conectables e intercambiables entre sí.

1.2.- Objetivo general:

Diseño y construcción de un sistema de agitación dinámica para lixiviación de relaves de ENAMI Taltal.

1.3.- Objetivos específicos:

- a) Caracterizar las muestras de relaves proporcionadas por ENAMI Taltal.
- b) Construir un sistema de lixiviación por agitación dinámica a escala de laboratorio.
- c) Realizar pruebas de funcionamiento para el sistema de lixiviación.

1.4.- Planteamiento del problema:

La principal problemática con los relaves mineros es la contaminación y la perturbación del medio ambiente, al tener diversos compuestos químicos y a menudo con presencia de metales pesados, estos relaves al estar cerca de áreas habitadas pueden llegar a provocar enfermedades y problemas de salud a la población.

Los relaves que se originan por minerales sulfurados originados en un yacimiento minero no son contaminantes en sí mismos. Pero si el relave contiene minerales contaminantes que, sobre ciertas concentraciones pueden ser consideradas tóxicas para el ser humano, como arsénico, cianuro, cobre, cinc, cromo, plomo; y por cualquier causa este relave reacciona con agua y oxígeno, éstos solubilizan, generando una posibilidad de movilizarlos, lo que produce una potencial afectación a las personas y al medio ambiente. (Sernageomin, 2020) Estos residuos depositados pueden generar ácido sulfúrico, el que a su vez puede disolver metales procedentes de los minerales del relave depositado, en los taludes de relaves más finos pueden generar contaminación eólica por la acción del viento sobre este, pudiendo desplazarse hasta zonas pobladas.

1.5.- Hipótesis:

Mediante la construcción de un sistema de columnas de lixiviación por agitación para relave minero en medio ácido, se espera recuperar una solución enriquecida en metales, principalmente hierro.

Se espera que la solución obtenida por el proceso de lixiviación, esté cargada de iones metálicos, especialmente hierro, a partir de los cuales por medio de un método de coprecipitación química se pueden obtener nanopartículas de óxido de hierro.

1.6.- Justificación:

Los proyectos de tratamientos y valorización de relaves mineros han aumentado en estos últimos años, en parte debido a nuevas leyes tales de protección ambiental y de responsabilidad minera, por otro lado, la posibilidad de establecer una economía circular por medio de la reutilización en su misma industria o la recuperación económica de valores a partir de estos residuos de gran volumen.

En proyectos de valorización aún faltan áreas y posibilidades por estudiar más a fondo, ejemplo de ello es la nanotecnología, área moderna de la ciencia donde se estudian nanomateriales, sus métodos de obtención o síntesis; usos y aplicaciones, dichos compuestos han demostrado ser beneficiosos para el ser humano en áreas de medicina, construcción, medio ambiente y nuevas tecnologías, el fomento de esta disciplina puede potenciar una producción más diversa en regiones dependientes de la minería.

1.7.- Antecedentes.

Con un 26% del total de producción del total mundial en el año 2021, Chile es indiscutiblemente el mayor exportador de cobre del mundo y que contiene reservas de 200 millones de toneladas métricas, El principal material extraído son sulfuros de cobre los

cuales deben pasar por un proceso de concentración llamado flotación, proceso del cual resultan residuos denominados relaves que anualmente se depositan 537 millones de toneladas. Actualmente, se realizan estudios y proyectos para la valorización económica de estos residuos, especialmente mediante procesos de lixiviación para la recuperación de cobre, o usados como material de construcción.

Santibáñez y colaboradores, logró recuperar cobre y otros metales de valor desde muestras de relave, en un medio ácido (HCl) en concentraciones de 3, 6, 8, 9, 12 mol. (Santibáñez, 2022) dando los mejores resultados en concentraciones de 6 y 9 mol. Este trabajo ha sido considerado como base para implementar en el sistema de columnas que se construirá.

1.8.- Alcances.

Este proyecto entrega una alternativa diferente a la valorización común de los relaves mineros que están considerados como pasivos ambientales y que poseen gran volumen, además su escalamiento podría contribuir a la pequeña minería y a procesos más circulares.

Esto también beneficiará a la comunidad estudiantil para que puedan aprender diferentes procesos de lixiviación, en este caso la lixiviación por agitación en columnas y dinámica, también puede despertar interés en continuar estudiando alternativas de valorización y tratamientos de los relaves mineros.

Capítulo 2: Marco teórico.

2.1.- Antecedentes de la empresa.

La empresa nacional de minería (ENAMI) es una empresa estatal creada en 1960 con la fusión de la caja de crédito y fomento minero (CACREMI) y la empresa nacional de fundiciones (ENAF) con la misión de fomentar el desarrollo de la pequeña y mediana minería en Chile, brindando servicios requeridos para acceder al mercado de metales refinados en condiciones de competitividad, mediante la gestión de 4 instrumentos integrados: Desarrollo minero, beneficio de minerales, fundición y comercialización.

La Empresa Nacional de Minería cuenta con oficinas mineras y poderes de compra desde Arica a Rancagua y el mineral adquirido es procesado en cinco plantas de beneficio: José Antonio Moreno, en Taltal; Osvaldo Martínez, en El Salado; Manuel Antonio Matta, en Copiapó; Vallenar, en Vallenar; y Delta, en Ovalle. Además, opera la Fundición Hernán Videla Lira, en Paipote, donde procesa una gran variedad de productos mineros, constituyéndose en el principal plantel productivo y el mayor poder comprador para los pequeños y medianos productores de la Región de Atacama. Cuenta con una capacidad nominal de procesamiento de 340.000 toneladas de C.N.U. (Carga Nueva Útil) anuales de material y dispone, además, de dos plantas de ácido sulfúrico, las que producen cerca de 285.000 toneladas por año.

2.1.1.- ENAMI Taltal, planta José Antonio Moreno.

La Planta José Antonio Moreno, está ubicada en la ciudad de Taltal, a 309 Km de la ciudad de Antofagasta, en la región de Antofagasta. En la actualidad mensualmente procesa del orden de 15.000 toneladas de minerales oxidados, obteniendo como producto del orden de las 300 toneladas de Cátodos de Cobre, y 12.000 toneladas de mineral sulfurado. Dicha Planta, comprende dos áreas denominadas; Planta Principal y Planta Secundaria (Ver figura 2.1), separadas entre ambas unos mil quinientos metros



Figura 2.1. Ubicación de plantas de trabajo ENAMI Taltal.

Actualmente ENAMI, se encuentra desarrollando el Proyecto "Optimización de Disposición de Ripios de Lixiviación, Planta Taltal", que fue aprobado mediante Resolución de calificación Ambiental (RCA) N°IS0/2011, el cual y de acuerdo con la fecha de finalización de acuerdo con su RCA, no había completado su diseño geométrico total (en volumen) aprobado. Por tal motivo, para terminarlo y llegar a las cotas finales estipuladas en su geometría, es necesario continuar depositando ripios lavados hasta completar el diseño original. Este hecho originó una Declaración de impacto ambiental (DIA) que está en evaluación, para extender la vida útil del proyecto original, de tal manera de poder terminar el muro de refuerzo del Tranque de Relaves. El motivo del aumento de la vida útil se justifica debido a que la disposición de ripios en el muro de refuerzo se ha realizado con un mejor nivel de compactación y una tasa de deposición promedio anual menor a la programada en el proyecto, por lo tanto, no se ha alcanzado a finalizar su construcción en el periodo aprobado, tanto la cota de altura como el volumen autorizado mediante RCA N°IS0/2011.

Una vez finalizada la construcción del muro de refuerzo del tranque de relaves (proyecto original), se proyecta la instalación de un depósito de ripios de 2,44 metros de altura, sobre la cubeta del tranque de relaves, actuando a su vez, como una cobertura superficial del tranque de relaves la cual estará compuesta por ripios lavados provenientes de la etapa de lixiviación. Se detalla cómo quedará el tranque en su conformación final para cierre de la instalación, es decir, la cobertura en su cubeta interior (color gris), el muro de arenas cicloneadas (color rojo) y el muro de refuerzos compactado con maquinarias (color verde). (ver figura 2.2)



Figura 2.2. Proyecto de contención de tranque de relave.

Como indica la DIA, el desarrollo de la ingeniería basó su conceptualización principalmente en sus sistemas de protección del tranque (Muros de refuerzos y Muro de arenas cicloneadas), la estabilidad lograda en 11 años, 3 meses que es lo que lleva el tranque fuera de operación desde el año 2009 y todos los estudios geotécnicos y geométricos realizados actualmente en su cubeta. El depósito de ripios sobre el tranque considera ripios lavados, protección a través de geomembrana para su estabilidad química, un sistema robusto de protección para su estabilidad física, sistema de evacuación de aguas contactadas o eventuales lixiviados a través de sistema drenaje, canal de evacuación de

aguas contactadas de las áreas adyacentes y superficiales y una campaña de muestreo y test geotécnicos in-situ y en laboratorio. Finalmente, y, en resumen, este nuevo proyecto denominado Depósito de Ripios y Cobertura Superficial del Tranque de Relaves de la Planta José Antonio Moreno en Taltal está configurado como una medida operacional que permitirá preparar el tranque para su etapa de cierre, generando en su desarrollo, una continuidad operacional de la Planta J. A. Moreno para su proceso hidrometalúrgico por un periodo de 2 años 9 meses. (Primer Tribunal Ambiental, 2022)

2.2.-Hidrometalurgia.

La hidrometalurgia comprende una de las ramas de operaciones de la metalurgia extractiva que involucra el procesamiento de minerales con presencia de metales que tienen valor económico, el nombre de hidrometalurgia hace referencia al empleo generalizado de soluciones acuosas como agente de disolución y el uso de agua en medios ácidos, alcalinos o neutra. La hidrometalurgia tiene 3 ramas principales:

- Lixiviación.
- Concentración y purificación.
- Precipitación.

Los procesos hidrometalúrgicos tienen numerosas ventajas por sobre otros procesos extractivos:

- Tiene un menor impacto ambiental.
- Los costos de inversión son bajos para la implementación de una planta.
- La posibilidad de escalar una planta pequeña en una de mayor escala.
- La facilidad para controlar las reacciones, gracias a la cinética en la que se desarrollan los procesos.
- La automatización a gran escala es posible.

2.3.- Lixiviación:

En la minería este proceso consiste en disolver el metal de interés desde el material proveniente de la etapa de conminución, los disolventes usados varían según el elemento de interés, por ejemplo, el ácido más utilizado para la extracción del cobre es ácido sulfúrico (H_2SO_4) en diferentes concentraciones debido a la selectividad a la hora de reaccionar con el cobre; por otro lado, el oro es tratado con cianuro (CN^-).

Existen diferentes métodos para llevar a cabo la disolución del metal desde dejar reaccionando al material con el disolvente durante mucho tiempo, hasta la aceleración del proceso, ejerciendo movimiento o dinamismo a la reacción en curso, a continuación, los nombres y la explicación breve de cada uno.

- a) Lixiviación en pilas: el material extraído es transportado por medio de correas, durante el trayecto es irrigado con una solución de agua y ácido, hasta que finalmente llega hasta el lugar en que se apilará ordenadamente formando pilas de 6 a 8 metros de altura, sobre esta pila se dispone un sistema de riego por goteo de solución lixivante que cubre toda la superficie, previamente bajo esta pila es instalada una membrana impermeable, que permite recoger la solución enriquecida. (ver figura 2.3)

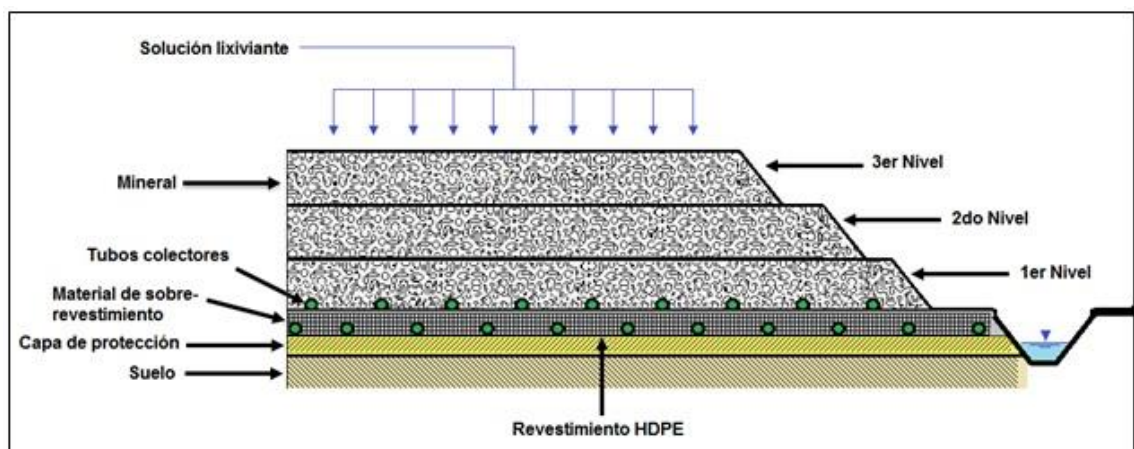


Figura 2.3 Lixiviación en pilas.

- b) Lixiviación in situ: esta técnica de explotación se realiza sin remover roca, generar pilas o botaderos en la superficie, tampoco genera contaminación acústica ni atmosférica por suspensión de polvo, esto se logra a través de uno o varios pozos que por presión dosifica solución lixivante que penetra el yacimiento, luego la solución enriquecida regresa a la superficie a través de otros pozos, o es captada en galerías subterráneas y luego bombardeada a una planta de tratamiento en la superficie. (ver figura 2.4).

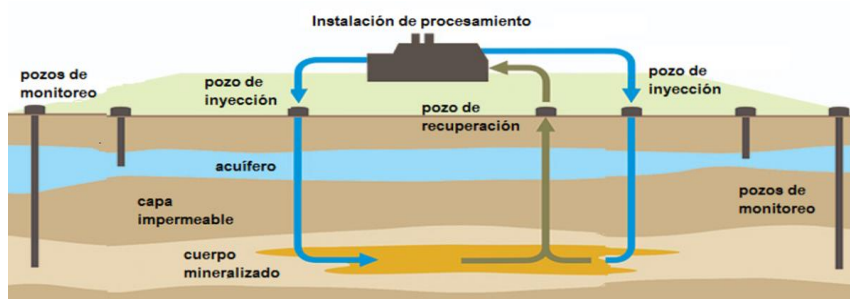


Figura 2.4 Lixiviación in situ.

- c) Lixiviación en bateas: también conocida como lixiviación por percolación, consiste en una estructura con forma de paralelepípedo en el cual se deposita el material chancado y es cubierto con solución lixivando hasta $\frac{1}{2}$ o $\frac{3}{4}$ de su volumen, facilitando la reacción entre el material y la solución, se dispone de una serie de bateas interconectadas por las que durante 6 a 12 días estarán en constante flujo disolviendo el mineral. (ver figura 2.5).



Figura 2.0-1 Lixiviación en bateas.

- d) Lixiviación en columnas: este método emula las mismas condiciones del método de lixiviación en pilas, como la tasa de riego y la concentración de ácido sulfúrico, es por esta razón que se utilizan para realizar pruebas en plantas de menores dimensiones y posteriormente llevarlos a una escala industrial mucho mayor. (ver ilustración 2.6)



Figura 2.6 Columnas de lixiviación.

- e) Lixiviación por agitación: en este proceso se utiliza el material finamente molido y grandes cantidades de solución lixivante, a menudo en series de 3 a 6 columnas y por medio de agitación se acelera la disolución del material, normalmente se usa en minerales de alto valor como el oro, ya que los costos de este método son altos. (ver ilustración 2.7)

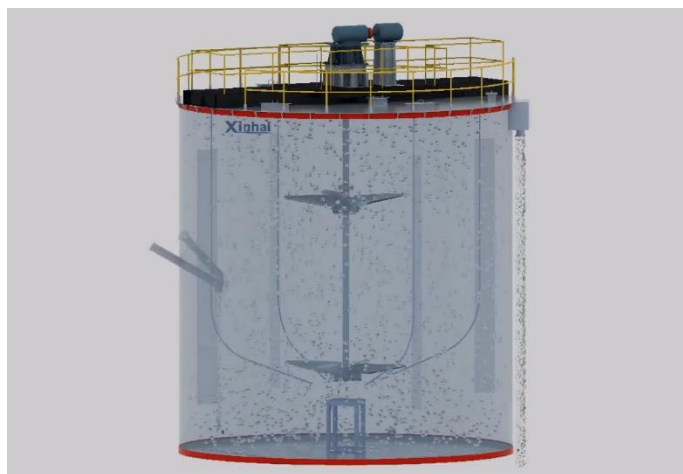


Figura 2.7 Columna de lixiviación por agitación.

2.4.- Nanomateriales.

Los nanomateriales son partículas extremadamente diminutas del orden de 1 a 100 nanómetros, más pequeños que una célula, bacteria y virus (ver ilustración 3.9), no se pueden ver a simple vista ni con un microscopio convencional, se debe usar equipamiento o métodos especiales para ver en esa escala de tamaño, como la microscopía electrónica de barrido (SEM). La particularidad de estas partículas es que en esa escala de tamaño la materia se comporta de manera diferente, alterando las propiedades y los comportamientos físicos, químicos, ópticos, magnéticos y eléctricos, esto se debe al aumento de la relación entre superficie y volumen, así como la aparición de efectos cuánticos que aparecen a medida que el tamaño del material reduce.

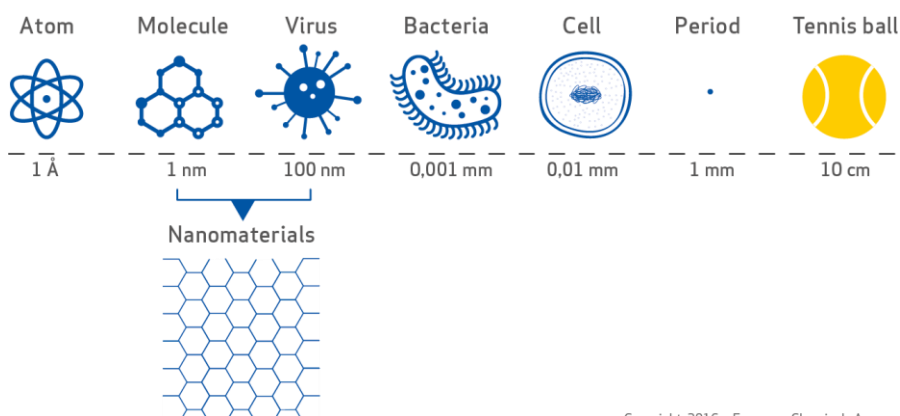


Figura 2.8 Escala comparativa de tamaño de nanomateriales.

2.4.1.- Nanopartículas de óxido de hierro.

El hierro es el elemento de transición más abundante en la corteza terrestre, comúnmente se encuentra en fase de óxido y las más formas más comunes en la naturaleza son la magnetita, hematita y maghemita. Las nanopartículas de óxido de hierro tienen propiedades únicas como la biocompatibilidad, su relación de superficie por volumen y el super paramagnetismo que presentan lo que las hace fácil de manipular y separar, además de que sus métodos de obtención y su funcionalización son más simples que otros nanomateriales, debido a estas propiedades su uso se ha incrementado en el área de medicina donde gracias a su biocompatibilidad, se utiliza en la fabricación recubrimiento de proteínas, anticuerpos y enzimas, de igual manera, al tener esta propiedad puede ser administrado directamente en órganos o tumores para tratarlos mediante un campo magnético externo para tratamientos hipertérmicos para combatir el cáncer, de igual manera se utiliza en resonancias magnéticas (Ali, 2016). debido a que el hierro es un nutriente esencial para las plantas estimulando la germinación, crecimiento y metabolismo, gracias a su fácil absorbancia sus nanopartículas están ganando presencia como un nanofertilizante sustentable, mejorando la producción de cultivos como el arroz, tomate, trigo, maíz, etc. Otro uso importante de estas nanopartículas es en el área de remediación ambiental, donde se utiliza para la remoción de elementos tóxicos como arsénico mediante la fotocatalisis.

2.4.2.- Métodos de síntesis de nanomateriales.

Los métodos de obtención de nanopartículas se pueden agrupar en 2 categorías, “de arriba hacia abajo” y “de abajo hacia arriba”

Arriba hacia abajo: consiste en la reducción de sólidos hasta sus dimensiones más pequeñas, estos pueden ser realizado mediante molienda o desgaste, métodos químicos, volatilización o evaporación de un sólido, para luego condensarlo.

Abajo hacia arriba: se basa en la síntesis de nanopartículas por medio de la condensación de átomos o moléculas en fase gaseosa o presentes en una solución, este método es más popular debido que se les puede conferir propiedades específicas.

Los métodos de arriba hacia abajo:

Molienda: por medio de molinos de alta eficiencia se reducen partículas micrométricas, luego del proceso de reducción dichas partículas pasan por una clasificación física, separando las de tamaño nanométricas de las de mayor tamaño.

Evaporación térmica: Consiste en calentar el material hasta el punto en que se evapore, ese vapor pasa a una cámara de vacío donde se condensa sobre una lámina fría, este procedimiento debe estar bajo un control preciso de las condiciones para no provocar una deformación en la morfología del material depositados.

Deposito químico en fase vapor (CVD): en este método se descompone uno o varios compuestos volátiles en una cámara de vacío y sobre un sólido cercano se deposita una forma de capa delgada o nanopartículas.

Preparación de clúster gaseosos: utilizando un láser pulsado de alta potencia se producen vapores atómicos metálicos, para ser transportados por un gas inerte y ser depositados en un óxido monocristalino u otro sustrato

Métodos “de abajo hacia arriba”:

Método coloidal: este consiste en disolver una sal a partir desde el precursor metálico u óxido a preparar, un reductor y un estabilizante en una fase continua o dispersante, que puede tomar la función de agente reductor, la morfología y tamaño de las nanopartículas son controlados dependiendo de la concentración de los reactantes y estabilizante.

Reducción fotoquímica y radioquímica: en este método se modifica el sistema químico por medio de altas energías para la generación de reductores altamente activos como radicales y electrones.

Síntesis solvotermal: es la reacción heterogénea de un precursor metálico por sobre los 100°C y 1 bar en medio acuoso y en un recipiente cerrado, generando una presión superior a la atmosférica con el objetivo de lograr una mejor disolución de los componentes para hacer reaccionar especies que normalmente son poco solubles.

2.5.- Armado del sistema de lixiviación.

Se construirá un sistema de columna de lixiviación dinámica a escala de laboratorio en la Universidad de Atacama, Copiapó, la cual se usará para la obtención de una solución que contendrá nanomateriales de óxido de hierro.

La idea es trabajar con 300 gramos de muestra de relaves en un medio inundado con HCl (6Mol) y en constante agitación. Para obtener la mayor concentración posible de metales disueltos en la solución final:

Se utilizarán 2 columnas similares, sistema en el cual después de 48 horas de trabajo continuo, la solución enriquecida con los metales disueltos en la primera columna pasará a la segunda columna la cual ya estaba en funcionamiento, esto para producir una solución enriquecida mucho más concentrada con los metales que hay presentes

Luego se harán análisis de los resultados, esperando que la mayor presencia sea la del hierro.

Después de todo ese proceso de lixiviación se pasará al siguiente paso que sería la “recolección” de los nanomateriales.

El proceso elegido es uno de los más comunes y simples de realizar, la coprecipitación química:

El método se basa en la adición de una disolución de Fe^{2+} y Fe^{+} sobre un medio básico en exceso, la ventaja de este método es su bajo costo y su simplicidad para trabajar, la desventaja es que en las partículas sintetizadas puede haber heterogeneidad en su tamaño

2.5.1 Arduino.

Arduino es una plataforma de desarrollo electrónico de hardware libre que incorpora un microcontrolador programable (ver figura 2.9), en los cuales se escribe con el lenguaje de programación del software Arduino IDE para darle instrucciones y controlar las acciones de sensores y/o actuadores que estén conectados.



Figura 2.9 Arduino Uno.

2.5.2.- Motor paso a paso nema 17.

Es un motor del tipo bipolar (ver figura 2.10), con un ángulo de paso de $1,8^\circ$, es decir, para completar una vuelta debe completar 200 pasos, es capaz de desarrollar una fuerza de 3.2kg/cm, gracias a la capacidad de soportar desde 1.2 A de intensidad y 4v de tensión, siendo considerado un motor bastante robusto su uso va desde impresoras 3d caseras y cortadoras láser hasta robots de pequeña y medianas dimensiones de recogida de materiales.



Figura 2.10 Motor paso a paso nema 17.

2.5.3.- Modulo controlador de motores L298N

Este controlador del tipo H-bridge, nos permite controlar fácilmente la velocidad y dirección del motor paso a paso bipolar, este módulo consume 3V, por lo que solo funciona bien si se alimenta con una tensión de 12V. (ver figura 2.11)

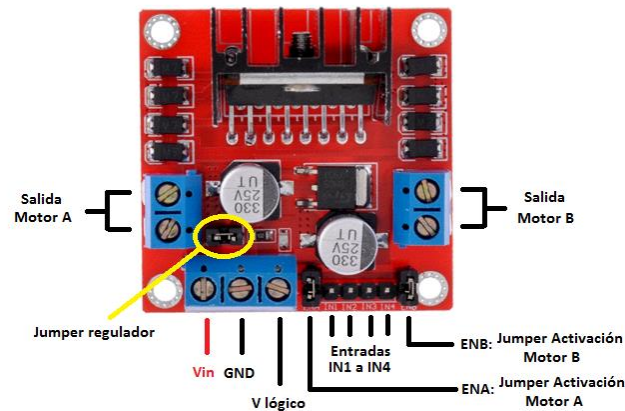


Figura 2.11 controlador tipo h-bridge L298N

2.6.- Métodos de caracterización de muestras y nanomateriales.

Como se ha mencionado anteriormente, debido a la escala de tamaño tan diminuta de los nanomateriales, se necesita de equipos especiales para la caracterización de estos, como la microscopía electrónica de barrido o SEM (scanning electron microscope) este método también es utilizado para ver la composición elemental de muestras, mostrando los elementos presentes, para este fin también se utiliza el análisis de difracción por rayos o XRD, que nos permite ver especies cristalinas que están presentes en la muestra a analizar.

2.6.1.- Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

Esta técnica de obtención de imágenes es ampliamente utilizada en investigación de materiales, gracias a su alta resolución y capacidad de analizar características morfológicas, estructurales y químicas de las muestras que se estudian, principalmente nanopartículas, semiconductores, fotoelectroquímica, películas delgadas. (clavijo, 2013).

Este método de caracterización consiste en un equipo que emite electrones hacia la superficie de la muestra logrando obtener “imágenes” e información por medio de un cañón de electrones que emite un haz de éstos de alta energía que pasan por un sistema de lentes que lo condensan y lo focalizan para que impacte en la superficie de la muestra. De aquí, se obtienen dos tipos de señales que son: los electrones secundarios y los electrones retro dispersados, dado a que se generan de procesos diferentes, cada señal aporta una información distinta sobre la muestra.

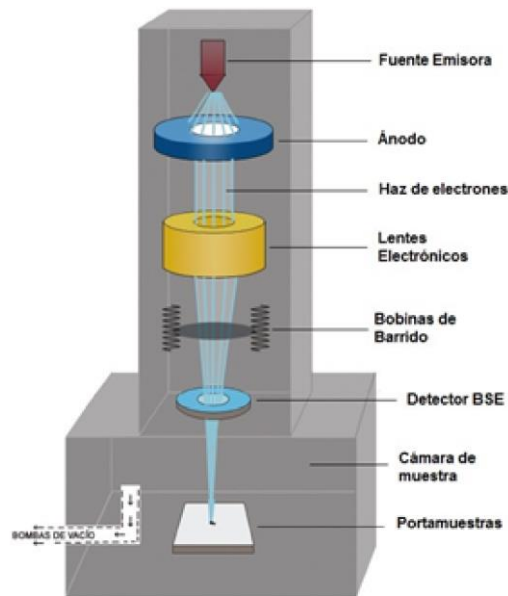


Figura 2.12 Equipo de microscopía electrónica de barrido.

2.6.2.- Análisis de difracción de rayos X (XRD)

Esta técnica es ampliamente utilizada en la caracterización de materiales que tienen una estructura cristalina definida, ya que se basa en la recolección de datos provenientes de la difracción de rayos X emitidos sobre una muestra, realizando un barrido a diferentes ángulos, dichos rayos impactan contra los átomos y son reflejados (ver figura 2.13). Es una técnica no destructiva que permite determinar que especies cristalinas están presentes en una muestra. (Betancourt, 2010)

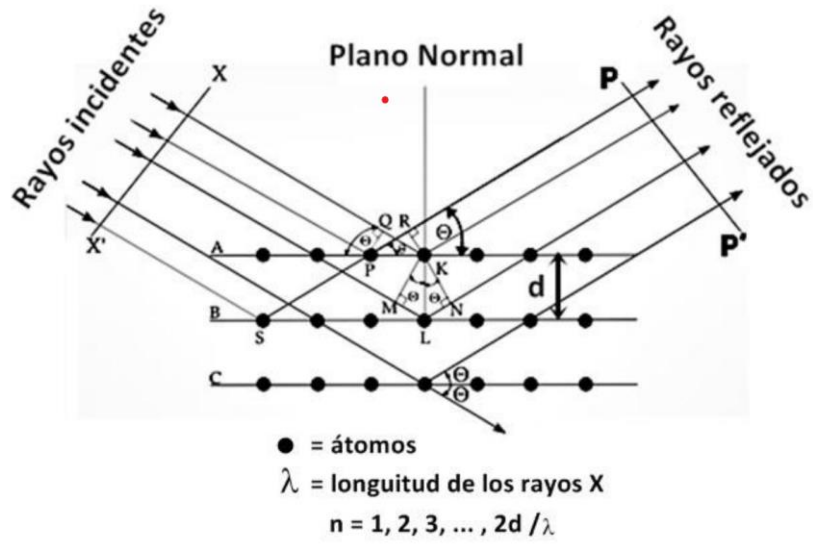


Ilustración 2.13 representación de difracción de rayos X sobre una muestra.

Capítulo 3 Metodología.

La metodología está dividida en tres etapas (ver figura 3.1) donde se consideran los pasos a seguir para completar los objetivos específicos planteados en este proyecto. , La primera etapa se basa en conocer las propiedades y elementos presentes en el relave mediante técnicas de caracterización; la segunda etapa consiste en el diseño y construcción del equipo; en la tercera etapa se pondrá a prueba el funcionamiento el sistema construido.

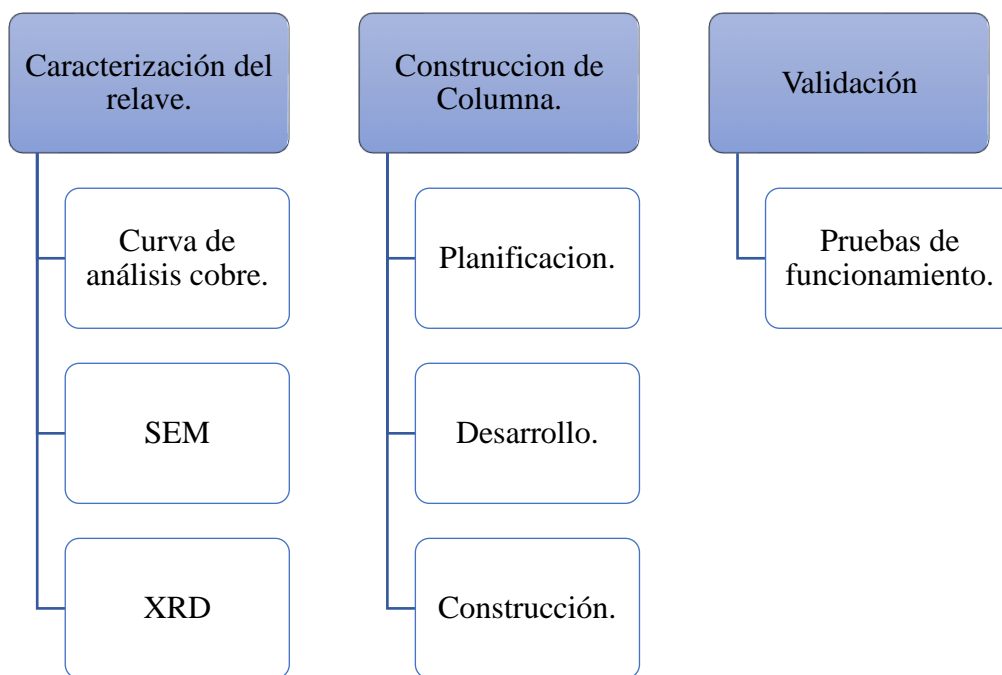


Figura 3.1 Diagrama de los pasos de metodología.

3.1.- Caracterización del relave.

El primer método de caracterización realizado, es la curva de calibración de cobre, este consiste en 4 etapas

- Primero, donde se preparan una serie de soluciones con diferentes concentraciones a partir de una solución estándar de Cu de 1000 ppm.
- Segundo, se calibra el espectrofotómetro de absorción UV-Vis (UVmini-1240 shimac), luego se miden las soluciones preparadas y se construye la curva de calibración.

- Tercero, se prepara una solución a partir de la muestra de relave. La disolución se realiza en ácido sulfúrico, luego se filtra y se adiciona hidróxido de amonio
- Cuarto, se mide la absorbancia de la muestra por medio de espectrofotometría de UV visible, luego, los datos se colocan en la ecuación de la recta obtenida desde la curva de calibración y se obtiene la concentración de cobre desde el relave.

3.1.1. Procedimiento específico de la Curva de calibración de Cu.

- Se preparan 6 matraces de 25mL numerados de 1 a 6 a los cuales se les agregan 0, 2, 4, 6, 8 y 10mL respectivamente de solución estándar de cobre.
- A los matraces se les agregan NH_4OH y luego se afora con agua destilada.
- Los matraces fueron agitados 35 veces
- Con ayuda de una pipeta de aforo se extra de cada matraz una cantidad de solución suficiente para ocupar un 75% del porta muestra
- Comenzando con la solución del matraz 1 denominado “blanco” (0% de solución estándar)
- El porta muestra con la solución es posicionado dentro del equipo de espectrofotometría, los resultados son anotados y se repite el proceso con cada uno de los matraces con solución.

3.1.2.- Curva de determinación de cobre.

- 1) El material es roleado y cuarteado varias veces, homogenizando y reduciendo el volumen hasta quedar con una cantidad de muestra que pueda ser pesada.
- 2) En dos matraces se pesaron 10 g de muestra del relave en una balanza analítica.
- 3) Con una probeta se agregan 100 ml H_2SO_4 a cada matraz con la muestra de relave.
- 4) Para acelerar la lixiviación del H_2SO_4 con el material de relave es llevado a una maquina agitadora a una velocidad de 150 rpm durante 30 minutos.
- 5) Luego de completado el tiempo de lixiviación se procede a filtrar con papel filtro.
- 6) En un matraz se prepara una solución de 100 ml amoniaco diluido en 400 ml de agua destilada, obteniendo hidróxido de amonio al 20% V/v “ NH_4OH de 20% V/v”.

- 7) Se extraen 10ml de la solución filtrada y se depositan en un matraz nuevo, a esta solución se le añaden 10 ml de NH_4OH obteniendo una solución de “tetraamín cobre II” complejo muy estable con un color azul intenso.
- 8) Las muestras son llevadas al espectrofotómetro para medir la presencia y absorbancia, este equipo funciona con ondas de 602 nm.

3.2. Análisis SEM.

El siguiente método de caracterización es el análisis SEM, que nos entrega información de la composición elemental de la muestra de relave, a continuación, se describe el proceso de preparación de muestra

- Homogenización y reducción de la muestra total, mediante roleo y cuarteo

El recipiente en el que se deposita la muestra es de acero inoxidable y debe ser usada junto una cinta de grafito de doble faz para su adherencia a la muestra y al recipiente y conservar la conductividad, se debe retirar el exceso de muestra para evitar problemas cuando se realice el vacío de la cámara de medición (ver ilustración 3.2). Se deposita el recipiente en el soporte correspondiente dentro del microscopio electrónico de barrido.



Figura 3.2 Muestra a analizar en SEM.

3.3.- Caracterización por XRD.

El siguiente método es el análisis de difracción de rayos X (XRD) que nos permite identificar la presencia de especies cristalinas en la muestra. En la ilustración 3-3, se presenta un porta muestra para XRD.

Para la preparación de muestra se debe reducir una fracción del material que se necesita analizar, de modo que solo quede un polvo finamente molido, esto se logra con la ayuda de un mortero.

El polvo es puesto en el porta muestra y es aplanado. (ver figura 3.3).

El porta muestra es posicionado en el equipo de difracción de rayos X (XRD) modelo Shimadzu LabX XRD-6100.



Figura 3. 3 muestra lista para el análisis.

3.4.- Planificación del sistema de lixiviación

La obtención de nanopartículas de óxido de hierro desde las muestras de relaves de ENAMI Taltal se realizará mediante lixiviación por agitación, para esto se ha diseñado un modelo que presenta 2 columnas hechas de PVC unidas por un sistema de tuberías y llaves, el proceso será llevado a cabo en un medio ácido con las siguientes condiciones:

- 300g de material de relave por cada columna
- Concentraciones de HCl de 6 y 9 M.
- Entre 100 y 200 rpm

Estos valores están basados en el artículo de referencia (Santibañez, 2022), en la cual se trabaja con:

- 1g de material de relave
- Concentraciones de HCl de 3, 6, 7, 9 y 12 M.
- 500 rpm.

Dando los mejores resultados en concentraciones de 6 y 9 Mol, además se ha aumentado el material a trabajar, de 1g a 300g esperando obtener una mayor cantidad de solución enriquecida con los elementos presentes.

El objetivo de construir estas columnas apunta al poder obtener una cantidad considerable de solución enriquecida con los minerales disueltos en ácido clorhídrico, se tiene planificado que funcione de la siguiente forma:

- Desde la primera columna, luego de que el material esté disuelto, se abrirán paso a las llaves para que la solución pase a la segunda columna que también estará funcionando, luego la solución enriquecida resultante se recogerá por la llave de paso final.
- Para evitar que material más grueso y el que no se disuelve pase a la siguiente columna y al final del sistema, se implementan filtros de carbono, también estará una base/malla que ayudará a que el material no se precipite tan profundo impidiendo que se lixivie además servirá como primer filtro.
- El sistema de agitación se logrará con motores paso a paso, en este caso un Nema 17, que será controlado por Arduino. Las partes internas, como las aspas y la base/malla son diseñadas en software 3D, y han sido impresas en la Universidad de atacama.

3.5.- Desarrollo

Los planos y diseño de la columna junto a las piezas, fue realizado en diferentes softwares de diseño y modelado 2D-3D de Autodesk (AutoCAD, Inventor profesional y thinkercad).

- I. El primer boceto del plano se realizó en el software 2D de AutoCAD, se observan las dimensiones básicas para el conformado de las piezas, representación de la posición de los motores y las aspas. (ver ilustración 3.4).

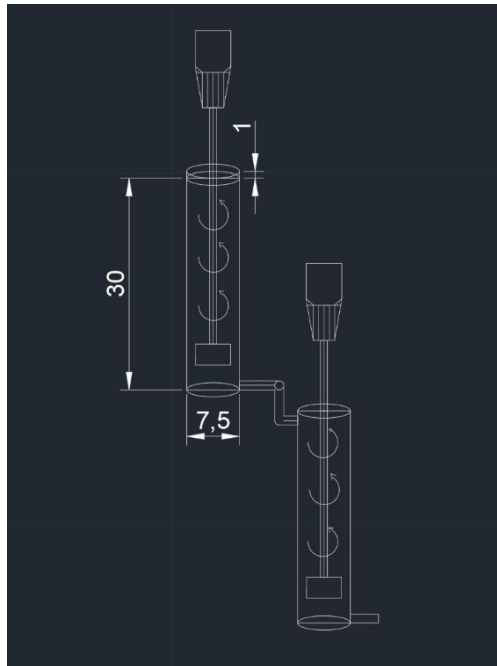


Figura 3.4 plano 2D del sistema de lixiviación.

3.5.1 Modelado de piezas en 3D:

Para obtener las piezas interiores (aspas y base filtro) que se acomoden a lo buscado, se han diseñado las piezas mediante el software de modelado 3D Inventor profesional y la perspectiva interior mediante la ayuda del sitio web thinkercad (ver ilustración 3.5), debido a que la superficie de la impresora 3D makerbot2, no es lo suficientemente grande como para diseñar una pieza completa, esta fue dividida en 2 partes, que se pueden unir.

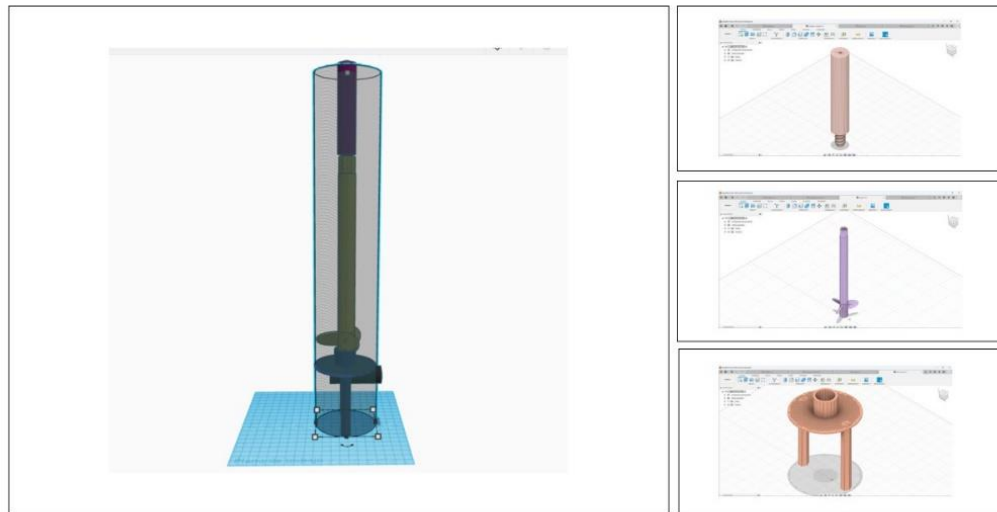


Figura 3.5 a la izquierda perspectiva interior de una columna / a la derecha las piezas diseñadas en Inventor.

3.5.2 Impresión de piezas 3D:

Con el uso de la impresora 3D makerbot 2 se logró imprimir las piezas de prueba diseñadas (ver figura 3.6), con las siguientes condiciones:

- Calidad: estándar
- Espesor de capa: 0,20mm.
- Relleno: 25%.
- Temperatura del extrusor: 220°C.
- Soportes: sí.

El filamento usado es Makerbot PLA (ácido poli láctico), el tiempo de impresión de cada pieza es variable según la complejidad de la forma, variando desde 1:50hrs a 3hrs.

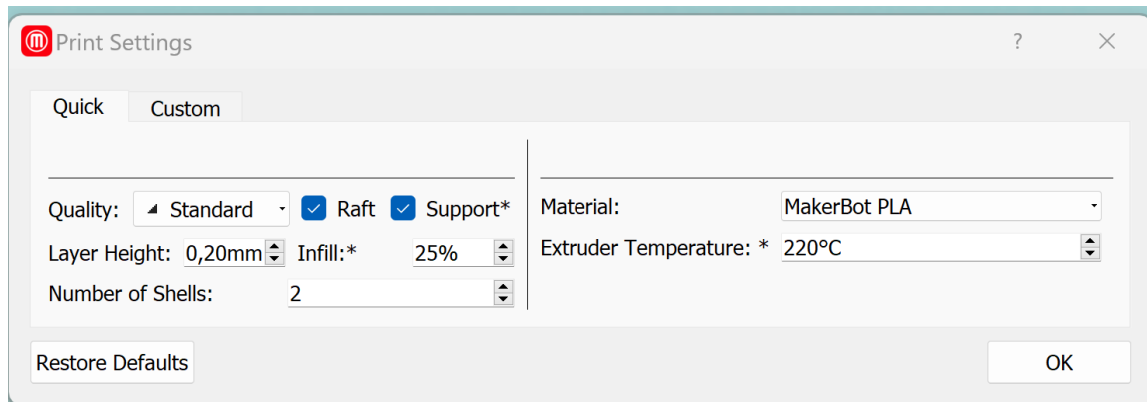


Figura 3.6 Configuración de los parámetros para imprimir.

3.6.- Construcción del sistema:

La construcción de las columnas para el sistema de lixiviación se divide en 3 etapas: Adquisición de los materiales, dimensionado de las piezas y unión de estas por medio de adhesivo PVC.

- i. Los materiales utilizados para la construcción están hechos de PVC (a excepción del filtro de carbono), material que no reacciona con ácido clorhídrico y que es usado en cañerías por la resistencia al momento de pasar flujos de agua o algún liquido a presión, los materiales son los siguientes:
 - 1 Tubo PVC S 75mm x 1m.
 - 4 vee PVC S 75mm x 40mm.
 - 4 buje reducción 40 a 20mm.
 - 1 tubo PVC 20mm x 1m.
 - 6 válvula Bola 20mm.
 - Adhesivo PVC.
 - 3 Tee PVC 20mm.
 - 4 tapas PVC 75mm.
 - Filtro de carbono.
 - Adhesivo epóxico.

- ii. Las piezas se dimensionan cortando con sierra en diferentes tamaños:
 - a) 2 piezas de 75mm x 300mm.
 - b) 4 piezas de 20mm x 80mm.
 - c) 4 piezas de 20mm x 100mm.
 - d) 2 tee de 75x40mm x 150mm
 - e) 2 tapas perforadas en su centro con un diámetro de 25mm

Las piezas más largas son las que van acopladas a la válvula y a la vez en el buje de reducción.

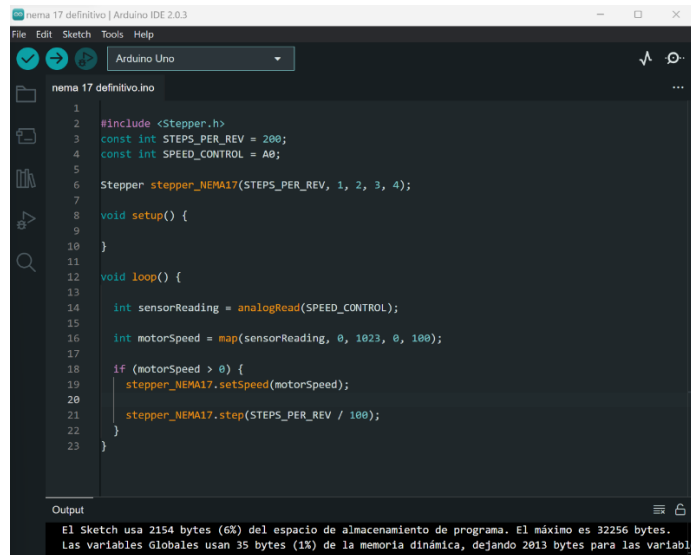
- iii. La unión de las piezas se realizó con el pegamento para PVC vinilit, previo a eso, fueron limpiadas y lijadas para asegurar una buena adherencia, el filtro de carbono al ser de un material diferente el pegamento de PVC no hizo efecto, por lo que se utilizó pegamento epóxico dejándolo reposar con presión por 48 horas, las partes con válvulas fueron pegadas con 1 sentido de flujo en común.

3.7.- Automatización del sistema.

Para obtener el movimiento de agitación deseado, se implementó la plataforma de Arduino que es un hardware de desarrollo libre, que se puede programar en el lenguaje de programación del software “Arduino IDE”, el equipamiento completo de este sistema automatizado consta de los siguientes componentes:

- Arduino Uno.
- Controlador L298n (tipo H bridge)
- Potenciómetro
- Protoboard.
- Cables saltadores o “jumpers”.
- Fuente de poder de 12V para alimentación.

En el código de programación está determinado el número de pasos específicos que debe dar el motor para completar una vuelta, en este caso 200 ya que cada paso que da es de $1,8^\circ$ ($1,8 \cdot 200 = 360$). El número de los pines en lo que estarán conectados los jumpers, y la línea de código para regular con el potenciómetro. (ver figura 3.7)



```
nema 17 definitivo | Arduino IDE 2.0.3
File Edit Sketch Tools Help
Arduino Uno
nema 17 definitivo.ino
1
2 #include <Stepper.h>
3 const int STEPS_PER_REV = 200;
4 const int SPEED_CONTROL = A0;
5
6 Stepper stepper_NEMA17(STEPS_PER_REV, 1, 2, 3, 4);
7
8 void setup() {
9
10 }
11
12 void loop() {
13
14 int sensorReading = analogRead(SPEED_CONTROL);
15
16 int motorSpeed = map(sensorReading, 0, 1023, 0, 100);
17
18 if (motorSpeed > 0) {
19 stepper_NEMA17.setSpeed(motorSpeed);
20 stepper_NEMA17.step(STEPS_PER_REV / 100);
21 }
22 }
23
Output
El Sketch usa 2154 bytes (6%) del espacio de almacenamiento de programa. El máximo es 32256 bytes.
Las variables Globales usan 35 bytes (1%) de la memoria dinámica, dejando 2013 bytes para las variable
```

Figura 3.7 Líneas de código para controlar el sistema.

La disposición de los elementos a utilizar es mostrada en la ilustración 3.8, donde se aprecia la conexión entre Arduino, controlador y potenciómetro en la protoboard.

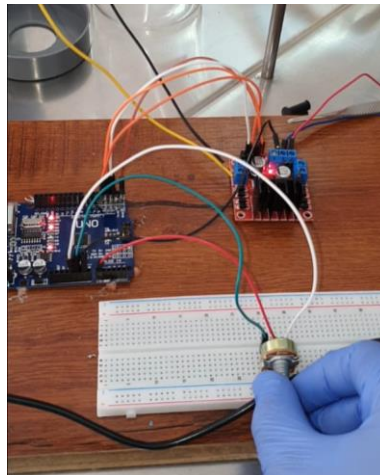


Figura 3.8 Circuito de Arduino, controlador L298N y potenciómetro en protoboard.

3.8 Validación del sistema de lixiviación construido:

Para validar el funcionamiento del sistema, se procedió a probar una columna independiente de la otra, esto para revisar si hay fugas, que el motor funciona bien, generando la agitación que se busca, las aspás tienen resistencia suficiente y el filtro no tiene problemas, confirmando la función del potenciómetro para regular la velocidad del motor.

La prueba consistió en agregar agua combinada con tierra normal, en las siguientes proporciones:

300g. De tierra y se agregaron 800mL de agua. Luego se colocaron las tapas y se aseguró el equipo a un soporte, para posteriormente echar a andar el sistema Arduino el cual además cuenta con un sistema de control manual de la velocidad (potenciómetro), dicha prueba se mostrará en el capítulo de resultados y discusiones.



Capítulo 4 Resultados y discusiones

4.1.- Análisis del relave

Mediante la curva de calibración para determinación de cobre se obtuvieron los siguientes resultados:

La tabla 1 muestra los datos del volumen de solución madre utilizada, las partes por millón y la absorbancia de cada uno de los matraces (1 a 6) medido con espectrofotometría por UV visible:

Tabla 1 Datos de absorbancia medidos por espectrofotometría.

std	Vol. Sln. madre	Cu ppm	ABS
1	0	0	0
2	2	80	0,067
3	4	160	0,136
4	6	240	0,203
5	8	320	0,275
6	10	400	0,339

En el grafico 1 se muestra la curva de calibración obtenida desde los datos de la tabla 1, de la grafica se puede obtener la ecuación de la recta con un R2 de 0,9999, lo que señala un excelente comportamiento lineal de la medición.

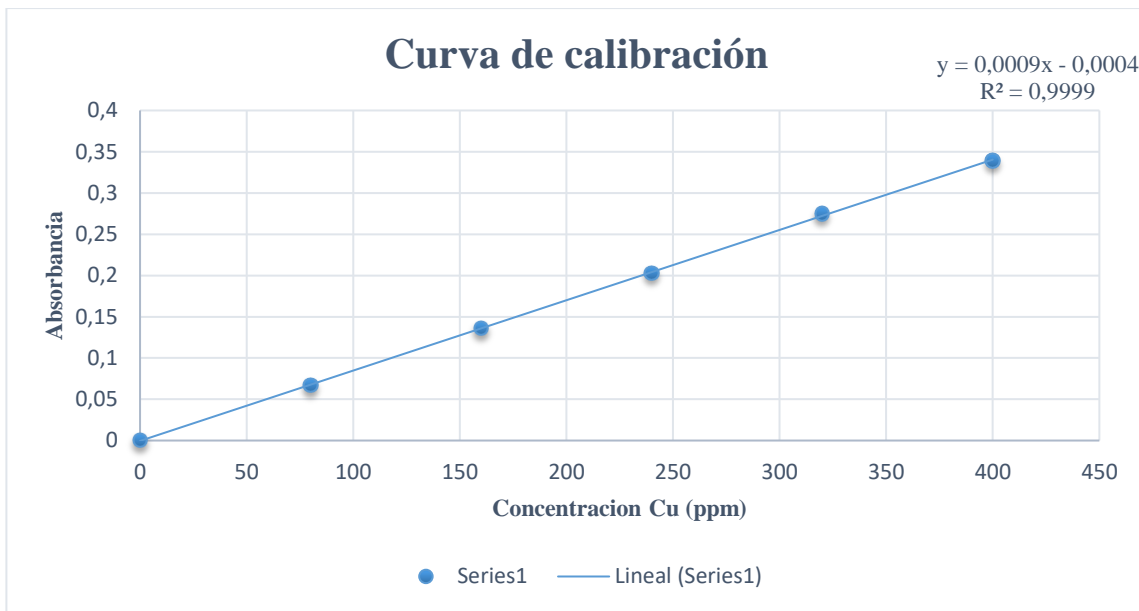


Gráfico 1 curva de calibración donde el eje X es la concentración y el eje Y es la absorbancia.

Ecuación de la recta de la curva de calibración:

$$y = 0,0009x - 0,0004$$

$$Abs = 0,0009 [concentración] - 0,0004$$

$$[Concentración] = \frac{Abs + 0,0004}{0,0009} = Concentración\ medida$$

En la tabla 2 se muestran los datos de absorbancia de cada muestra del matraz 1 y 2 obtenidos en el espectrofotómetro, datos que, en conjunto con los resultados de la curva de calibración se determinan los valores de: concentración medida (ppm) y concentración real (ppm).

Muestra 1

$$\frac{0,209 + 0,0004}{0,0009} = 232,67$$

Muestra 2

$$\frac{0,178 + 0,0004}{0,0009} = 198,22$$

Los datos de concentración medida tienen un factor de dilución de 2, es decir la concentración real es igual a la concentración medida multiplicada por 2

$$232,67 * 2 = 465,3$$

$$198,22 * 2 = 396,4$$

Tabla 2 Absorbancia, concentración medida y concentración real de cada muestra.

muestra	Abs.	Concentración medida (ppm)	Concentración real (ppm)
1	0,209	232,67	465,33
2	0,178	198,22	396,44

Para determinar la ley de cobre presente en el relave se lleva a cabo una operación donde primero se promedia los 2 resultados, este resultado se expresa en gramos, luego se calcula el porcentaje tomando en cuenta 1 tonelada de material convertida a gramos, es decir 1 millón de gramos, a continuación, el procedimiento:

Primer paso convertir las unidades de ppm, que se refieren a mg/litro a gramos, para eso aplicamos una tabla de conversión:

$$100ppm = \frac{0,1g}{L} * 1000$$

$$100G/1L$$

$$\frac{465,33 + 396,44}{2} = 430,89 ppm$$

A este promedio se le calcula el error de cada muestra y nos da que existe un error aproximado de 34,44ppm, este dato sirve para tener en cuenta la diferencia entre las 2 muestras, al ser tan amplio señala que las muestras no eran totalmente homogéneas.

Se aproxima el resultado a 431g

1000000	100
431	x
	0,0431

Esto se interpreta como 0,0431% de ley de cobre presente en el relave del que se obtuvieron las muestras.

4.2 Análisis SEM

Con este método de caracterización se pudo obtener imágenes e información sobre la presencia de los elementos que existen en la muestra de relave. En la ilustración 4.1 se presentan las imágenes del análisis elemental obtenidas con un aumento de 300X, donde las imágenes de diferentes colores corresponden a los elementos que se encontraban en mayor proporción y dentro de cada imagen la intensidad del color es indicativo de una mayor proporción de ese elemento en ese sector. En el caso del carbono se puede obviar ya que el registro de este elemento corresponde principalmente a la cinta de gráfico que es utilizada para adherir al porta muestra. Para el caso del oxígeno, este se encuentra de forma mayoritaria en la muestra ya que existe gran cantidad de óxidos presente. Los elementos Si y Al son detectados en las mismas partículas debido a la presencia de aluminosilicatos y en algunos casos están asociados a potasio. La presencia de Fe está asociada principalmente a oxígeno, sin embargo, también aparece en los mismos sectores que el azufre, lo cual nos dice que si bien es muy baja hay presencia de pirita. En el caso del magnesio se puede apreciar que se encuentra asociado al oxígeno (óxido de magnesio) pero también al aluminio por sobre el silicio. El calcio se encuentra como óxido debido a que no hay asociación con el carbono (carbonato) ni con el azufre (yeso). El elemento sodio se encuentra en menor proporción y puede estar como óxido o como silicato, no se observa asociación con el cloruro por lo cual, se puede indicar que el cloruro de sodio es muy bajo.

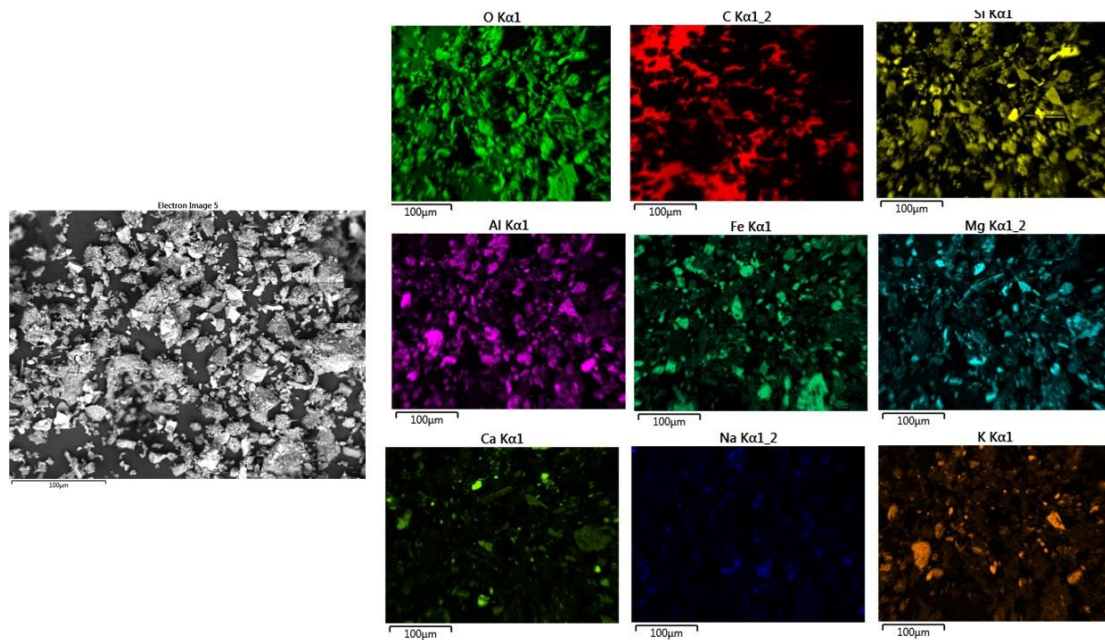


Figura 4.1 imagenes de la composicion elemental obtenidas por SEM.

En la ilustracion 4.2, podemos observar los demás elementos, como S y Cl, además existe presencia de la tierra rara In (indio). La presencia de cobre existe desiminada por toda la muestra con pequeños puntos intensos lo cual es un indicativo de que esta presente pero en baja cantidad y que principalmente se encuentra como óxido de cobre (no se asocia al azufre, que sería el sulfuro) esto podría indicar que el proceso de flotación de sulfuros fue eficiente, aunque también podría deberse a discretización de la muestra analizada. La presencia de cobre también se correlaciona con los resultados obtenidos del método de curva de calibración descrito anteriormente. En el caso del titanio se puede observar que se encuentra como puntos muy intensos pero en pocos sectores lo cual, indica que son partículas discreta y no una diseminación homogénea como el caso del cobre. El caso de la presencia de la tierra rara de Indio, es interesante ya que se observan partículas discretas y también distribuidas en la muestra. Las partículas discretas tienen diferentes tamaños principalmente menores a 10 micrometros pero también se encuentran algunas del orden de los 30 a 40 micrometros.

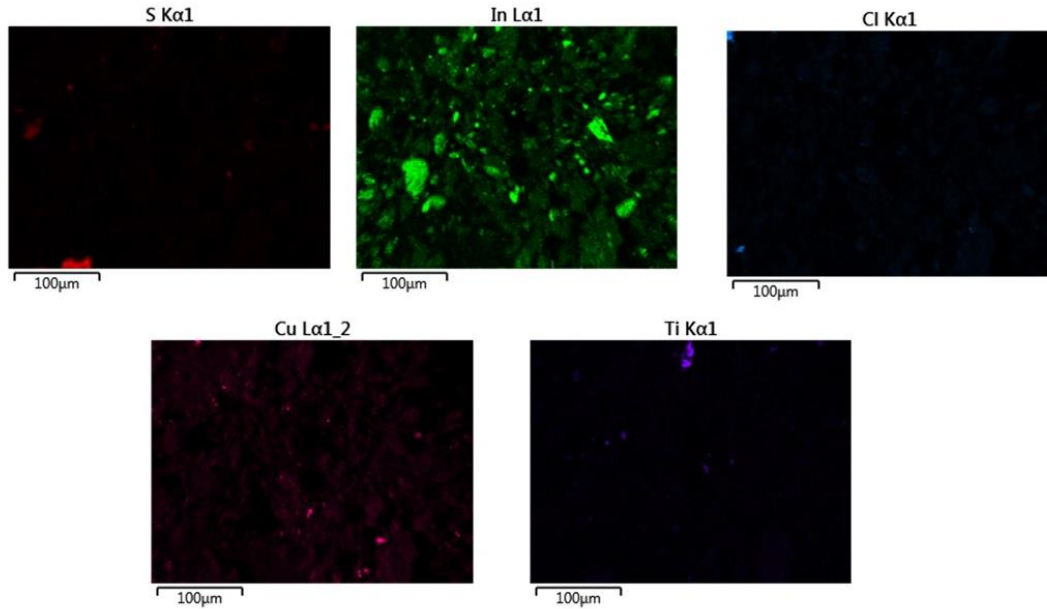


Figura 4.2 imagenes de la composicion elemental obtenidas por SEM

En el Gráfico 2, se muestra la composición elemental de la muestra obtenida directamente del análisis elemental por microscopia electrónica de barrido. En el caso del Gráfico 3, se obtuvo desde la resta de los valores del C y O y realizando una reasignación de los porcentajes. Del Gráfico 3, se puede apreciar que el hierro es el elemento que se encuentra mayoritariamente en la muestra, seguido por los aluminosilicatos. La presencia de cobre es del orden de 1,15%.

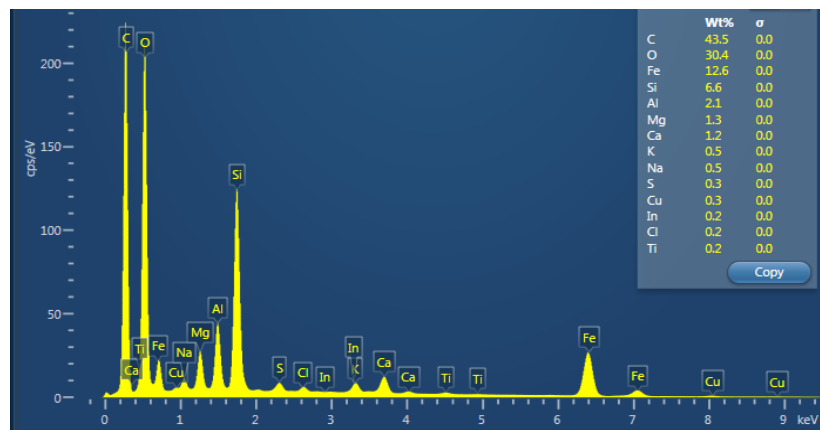


Gráfico 2 Presencia en % de los elementos de la muestra.

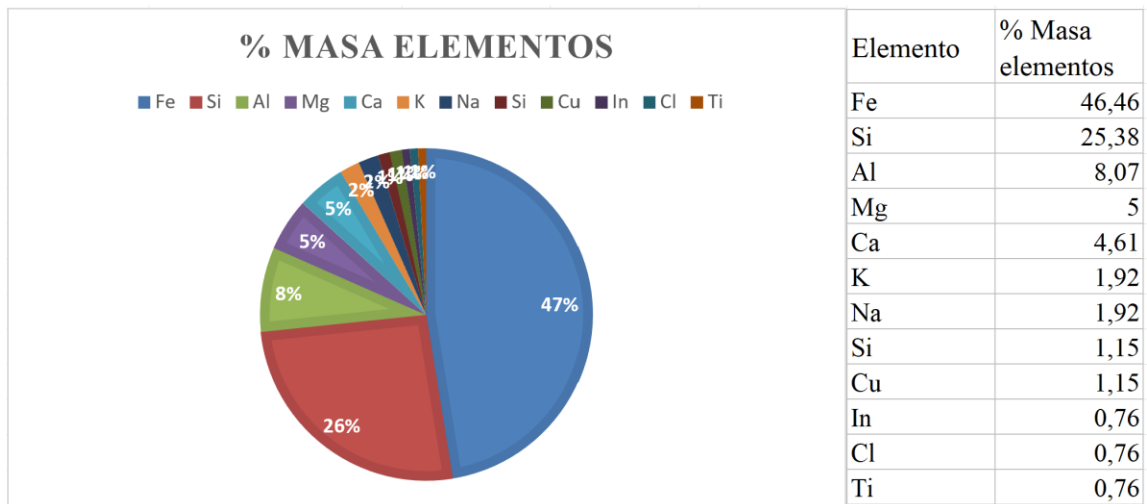


Gráfico 3 % en masa de los elementos redistribuidos, luego de excluir el C y O.

4.3 Caracterización por XRD.

En el gráfico 4 se observan los picos característicos de cada fase cristalográfica presente en la muestra de relave. Se puede indicar que existe la presencia de sulfuros de cobre como la cuprita, Covelita y calcopirita, sin embargo, en la zona observada por SEM el azufre no se relaciona con el cobre, lo cual indica una discretización de la muestra. Considerando que los relaves son residuos del proceso de concentración de sulfuros de cobre se observa la presencia mayoritaria (picos más intensos) de aluminosilicatos tales como albita, ortoclasa y óxidos de silicio cuarzo, y óxidos de hierro como la hematita, magnetita, confirmando los resultados del análisis SEM con respecto a la composición observada.

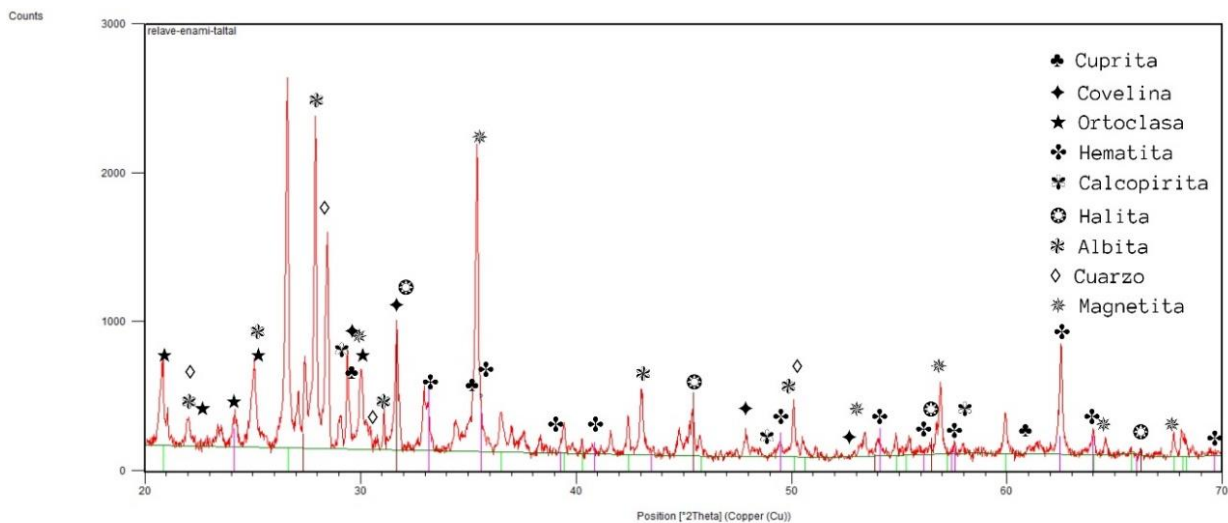


Gráfico 4 Picos característicos de cada fase de cristalina presente en la muestra.

En la tabla 4 se muestran los compuestos identificados según su fase cristalográfica, el factor de escala que da una información cuantitativa de cada uno de estos y la fórmula química correspondiente.

Tabla 3 Nombres de los compuestos, su factor de escala y la fórmula química de cada uno.

Nombre del compuesto	Factor de escala	Fórmula química
Magnetita	0,727	$\text{Fe}+2\text{Fe}_2+3\text{O}_4$
Cuarzo	0.826	SiO_2
Halita	0,297	NaCl
Calcopirita	0,170	CuFeS_2
Hematita	0,198	Fe_2O_3
Ortoclasa	0,128	$\text{K}(\text{Al,Fe}) \text{Si}_2\text{O}_8$
Covelita	0,138	CuS
Cuprita	0,061	Cu_2+1O

4.5 Validación del sistema de lixiviación construido.

El motor funcionó sin problemas, a una velocidad constante de 100rpm, generando la agitación suficiente para mezclar el material con el agua, no se observaron filtraciones y el filtro de carbono funcionó bien, separando la tierra, dejando pasar solo el agua. Las piezas impresas mostraron la resistencia adecuada en agua, sin embargo, el tipo de filamento usado para imprimir las piezas, es PLA (ácido poli láctico). Este tipo de material reacciona con ácido clorhídrico, provocando la disolución de la pieza, lo cual obviamente es un impedimento, la solución es utilizar un tipo de filamento que no reaccione con ácido, el cual es el PET (polietileno tereftalato) lo cual se realizará en investigaciones futuras.

A continuación, se presentan dos códigos qr que dirigen a videos que muestran el funcionamiento de la columna, en el primer video se observa el movimiento y la agitación que genera el motor paso a paso (ver figura 4.3); en el segundo video se muestra la conexión de Arduino al controlador y al potenciómetro con el cual se regula la velocidad (ver figura 4.4).



Figura 4.3 enlace a video 1.



Figura 4.4 Enlace a video 2.

Capítulo 5: Conclusiones.

Por medio de las caracterizaciones se puede concluir que: en los relaves mineros de ENAMI Taltal, la presencia de cobre es baja (0,04%) respecto al mínimo viable de 0,2 % de ley de cobre (ley de corte), por lo que, una recuperación económica de este elemento no es viable. Una elevada presencia de hierro pueden ser objeto de estudios para su valorización económica, desde los análisis se observa la presencia de otros elementos de interés, como el titanio y el indio, lo cual genera mayores expectativas de las muestras de relave.

Es posible la construcción de un sistema de columnas de lixiviación por agitación con materiales de bajo coste como el PVC, además de implementar un sistema automatizado simple a través de Arduino y motores paso a paso; este sistema se puede escalar sin mayores problemas de funcionamientos siendo controladas o monitoreadas. Además, permite el traslado e instalación en prácticamente cualquier lugar.

El diseño de piezas y uso de impresora 3D permite acceder a partes difíciles de encontrar en el mercado o personalizadas según lo que se requiera y genera una ventaja al momento de obtener refacciones en caso de romperse alguna pieza; se debe tomar en cuenta el tipo de filamento utilizado para evitar reacciones no deseadas como el PLA y utilizar un filamento especial, por ejemplo, polietileno tereftalato (PET).

La caracterización de la solución lixiviada está implementada en base a métodos colorimétricos lo cual puede ser abordado en trabajos futuros proyectos. Las pruebas de obtención de nanopartículas de óxido de hierro desde soluciones obtenidas desde las columnas de agitación dinámica serán evaluadas en nuevos trabajos de tesis.

Bibliografía

- Ali, a. (2016). *National library of medicine*. Obtenido de <https://doi.org/10.2147/NSA.S99986>
- Betancourt, D. (abril de 2010). *redalyc.org*. Obtenido de <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=84917316048>
- Biblioteca del congreso nacional. (11 de Abril de 2007). *www.bcn.cl*. Obtenido de <https://www.bcn.cl/leychile/navegar?idNorma=259901>
- clavijo, J. (2013). Characterization of materials through SEM measures. *Dialnet*, 133-146.
- Primer Tribunal Ambiental. (15 de Marzo de 2022). *www.primertribunalambiental.cl*. Obtenido de <https://causas.1ta.cl:https://causas.1ta.cl/causes/261/expedient/5763/books/208/?attachmentId=9598>
- Santibañez, L. (2022). Extraction of Iron and Other Metals from Copper Tailings through Leaching. *MDPI*, 1-5.
- Sernageomin. (13 de Enero de 2020). *www.sernageomin.cl*. Obtenido de www.sernageomin.cl/datos-publicos-depositos-de-relaves/: <https://www.sernageomin.cl/datos-publicos-deposito-de-relaves/>