# MEDICIÓN INDIRECTA DE LA CONCENTRACIÓN DE ESPUMANTE EN FLOTACIÓN

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL DE MINAS

CARLOS CRISTÓBAL HUNT RECABARREN

PROFESOR GUÍA: WILLY KRACHT GAJARDO

MIEMBROS DE LA COMISIÓN: LEANDRO VOISIN ARAVENA LUIS CIFUENTES SEVES

> SANTIAGO DE CHILE SEPTIEMBRE 2013

#### **RESUMEN**

Este trabajo presenta el desarrollo de un método para estimar la concentración de espumante en el proceso de flotación analizando la prevención de coalescencia de burbujas generadas por un capilar. Se plantea el uso de ondas sonoras como alternativa para estudiar la coalescencia cercana al momento de formación de burbujas desde un tubo capilar. Esta técnica fue probada en un trabajo previo basado en el estudio de sonidos producidos por la coalescencia de las burbujas a medida que se liberan desde un capilar.

Para el método desarrollado de utilizó el sensor de prevención de coalescencia, con el cual se puede identificar el flujo de aire al cual se produce coalescencia entre burbujas consecutivas generadas por un capilar a una concentración de espumante dada. Esto permite construir una curva característica para cada espumante, de prevención de coalescencia, desde la cual se puede determinar la concentración del reactivo. Lo anterior es debido a que el sensor es capaz de detectar los sonidos de la formación de burbujas y a la vez captar la amplitud de la onda sonora generada cuando ocurre coalescencia entre las burbujas consecutivas.

Para probar la técnica se realizó una campaña experimental con un columna cilíndrica de flotación a escala de laboratorio (325,5 cm de longitud y 40 cm² de sección transversal) que generó muestras desde la zona de colección de concentración de espumante desconocida, debido a la partición del reactivo entre las fases del proceso.

Se generaron curvas de calibración que relacionan los flujos a los cuales ocurre la coalescencia de burbujas consecutivas y la dosificación de espumante, las que son utilizadas para realizar la lectura de la concentración de espumante de las muestras. Los resultados se contrastan con el análisis de carbono total ajustado (TOC) para realizar la comparación de las mediciones y poder validar la técnica expuesta.

Los resultados de la medición de concentración de espumante por el sensor y por análisis TOC fueron comparados lográndose observar una muy buena correlación entre los valores, la cual corresponde a un valor del coeficiente de correlación de 0.997, además entre los resultados de ambas técnicas se obtuvo un error cuadrático medio de 0,344.

Se concluye que es posible utilizar la habilidad de los espumantes de prevenir la coalescencia de burbujas consecutivas para generar un método que permite medir la concentración de espumante en flotación utilizando el sensor. Este trabajo se encuentra en el marco del Proyecto Fondecyt 1110173

#### ABSTRACT

.

This work presents the development of a method for estimating frother concentration in the flotation process, analyzing preventing coalescence of bubbles generated by a capillary. Considering the use of sound waves to study alternatively close to the time of coalescing bubbles from a capillary tube.

For the development of the technique was used to prevent coalescence sensor, who can identify the airflow which coalescence occurs between consecutive bubbles generated by a capillary at a given concentration of frother. This allows constructing a characteristic curve for each frother of prevention of coalescence, from which one can determine the concentration of the reagent. This is because the sensor is capable of detecting the sounds of bubbles from the capillary at the same time capture the amplitude sound wave generated when the bubble coalescence occurs consecutively.

To test the technique experimental campaign was conducted with cylindrical column flotation laboratory scale (325.5 cm long and 40 cm<sup>2</sup> cross section) that generated samples from the area of collection unknown concentration of frother due to reagent partition between the phases of the process.

Calibration curves were generated which relate flows to which consecutive bubble coalescence occurs and frother concentration, which are used for reading the frother concentration of samples. The results are compared with the adjusted total carbon analysis (TOC) for comparison of the measurements and to validate the technique disclosed.

The results of the frother concentration measuring with the sensor and by TOC analysis were compared obtaining a very good correlation between the values, which corresponds to 99.7%, also from the results of both techniques yielded a square medium error of 0.344.

It concludes that it is possible to use the ability of frothers to prevent bubble coalescence to generate a method to measure the concentration of frother in flotation using the sensor. This work is under the Fondecyt Project 1110173.

# **DEDICATORIA**

En Honor a mi madre Verónica Recabarren Gajardo, por todo tu esfuerzo, constancia y grandes consejos...... Te amo.

#### **AGRADECIMIENTOS**

Me gustaría agradecer a Fondecyt por financiar mi trabajo de memoria a través del proyecto N°1110173, a mi profesor guía Willy Kracht por entregarme una visión diferente de la metalurgia y las ganas de hacer cosas nuevas. Además aprovechar de agradecer al profesor Leandro Voisin por las oportunidades y su excelente disposición.

Quiero expresar mi alegría de haber sido parte de los alumnos de la escuela que estudiamos minería y tuvimos el placer de conocer a Juanita, quien es por lejos la mejor secretaria de la Universidad y quien nos enseña a diario que las cosas se pueden hacer con precisión, profesionalismo y amabilidad al mismo tiempo.

Quiero dar gracias a mi madre Verónica Recabarren, quien fue y es el pilar de mi vida, además la principal financiadora de mi carrera y la que me sigue enseñando las cosas realmente importantes de la vida, esas para las cuales no existe ni un teorema ni una ecuación, te amo.

Quiero agradecer a mi amada compañera de vida Natalia Roldán, ya que gracias a ella pude encontrar claridad en los momentos más duros de la carrera y por enseñarme otra manera de enfrentar los desafíos, además por todos estos hermosos años de amor, lo cuales espero sean interminables.

Me gustaría expresar mi gratitud hacia dos grandes compañeros con quienes tuvimos interminables horas de trabajo en donde planificábamos la minería, la vida y los mejores momentos que tuve en la Universidad, Sebastián Carrasco y Yerko Yavar gracias por hacer siempre agradables las jornadas de estudio.

Quiero hacer una mención especial a mi compañero de plan común, con quien enfrentamos los momentos más duros de la carrera, Rafael Iglesias una gran persona y sin duda el mejor profesor que tuve.

Además me gustaría agradecer a otros miembros de mi familia como mi querido abuelo Luis Recabarren y Rodrigo Bravo quienes siempre me guiaron y me explicaron desde pequeño las cosas importantes de la vida, a mis adoradas abuelas Mariluz y Sonia quienes afloran los mejores sentimientos de mi persona y que además fueron un apoyo fundamental para poder desarrollar mis estudios de manera óptima, a mi padre por la formación científica y deportiva, a mi hermana Valentina por estar siempre a mi lado y a mi hermano Matías por siempre entregarme fuerza y buenos deseos.

Por último me gustaría agradecer a 3 personas maravillosas que han llenado mi vida Santiago, Florencia y Amanda, gracias por aparecer en mi vida y entregarme lo que más me faltaba Paz, Fuerza y Alegría.

# TABLA DE CONENIDO

1.	IN	ITRO	DUCCIÓN	1
	1.1.	Mo	tivación del trabajo	3
	1.2.	Obj	etivos	6
	1.2	2.1.	Objetivo General	6
	1.2	2.2.	Objetivos Específicos	6
	1.3.	Alc	ances	7
2.	A	NTEC	CEDENTES	8
	2.1.	Pro	ceso de flotación	8
	2.2.	Dis	persión de gas en flotación	11
	2.2	2.1.	Velocidad superficial de gas.	13
	2.2	2.2.	Volumen de gas en la celda (Eg)	14
	2.2	2.3.	Tamaño de burbujas	15
	2.2	2.4.	Flujo areal superficial	18
	2.3.	Esp	uma	20
	2.4.	Esp	umante	22
	2.4	4.1.	Estructura de los espumantes	22
	2.4	4.2.	Clasificación de los espumantes	23
	2.4	4.3.	Acción de los espumantes en la prevención de coalescencia	26
	2.4	4.4.	Caracterización de espumante	27
	2.4	4.5.	Medición de concentración de espumantes	31
	2.4	4.6.	Persistencia de los espumantes	32
	2.4	4.7.	Mezclas de espumante	33
	2.5.	Coa	ılescencia	34
	2.6.	Det	ección de coalescencia (Técnica acústica)	37
	2.7.	Aná	ílisis de carbono orgánico total (TOC)	43
	2.8.	Aná	ílisis de distribución de espumante	44
	2.9.	Agı	ua en flotación	45
3.	SF	ENSO	R DE PREVENCIÓN DE COALESCENCIA (PC)	48
4.	M	ETOI	OOLOGÍA EXPERIMENTAL	53
	4.1.	Age	entes usados en las pruebas	53
	4.	1.1.	Espumantes	54
	4.	1.2.	Aguas	55

	4.1	.3.	Colector	55
	4.2.	Cur	vas característica de prevención de coalescencia	56
	4.3.	Der	sidad de espumantes	57
	4.4.	Cur	vas de Calibración	57
	4.4	.1.	Determinación de la concentración de espumante	58
	4.5.	Pru	ebas en celda de columna	59
	4.5	.1.	Equipo	60
	4.5	.2.	Procedimiento	61
	4.5	.3.	Campaña experimental	62
	4.6.	Aln	nacenamiento de muestras y submuestras	64
	4.7.	Aná	álisis TOC	65
	4.8.	Val	idación técnica de medición de concentración de espumante	66
	4.9.	Aná	ílisis Químico	66
5.	RE	SUL	TADOS Y ANÁLISIS	67
	5.1.	Der	nsidad de espumantes y volúmenes de adición	67
	5.2.	Res	ultados de Pruebas de columna de flotación	68
	5.3.	Res	ultados de análisis TOC (carbono orgánico total)	71
	5.3	.1.	Calibración de análisis TOC	71
	5.3	.2.	Concentración de espumante en submuestras.	73
	5.4.	Res	ultados de análisis de muestras con el sensor PC	74
	5.4	.1.	Curvas de calibración	74
	5.4	.2.	Medición de la concentración de espumante en muestras	77
	5.5.	Val	idación de la técnica de medición indirecta de espumante	80
	5.5	.1.	Validación para pruebas MIBC	80
	5.5	.2.	Validación para pruebas BLEND	81
	5.5	.3.	Validación para pruebas Oreprep F549	82
	5.5	.4.	Validación global	83
	5.6.	Cor	nparación de aguas	84
	5.6	.1.	Reproducibilidad	87
	5.7.	Res	ultados en presencia de colector	87
	5.8.	Pro	puesta de Protocolo de medición	90
6.	CC	NCI	LUSIONES	92
7.	TR	ABA	JO FUTURO	95
8.	RE	FER	ENCIAS	96
Al	NEXC	) A. ]	Densidad de espumantes	102

ANEXO B. Flujo del rotametro	104
ANEXO C. volumenes de adición	106
ANEXO D. curvas de calibración	107
ANEXO E. Mediciones TOC	110
ANEXO F. Comparación resultados TOC y Sensor PC	112

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Representación de las 3 fases en la espuma de una celda de flotación	9
Figura 2 Zona de colección y zona de espuma de la celda de flotación [21]	
Figura 3 Líneas de flujo y representación de ascenso de burbuja hacia la zona de espuma [28] 1	11
Figura 4 Esquema del sensor de medición de la velocidad superficial Jg [26]	
Figura 5 Esquema del sensor de medición de holdup de gas mediante conductividad [26]	15
Figura 6 Caracterización de celda: Tamaño de burbuja (d32) vs velocidad superficial de gas [31	1].
Figura 7 Gráfico esquemático de tamaño de burbuja vs la concentración de espumante [32]	17
Figura 8 Diagrama esquemático del flujo areal superficial [21]	
Figura 9 Simulación de una espuma ideal con 1% de líquido en software Evolver [42]	20
Figura 10 Representación de la zona de espuma en las celdas de flotación y su dinámica [3] 2	
Figura 11 (a) Estructura general de los espumantes mostrando su carácter heteropolar en	la
izquierda y su orientación en la interfaz agua-gas en la derecha. (b) Ejemplo de 2 espumante	es,
MIBC en la izquierda y Dowfroth 246 en la derecha [44].	23
Figura 12 Distribuciones de tamaño de burbujas frente a adiciones de espumante que definen	la
relación entre el tamaño de burbuja (D32) y la concentración de espumante [44]	27
Figura 13 Arrastre de agua hacia la zona de espuma producido por el ascenso de las burbujas e	en
una celda de flotación [50]	28
Figura 14 Flujo de arrastre de agua versus el Holdup de gas para 4 tipos de espumantes	29
Figura 15 Comparación de espumantes (alcoholes) caracterizado por su Holdup de gas versus	la
concentración de espumante [11].	30
Figura 16 Análisis de espumantes para un banco de 16 celdas y agua de procesos mediante	
técnica de colorimetría [51]	32
Figura 17 (a) Secuencia de imágenes (cada 1 ms) que muestran la colision de burbujas	у
coalescencia sin presencia de espumante. (b) Secuencia de imagenes (cada 2 ms) que muestran	
colision de burbuja sin coalescencia en presencia de espumante	35
Figura 18 Gráfico de prevención de coalescencia, en presencia de espumante (MIBC) y sal-	
(NaCl). Se índica el flujo al cual ocurre coalescencia de burbujas en su formación de un capil	
de diametro interno de 254 micrones.	
Figura 19 Pulso captado en la generación de un burbuja [14]	
Figura 20 Detección de la coalescencia de dos burbujas en su formación desde un capilar [14] . 4	
Figura 21 Regiones de coalescencia en representación de la prevención de coalescencia versus	
concentración de espumante2	
Figura 22 regiones de coalescencia para el caso de las sales en donde se tiene ua zona o	
coalescencia esporádica [14].	
Figura 23 Curvas de prevención de coalescencia. (A) Resultados de prevención de coalescenc	
para varios tipos de alcoholes. (B) Resultados de prevención de coalescencia para mezclas o	
alcohols y poliglicoles	
Figura 24 Curvas de prevención de coalescencia. (C) Resultados de prevención de coalescenc	
para varios tipos de poliglicoles. (D) Resultados de prevención de coalescencia para mezclas o	
MIBC y sales	
Figura 25 Equivalencia de la concentración de espumante y de sal NaCl [76]	
Figura 26 Vistas superiores de la fase de espuma y su distribución de burbujas en la zona o	
colección para agua y adiciones de sales (NaCl) [76]	47

Figura 27 Imagen completa del setup experimental	. 48
Figura 28 Imágenes de generación de burbujas sin coalescencia y su señal grafica en computador [14].	
Figura 29 Generación de burbujas con eventos de coalescencia y su señal grafica en	
computador [14].	. 50
Figura 30 Señales sonoras en la formación de burbujas captadas con Audacity 1.3 Beta,	(A)
Representación de los sonidos en la generación de burbujas. (B) Representación de coalescer	ıcia
esporádica. (C) Representación de eventos de coalescencia completa	. 51
Figura 31 Curvas de prevención de coalescencia [14].	
Figura 32 Lectura de concentración de espumante en una curva de calibración característica	. 58
Figura 33 Esquema de columna de flotación de laboratorio.	
Figura 34 Almacenamiento de submuestras para análisis TOC.	. 64
Figura 35 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el MIBC	. 71
Figura 36 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el BLEND.	. 72
Figura 37 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el Oreprep F549.	. 72
Figura 38 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones	de
MIBC	. 75
Figura 39 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones BLEND	
Figura 40 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones Oreprep F549	
Figura 41 Validación de la técnica de medición de espumante MIBC.	
Figura 42 Validación de la técnica de medición de espumante BLEND.	
Figura 43 Validación de la técnica de medición de espumante Oreprep F549.	
Figura 44 Validación global de la técnica de medición de concentración de espumante	
Figura 45 Curva de calibración de agua destilada y agua de procesos con adiciones de espuma	
MIBC	
Figura 46 Curva de calibración de agua destilada y agua de procesos con adiciones de espuma	
BLEND	
Figura 47 Curvas de prevención de coalescencia con colector Xantato	
Figura 48 Curvas de prevención de coalescencia al adicionar colector Xantato	

# ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Clasificación de los espumantes	25
Tabla 2 Descripción de espumantes utilizados	54
Tabla 3 Numeración de curvas de calibración	59
Tabla 4 Primer set de pruebas en la columna de laboratorio a diferente concentración inicia	ıl de
espumante y flujo superficial de gas	62
Tabla 5 Densidades medidas experimentalmente de los espumantes	67
Tabla 6 Mediciones pruebas de columna con agua potable y MIBC	
Tabla 7 Mediciones de las pruebas de columna con agua potable y BLEND	69
Tabla 8 Mediciones de las pruebas de columna para agua potable & Oreprep 549	
Tabla 9 Medición de la concentración de espumante MIBC por análisis TOC	73
Tabla 10 Medición de la concentración de espumante BLEND por análisis TOC	
Tabla 11 Medición de la concentración de espumante F549 por análisis TOC	74
Tabla 12 Mediciones de concentración de espumante MIBC con el Sensor PC	77
Tabla 13 Mediciones de concentración de espumante BLEND con el Sensor PC	78
Tabla 14 Mediciones de concentración de espumante Oreprep F549 con el Sensor PC	79
Tabla 15 Resultado de análisis químico de aguas	85
Tabla 16 Resultados curva de prevención de coalescencia con colector Xantato	88
Tabla 17 Medidas de densidad para MIBC	102
Tabla 18 medición de densidad para BLEND	102
Tabla 19 Medición de densidad para Oreprep F549	103
Tabla 20 Calibración de rotámetro	
Tabla 21 Flujos y velocidad superficial de flujo.	104
Tabla 22 Volúmenes de adiciones de espumantes para curvas de calibración	106
Tabla 23 Curva de calibración de agua potable & MIBC	107
Tabla 24 Curva de calibración de agua potable con BLEND	107
Tabla 25 Curva de calibración de agua potable & Oreprep F549	108
Tabla 26 Curva de calibración de comparación de aguas	108
Tabla 27 Reproducibilidad de Curva de calibración Destilada & BLEND	109
Tabla 28 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para MIBC	110
Tabla 29 Parámetros recta para TOC vs MIBC	110
Tabla 30 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para BLEND	110
Tabla 31 Parámetros recta para TOC vs BLEND	
Tabla 32 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para Orej	prep
F549	111
Tabla 33 Parámetros recta para TOC vs Orenren F549	111

## 1. INTRODUCCIÓN

Este capítulo entrega un contexto del trabajo que se va a realizar y el porqué es un tema que merece atención, insertando al lector al análisis de las variables de flotación, y en especial al interés que genera el estudio de la concentración de espumante, en donde también se incluye la motivación y objetivos del trabajo.

Este trabajo se encuentra en el marco del Proyecto Fondecyt 1110173 y busca desarrollar un método para estimar la concentración de Espumante en el proceso de flotación analizando la prevención de coalescencia de burbujas generadas por un capilar [1].

En la actualidad para la obtención de los metales de interés se tienen diferentes métodos de concentración, sin embargo, en el caso de los minerales sulfurados se obtienen los metales en mayor parte desde la fusión de éstos en hornos de gran capacidad, pero la fusión directa es muy costosa, ya que implica el tratamiento de una gran cantidad de material. Debido a las bajas concentraciones de cobre en las menas actuales, su tratamiento directo en fundiciones implica un alto consumo energético y costo de la operación, por lo que se realiza un proceso de flotación previamente, con el objeto de obtener solo los minerales sulfurados que tienen el metal de interés.

El proceso de flotación es hoy en día el más utilizado a nivel nacional y mundial para la concentración de minerales sulfurados de cobre y molibdeno [2], siendo esta, la primera etapa de separación en donde se realiza la obtención del mineral de interés separándolo del resto de los minerales. El objetivo de la Flotación no es lograr la mayor recuperación del mineral, sino encontrar un óptimo técnico - económico entre la recuperación y ley del mineral valioso.

Su principio se basa en la separación de especies mineralógicas por diferencia de mojabilidad o hidrofobicidad, ya que las partículas se diferencian según su afinidad por el agua en hidrofóbicas o hidrofílicas y se consigue su separación con la incorporación de aire en forma de burbujas en la pulpa, lo cual logra separar las partículas de carácter hidrofóbico, ya que éstas tienden a adherirse para minimizar su contacto con la fase líquida [3].

La flotación se define como un proceso físico-químico de tensión superficial, que separa los minerales sulfurados del metal requerido, del resto de los minerales y especies que componen la mayor parte de la roca original [4]. Durante este proceso, el mineral molido se adhiere

superficialmente a burbujas de aire previamente insufladas, lo que determina la separación del mineral de interés. La adhesión del mineral a estas burbujas de aire dependerá de las propiedades hidrofílicas (afinidad con el agua) y aerofílicas (afinidad con el aire) de cada especie mineral que se requiera separar de las que carecen de valor comercial, que se denominan gangas.

En la etapa previa (molienda), se obtiene la roca finamente dividida y se le incorporan los reactivos para la flotación. El propósito es darle el tiempo necesario de residencia a cada uno de los reactivos para conseguir una pulpa homogénea antes de ser utilizada en la flotación. Con la pulpa (o producto de la molienda) se alimentan las celdas de flotación. Al ingresar la pulpa, se hace burbujear aire desde el interior y se agita con un impeler para mantenerla en constante movimiento, lo que facilita y mejora el contacto de las partículas de mineral dispersas en la pulpa con los reactivos, el agua y el aire, haciendo que este proceso se lleve a cabo en forma eficiente.

Pocas partículas de especies minerales tienen flotabilidad natural, es decir, no forman una unión estable burbuja-partícula, esto dificulta el proceso de flotación y hace necesario invertir las propiedades superficiales de los minerales, para ello se debe modificar su condición hidrofílica a propiedades hidrofóbicas mediante el uso de un reactivo colector. Además, es necesario que posean el tamaño adecuado para asegurar una buena liberación de las especies minerales [4].

En la flotación se utilizan 3 tipos de reactivos principales (colectores, espumantes y modificadores) los cuales se utilizan para crear superficies hidrofóbicas en el caso de los colectores, mejorar las condiciones del proceso como el pH en el caso de los modificadores o para mejorar la dispersión de gas en el proceso y otorgar una fase de espuma estable que favorezca el transporte de concentrado, como es el caso de los espumantes.

Este trabajo se enfoca en el último de estos reactivos, los espumantes, ya que a lo largo de los últimos 46 años los reactivos y su influencia en el rendimiento de la flotación han sido un tópico muy estudiado en laboratorios de investigación, sin embargo, no se ha logrado determinar alguna técnica capaz de medir la concentración de espumante en bajas dosis; que son las que se utilizan en el proceso de flotación [5]. Tanto Pugh [6] como Comley et al. [7] han analizado el uso de la presión máxima de la burbuja para determinar la tensión superficial dinámica de las soluciones con espumante, pero para bajas concentraciones del reactivo los ensayos de este método no han sido exitosos en lograr establecer su concentración en flotación.

La importancia de los espumantes radica en que influyen en muchas variables de la flotación, ya que afecta en el tamaño de burbujas, el contenido de gas, la estabilidad de la espuma para el

transporte de concentrado y la velocidad de ascenso de las burbujas en el proceso principalmente [3]. Según la teoría de penetración de Leja-Schulman´s afectan también en el proceso de unión de partículas a las burbujas, ya que incide sobre su tamaño e índice dinámico de espumabilidad, pero su incidencia en la tensión superficial a pequeñas concentraciones es casi imperceptible [8].

De todas las variables expresadas en el párrafo anterior sobre las cuales influyen los espumantes la más estudiada corresponde al volumen de gas o Hold-up de gas (Eg) en la celda, ya que tiene una relación muy directa con el rendimiento del proceso de flotación y su cinética, esto ha sido ampliamente entendido por los investigadores debido a que un incremento en el hold-up de gas significa una disminución en la velocidad de las burbujas, lo cual está asociado a una disminución del tamaño de las burbujas [9].

La concentración de espumante afecta de manera inversamente proporcional al tamaño de las burbujas y de manera directamente proporcional al Hold-up de gas [8-10], sin embargo, también se tiene una influencia del tipo de espumante utilizado, ya que para el caso de alcoholes, poliglicoles o mezclas de espumantes se tendrán diferentes incidencias en estas variables [9]. A bajas concentraciones se detecta una gran influencia en el tamaño de burbujas, pero a mayores concentraciones la influencia no es tan relevante y llega un punto en donde a pesar de adicionar mayor concentración de espumante las burbujas no tienen una disminución de tamaño considerable, gracias a este efecto estudiado por Cho y Laskowski es que se determina que el espumante afecta a las variables de flotación en mayor medida gracias a su efecto de prevención de la coalescencia de las burbujas (unión de 2 o más burbujas en una de mayor tamaño). A este punto en donde la concentración de espumante ya no tiene una incidencia directa en el tamaño de burbujas se ha determinado concentración crítica de coalescencia (CCC) [8].

#### 1.1. Motivación del trabajo

En la actualidad no se cuenta con técnicas únicas en la caracterización de los espumantes, por lo que se han definido como poderosos o selectivos principalmente, lo cual no tiene un significado muy cuantificable. También se han clasificados basándose en la velocidad de transporte de agua que relaciona el holdup de gas y el tipo de espumante [10], pero más importante que esto, es que se tienen muchos análisis sobre los tipos de espumantes y sus influencias para diferentes concentraciones conocidas, sin embargo, en el proceso de flotación no se tiene un control claro sobre la concentración de cada uno de los reactivos en las celdas, por lo tanto no se puede determinar en qué punto de operación se encuentra cada celda si se desconoce la concentración de espumante en su interior.

Por lo ya planteado, es clara la importancia que tienen los espumantes en la realización y rendimiento del proceso. En la actualidad mediante pruebas de laboratorio se determina la concentración de espumante necesaria para lograr el optimo técnico – económico de recuperación del proceso, pero debido a la dinámica del mismo, es difícil asegurar una concentración pareja en todas las celdas. Actualmente la concentración de espumante es moderada con una adición inicial en la primera celda y luego otras adiciones a lo largo de las celdas (generalmente 2 o 3 más). El efecto de disminución de espumante entre las celdas ha sido estudiado analizando la partición que ocurre de su concentración al interior de una celda entre las 2 fases que se forman (la fase de pulpa trifásica y la fase de espuma), en donde se observa que la mayor parte del espumante se va a la fase superior en la zona de espuma, la cual abandona el sistema con el producto del proceso y una porción menor pasa a la siguiente celda [11,12].

Esta situación podría ser mejorada si se conociera la concentración de espumante que tienen las colas, tópico que ha sido estudiado por Hadler et al. [5], quienes determinan mediante el uso de la técnica de espectrometría UV la concentración de colector y mediante análisis de carbono orgánico total (TOC) la concentración de espumante. Su precisión se logra gracias a una curva calibrada con el valor ya conocido de concentración de colector, sin embargo, es un proceso bastante dificultoso para tenerlo en el punto de operación de una planta industrial, por lo cual la motivación principal es obtener un método para poder determinar la concentración de espumante de manera sencilla con tal de ser un aporte a la industria química y minera.

Por lo anterior es que esta investigación pretende utilizar la habilidad de los espumantes en la prevención de la coalescencia, para poder definir una relación entre su concentración y la ocurrencia de coalescencia. Para esto se puede utilizar el análisis en la prevención de la coalescencia en la formación de las burbujas, pero debido a los cortos intervalos de tiempo se convierte en un trabajo difícil [13]. No obstante a lo anterior, existen en la actualidad técnicas ya probadas que pueden simplificar este análisis, como el caso de las técnicas acústicas de captaciones de sonidos en la formación de burbujas. Esta técnica fue desarrollada en un trabajo anterior en donde se considera la generación de burbujas desde un capilar y permite la detección de los eventos de coalescencia a tiempo real, ya que posee la resolución para captar los eventos que ocurren dentro de 1-2 ms [14]. La implementación de esta técnica puede ser afectada por la acción de otros factores que pueden incidir sobre la prevención de la coalescencia, por lo cual es importante tener un conocimiento claro sobre el tipo de agua que se está utilizando y los reactivos del proceso.

El efecto de la acción de otros agentes ha sido estudiado en la primera parte de este proyecto desarrollado el primer semestre del 2012 [15], en donde se analizó la influencia sobre la prevención de coalescencia de mezclas de espumantes y en presencia de sales y sólidos por separado junto al espumante. La curva característica que se obtiene al realizar la comparación entre la concentración de espumante frente a la prevención de coalescencia puede ser utilizada para desarrollar un sensor que permita medir la concentración de espumante.

Esta sería una alternativa a la técnica propuesta por Gelinas y Finch [16-17] que se basa en la síntesis de algunas reacciones químicas y un complicado procedimiento que genera un compuesto coloreado que después se analizan por espectrometría de absorción y que se determina como "el método de colorimetría". Se quiere proponer una técnica con una menor complejidad, que no tenga que utilizar agentes externos y que sea virtualmente instantánea con respecto al método de colorimetría.

Otra motivación es que el criterio que se tiene para seleccionar el tipo de espumante y su dosis ha sido principalmente el costo, la disponibilidad y su influencia sobre el medioambiente, aspectos que aun son relevantes, pero que se han ido modificando por otros relativos al desempeño del reactivo en la dispersión de gas y la calidad de la espuma (fase de transporte de concentrado) [18]. Por lo que una correcta cuantificación de la concentración de espumante en cualquier punto del proceso de flotación sería un gran aporte para caracterizar el proceso punto a punto y tener una mejor selección del tipo y concentración en la adición del reactivo, pudiendo a la vez conocer su distribución entre las fases de la celda.

Este proyecto plantea el uso de ondas sonoras como alternativa para estudiar la coalescencia cercana al momento de formación de burbujas de un tubo capilar. Esta técnica fue probada en un trabajo previo basado en el estudio de sonidos producidos por la coalescencia de las burbujas a medida que se liberan desde un capilar (Kracht & Finch, 2009 [14]), que permite la detección de los eventos de coalescencia para tiempo reales, ya que tiene la resolución para detectar los eventos que ocurren dentro de 1-2 ms. Los resultados indican que para la flotación de espumantes comunes y n-alcoholes (C4-C8) la prevención de coalescencia no está simplemente relacionada con tensión superficial y genera curvas de eventos de coalescencia en donde se relaciona la concentración de un solo espumante para variaciones de flujo de gas.

#### 1.2. Objetivos

#### 1.2.1. Objetivo General

El objetivo general del trabajo es generar un método para la medición de la concentración de espumante de manera indirecta en el proceso de flotación, desde una muestra representativa de un punto de la planta y poder verificar si es método es independiente de la presencia de otros reactivos.

#### 1.2.2. Objetivos Específicos

Dentro de los objetivos específicos se cuenta con análisis de la técnica desarrollada y la generación de muestras para su validación, pero principalmente se pretende que el método a desarrollar permita medir la concentración del reactivo en diferentes puntos de la planta concentradora, además de otros puntos que se presentan a continuación.

- Estudiar los métodos previos para determinar la concentración de espumante, y así poder definir su contribución significativa frente a ellos.
- Generar curvas de calibración que relacionen la concentración de espumante versus la prevención de coalescencia para agua potable con distintos reactivos.
- Usar la habilidad de los espumantes de prevenir la coalescencia para determinar la concentración del reactivo, en muestras de concentración de espumante desconocida.
- Realizar la validación de la técnica propuesta mediante análisis químico independiente de carbono orgánico total (TOC), para lo cual se realizan pruebas con la presencia solo de espumantes como reactivos en un comienzo y luego se determina la influencia de colectores en la prevención de coalescencia.

Por último el trabajo busca presentar un protocolo de utilización del método para su correcto desempeño, considerando que en el proceso de flotación se cuenta con la presencia de sales, sólidos y otros agentes como colectores y modificadores.

#### 1.3. Alcances

Este trabajo comienza con una revisión profunda del proceso de flotación y su performance en función del gas en la flotación, la presencia de espumantes, su cuantificación y la calidad del agua, sin embargo, no pretende definir cuál de estos parámetros es el más importante, sino que caracterizar su influencia y generar un método de medición, utilizando el conocimiento de que se tiene entre la generación de burbujas (flujo y velocidad) y la concentración de espumantes.

Este método se aplica sobre soluciones que solo tienen como reactivo espumante en un comienzo, con el fin de ver su comportamiento y luego se realizan pruebas con adiciones de colectores para ver si tienen alguna incidencia en la coalescencia de burbujas consecutivas.

En un comienzo se caracterizan los flujos de gas para los cuales se produce coalescencia a diferentes concentraciones de espumantes aplicados sobre agua destilada o potable, sin embargo, el objetivo se centra en la utilización del agua de procesos que se obtiene directamente desde una planta de tratamiento cercana a Santiago. Debido a lo anterior es que se obtendrán curvas de caracterización de la concentración de espumantes en función de eventos de coalescencia, para diferentes condiciones de flujo de gas, que solo representarán la planta estudiada.

Este método trata, de una manera simple, de poder obtener la concentración de espumante dadas ciertas condiciones, por lo que no pretende ser una caracterización general ni de todas las plantas ni de todos los espumantes, sino de generar un sistema de control dentro de una cierta operación y podrá ser utilizado a la vez para medir la calidad de los insumos (reactivos) con los que se abastece la planta a escala de laboratorio.

Por último la generación de curvas para una planta determinada se realizará en función de su agua sin considerar la presencia de sólidos, por lo que el contenido en peso de sólidos (C<sub>p</sub>) y el tamaño de partículas no será parámetros a considerar, sin embargo, se estima que la técnica se podrá implementar en un futuro con parámetros y condiciones operacionales sin ningún problema.

#### 2. ANTECEDENTES

Este capítulo busca entregar la información necesaria para tener un conocimiento del proceso de flotación y las variables involucradas en su desempeño, como también los fenómenos involucrados en el método que se desarrolla para la medición de la concentración de espumante. Además expone los resultados obtenidos previamente en el proyecto, los cuales refuerzan la hipótesis de que el uso de la habilidad en la prevención de coalescencia de los espumantes es un método válido para estimar la concentración de este agente.

#### 2.1. Proceso de flotación

La flotación es un proceso que ha sido utilizado en las plantas de procesamiento de minerales en el último siglo como un proceso patentado y válido en la concentración de los minerales de interés [19]. En este se utilizan las diferencias de las propiedades físico-químicas de las superficies de los minerales para conseguir el producto y se realiza la separación de las especies por diferencia de mojabilidad o hidrofobicidad [3].

Se define como una partícula hidrofóbica a la que no tiene afinidad por el agua, es decir, que prefiere estar en otro medio, a diferencia de las hidrofílicas que si tienen preferencia por estar en un medio acuoso. Al contrario de otros métodos de concentración, en la flotación es posible variar las propiedades de los minerales útiles y la ganga, modificando el ambiente químico y electroquímico del sistema, mediante la adecuada selección de los reactivos químicos adicionados: colectores, espumantes, activadores, depresores o modificadores de pH [20].

Este proceso busca separar las partículas previamente molidas mediante un sistema trifásico (sólido, líquido y gas), en donde ocurren muchos procesos fisicoquímicos complejos entre las interfaces sólido/líquido, líquido/gas y sólido/gas (Figura 1). Su efectividad depende de la probabilidad de unión de la partícula a la burbuja en el reactor de flotación [20]. La probabilidad de unión puede ser aumentada al modificar las propiedades superficiales de las partículas tornándolas hidrofóbicas mediante la adsorción selectiva de colectores, los cuales son surfactantes que están catalogados como reactivos del proceso. Estos colectores, además de algunas propiedades características de los sólidos, ayudan a la adhesión de algunas partículas a las burbujas de gas generadas en las celdas de flotación, ya que éstas tienden a adherirse para disminuir su contacto con la fase líquida [3].

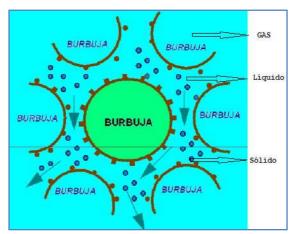


Figura 1 Representación de las 3 fases en la espuma de una celda de flotación

- Fase Gaseosa: es generalmente constituida por aire, pero en algunos procesos puede ser otro gas, su introducción al circuito puede ser de diversos modos, ya sea de manera autoaspirada o por un flujo controlado de aire forzado. Su principal importancia radica en su dispersión y distribución.
- Fase Líquida: Fase principal y más abundante del proceso que está constituida por agua y reactivos. El agua es muy relevante en el desempeño del proceso y puede ser el factor principal de la respuesta de flotación de algunos minerales, debido a su consumo de reactivos o formación de sales insolubles [3].
- Fase Sólida: Formada por finas partículas de mineral molidas previamente. Lo relevante de esta fase son sus propiedades superficiales, que dependen de su composición y estructura.

Para que ocurra el proceso es necesario formar 2 zonas, la primera que es de colección, en donde se produce la unión partícula-burbuja y se forman agregados que son transportados a la zona superior, y una segunda denominada la zona de espuma que contiene preferentemente partículas hidrofóbicas y es la encargada de retener el producto del proceso para transportarlo hacia afuera de la celda (Figura 2). Las partículas que quedan en la zona de colección forman parte de las colas que pasan a la siguiente celda para su flotación, ya que dentro de las colas siguen existiendo partículas hidrofóbicas que no pudieron ser transportadas al concentrado debido posiblemente a un factor de probabilidad o debido a la agitación de la celda que produjo que se separaran de la burbuja.

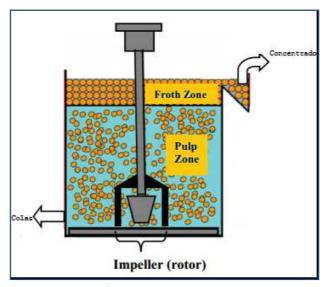


Figura 2 Zona de colección y zona de espuma de la celda de flotación [21].

Al interior de las celdas de flotación atraviesan burbujas de gas (generalmente aire), el cual es el medio recolector de las partículas hidrofóbicas y las arrastra hacia la zona superior de la celda dejándolas atrapadas en una zona de espuma, sin embargo, en su trayecto vertical generan líneas de flujo (Figura 3), por lo cual es posible que algunas partículas muy finas tiendan a no colisionar con las burbujas, pero si las de un tamaño mayor. Es necesario que las especies de interés estén liberadas para asegurar su flotación, pero esto se logra en las etapas de remolienda al interior del circuito de flotación en donde se alcanzan tamaños bajo los 100 micrones. Además el movimiento vertical genera el transporte de agua hacia la espuma, la cual en alguna proporción recuperada como parte del producto del proceso (concentrado). La cantidad de agua transportada es dependiente del tamaño de las burbujas, la velocidad del gas y del tipo de espumante [22].

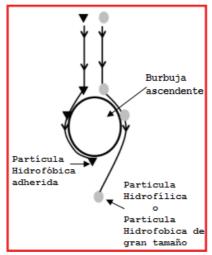


Figura 3 Líneas de flujo y representación de ascenso de burbuja hacia la zona de espuma [28].

La recuperación de agua hacia el producto de la flotación determina el rendimiento del proceso, ya que con ella se arrastran partículas tanto hidrofóbicas (menas) como hidrofílicas (gangas) desde la zona de colección a la zona de espuma, lo cual presenta una influencia directa en la recuperación y ley del proceso [23]. Por lo anterior es muy importante el estudio de la fase gaseosa en el proceso, ya que es la que arrastra el agua hacia el concentrado mediante su película cobertora (film) y su estela de arrastre [24]. El transporte de agua es influenciado por el tamaño de burbujas y más especialmente por el flujo areal superficial [10].

Las variable que afectan directamente al proceso de flotación son la granulometría de la mena, la densidad de la pulpa o porcentaje de sólidos (Cp), el tiempo de residencia de la pulpa, el pH, la temperatura de la pulpa, el tipo y dosificación de reactivos, la calidad del agua utilizada y la aireación de la pulpa, siendo estas últimas tres variables las que se desarrollan a fondo en esta revisión.

.

#### 2.2. Dispersión de gas en flotación

El gas representa a una de las tres fases presentes en el proceso de flotación, sin embargo, es la fase que se encarga de realizar el trabajo de recolección, por lo cual sus propiedades son determinantes en el desempeño del proceso. Las variables relativas al gas en la flotación hacen relación a la dispersión al interior de la celda, es decir, a su generación desde una corriente de gas que forme burbujas y a su distribución de tamaños.

Está bien documentado que las propiedades de dispersión del gas tienen una influencia en su rendimiento, de donde el Hold up (Contenido volumétrico de gas en la celda), la velocidad superficial J<sub>g</sub> y el tamaño de las burbujas de gas han sido medidos en un gran número de celdas de distintas plantas (tanto en tipos como en tamaños) por investigadores de la universidad Julius Kruttschnitt Mineral Research Centre y JKTeck, desde donde se desarrolló una gran base de datos presentadas en el trabajo de Shwartz & Alexander 2006 [25].

En las mediciones se presenta una amplia gama de valores, incluso en la comparación de celdas, de tamaño y de funciones similares. Para las celdas de flotación se tiene que los valores típicos de dispersión de gas varían entre los siguientes rangos:

• Hold up de gas: 3 – 20 [%]

• Tamaño de burbujas: 1 − 2 [mm]

• Velocidad de gas superficial: 1 - 2.5 [cm/s].

Por otra parte el grupo de procesamiento de minerales de McGill ha desarrollado instrumentos y procedimientos para medir 3 variables en celdas industriales que son el Holdup, la velocidad de gas superficial y la distribución del tamaño de burbujas (por consecuencia se deriva la variable del flujo areal superficial), esto ya que en la historia la comprensión y operación del proceso se ha visto limitada por la falta de instrumentos y sensores (Gómez & Finch 2007) [26].

La variable de flujo areal superficial es muy relevante en el proceso de flotación, ya que se relaciona con la cinética de flotación, por lo que se ha descrito como "la variable de operación". Esto ha sido determinado en un estudio realizado por Gorain et al. 1998 [27], en donde se observa la relación que existe entre la constante cinética K y el Valor de S<sub>b</sub>. A la vez se obtienen diferentes relaciones dependiendo de la profundidad de la espuma, para los cuales se observa que a una profundidad de espuma superficial existe una relación lineal, pero a una profundidad intermedia o mayor la relación ya no es lineal, lo cual confirma que la espuma juega un rol importante en la cinética del proceso.

#### 2.2.1. Velocidad superficial de gas.

Corresponde al flujo de gas por sección transversal de área, es una forma de medir el flujo de gas normalizado, pudiendo así comparar equipos con diferentes secciones.

$$J_{g} = \frac{Q_{g}}{A} \left[ \frac{cm}{s} \right] \qquad (Ec 1)$$

J<sub>g</sub> = Velocidad superficial de flujo [cm/s]

Q<sub>g</sub> = Flujo volumétrico total de gas [ml/s]

A = Sección transversal de la celda [cm<sup>2</sup>]

Para conocer el valor de  $J_g$  ha desarrollado un sensor para medir la velocidad del gas utilizando el concepto de la probeta invertida y así medir el flujo. El sensor recoge las burbujas desde la zona de pulpa en un tubo cilíndrico vertical sumergido en la pulpa, este debe tener un diámetro lo suficientemente grande para asegurar que no ocurra un sesgo de tomas de burbujas como ocurre en los de pequeño tamaño (Figura 4) [26].

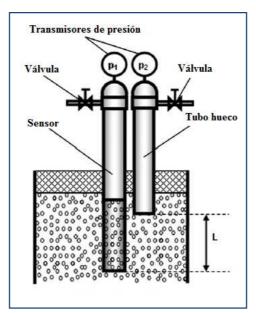


Figura 4 Esquema del sensor de medición de la velocidad superficial Jg [26]

La velocidad de ascenso de las burbujas está en un rango de los 0,5 a 2 cm/s, lo cual depende de factores como el tamaño de la burbuja y la reología de la pulpa [28].

#### 2.2.2. Volumen de gas en la celda (Eg)

El contenido de gas en la celda o más conocido como Holdup de gas, es una medida que relaciona el volumen de gas presente en la celda con el volumen total de pulpa en la zona de colección. La fracción volumétrica de la celda ocupada por aire se expresa en porcentaje (%).

$$E_g = \frac{V_{\text{gas}}}{V_{\text{gas}} + V_{\text{pulpa}}} * 100[\%]$$
 (Ec. 2)

 $E_g = \text{Holdup de gas [\%]}$ 

V<sub>gas</sub> = Volumen de todas las burbujas [ml]

V<sub>pulpa</sub>=Volumen del líquido y sólido [ml]

Esta variable depende de diversos factores, como los operacionales correspondientes al flujo de aire, el sistema de generación de burbujas y a factores químicos, ya que su valor es influenciado por el tipo y concentración de espumante [9, 11, 18]. Su medición en función de la velocidad superficial de gas puede ser utilizado para definir el rango de efectividad de las celdas de flotación y así poder detectar problemas en la operación o mantenimiento [29]. La concentración de espumante afecta sobre su valor incidiendo sobre el tamaño de las burbujas y por lo tanto en su velocidad de ascenso.

Una técnica utilizada para su medición es mediante la conductividad de las fases, en donde se realiza la medición de la conductividad de la pulpa y luego la conductividad del medio con burbujas de gas en su interior. Ambas conductividades se relacionan según la ecuación de maxwell (Ec. 3) y así determinan el volumen de la fase no conductora que en este caso corresponde al gas.

$$E_g = \frac{(1 - \frac{k_d}{k_p})}{(1 + 0.5 * \frac{k_d}{k_p})} * 100 [\%] \quad (Ec. 3)$$

 $E_g = Holdup de gas$ 

k<sub>d</sub> =Conductividad del sistema con dispersión de gas

k<sub>s</sub> =Conductividad de la pulpa

En la Figura 5 se presenta un sensor que puede medir la conductividad mediante anillos que rodean 2 celdas [26], la primera se encuentra abierta y puede medir la conductividad de la pulpa y dispersión de gas y en la segunda se tiene un sifón que producto de la diferencia de presión no permite el ingreso de gas y puede medir la conductividad de las fases conductoras (pulpa).

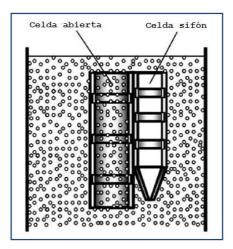


Figura 5 Esquema del sensor de medición de holdup de gas mediante conductividad [26].

#### 2.2.3. Tamaño de burbujas.

El tamaño de las burbujas generadas al interior de los equipos de flotación es un factor muy determinante para la respuesta metalúrgica, ya que la eficiencia del proceso depende de su tamaño [30]. Al inyectar aire a una celda se generan burbujas de distintos tamaños, lo cual define ciertas clases de distribución de tamaños.

Debido a la gran variabilidad que se puede producir en la generación de burbujas, se torna importante el poder controlar el tamaño de las burbujas en el proceso para que estén dentro de un intervalo de tamaño óptimo, es por esto que se han desarrollado métodos para su medición. Su tamaño es un factor relevante, ya que en tamaños pequeños se puede producir que el tiempo de contacto de las burbujas con las partículas no sea el suficiente para que se genere la unión de estas, y para el caso de grandes tamaños aumenta la fuerza de las líneas de flujo de las partículas, por lo que se dificulta a la vez la colisión partícula - burbuja [18].

El diámetro característico de Sauter  $(d_{32})$  es comúnmente considerado como un promedio de tamaño representativo en flotación y es utilizado para calcular el flujo areal superficial  $(S_b)$ . Su tamaño está entre 0.5 y 2.5 mm en los equipos de flotación [33], el cual depende del balance entre los eventos de coalescencia (unión de burbujas) y Break up (quiebre de una burbuja en varias pequeñas) [30]. El tamaño característico de las burbujas es también influenciado por la velocidad del gas, la presencia de espumantes, el sistema de generación de burbujas y la presión de operación.

Muchos investigadores han reportado que se tiene una relación directa entre la velocidad de gas y el tamaño de burbuja. Se ha detectado que el tamaño de burbuja incrementa con el aumento de la velocidad del gas en celdas de aire forzado lo cual es presentado en la Figura 6 [31]. La relación se ha representado empíricamente como sigue:

$$d_b = \alpha * J_g^{\beta} \quad \text{(Ec. 4)}$$

En donde  $\alpha$  y  $\beta$  son constantes, para una gran variedad de medios porosos el parámetro  $\beta$  tiene un valor cercano a 0,25 y  $\alpha$  depende de la adición y tipo de espumante [30].

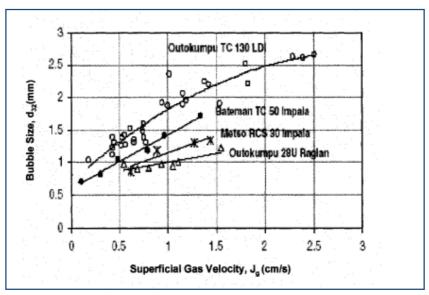


Figura 6 Caracterización de celda: Tamaño de burbuja (d32) vs velocidad superficial de gas [31].

#### Influencia del espumante en el tamaño de burbuja

El tipo y la concentración de espumante afectan al tamaño de las burbujas, para todos los espumantes un incremento en su concentración conlleva una disminución del tamaño de burbuja hasta un cierto punto en donde las adiciones adicionales tienen poco efecto en su tamaño [28].

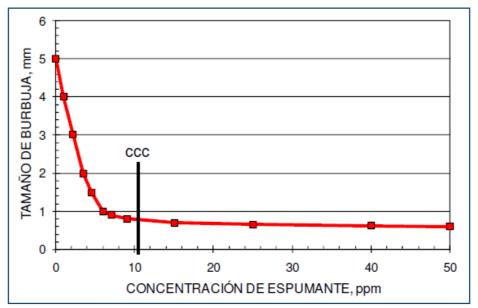


Figura 7 Gráfico esquemático de tamaño de burbuja vs la concentración de espumante [32]

La acción de los espumantes es debida a su influencia en el control de la coalescencia, en donde al aumentar su concentración en el proceso, se aumenta la prevención de coalescencia disminuyendo el tamaño de las burbujas. Luego de cierta concentración, denominada concentración crítica de coalescencia (CCC) el espumante ya no tiene efecto sobre el tamaño de las burbujas, ya que se llega a un punto de prevención prácticamente total de coalescencia obteniéndose un valor constante en el tamaño de burbujas [8] (ver Figura 7).

#### Medición del tamaño de burbujas

La medición del tamaño de burbuja se puede realizar a través de una caracterización completa de la distribución de burbujas a partir de imágenes recolectadas con una cámara de visualización utilizando el Mc Gill's Bubble-viewing chamber [33]. Este aparato que consiste en una cámara de video, una fuente de luz y una sección cilíndrica de ingreso de las burbujas, las cuales están montadas sobre un marco de aluminio para su instalación y operación. Este sensor toma las

burbujas desde un tubo de muestreo y estas se dirigen hacia el área de visualización, donde la fuente luminosa asegura el reflejo de las burbujas.

Otra técnica de medición la implementaron Rodriguez y Rubio en el 2003 [34], utilizando el LTM-BSizer, que es un sistema de análisis de imágenes el cual posee una celda de captura de burbujas, un microscopio y una cámara CDD.

#### 2.2.4. Flujo areal superficial

Se define como la superficie total de burbujas que atraviesan el área transversal de la celda por unidad de tiempo y sus unidades son de 1/seg [35]. El flujo areal superficial (S<sub>b</sub>) es el área disponible de burbuja para el transporte de partículas hacia la zona de espuma (Figura 8).

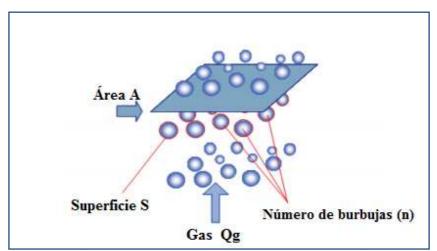


Figura 8 Diagrama esquemático del flujo areal superficial [21]

Su valor puede ser estimado según la siguiente relación:

$$S_b = \frac{n * S}{A} \quad \text{(Ec. 5)}$$

- S = Superficie de una burbuja.
- n = número de burbujas.
- A = sección de la celda.

Si se consideran las otras relaciones, se puede definir como:

$$S_b = \frac{6 * J_g}{d_{32}}$$
 (Ec. 6)

A pesar de la expresión anterior, el valor de S<sub>b</sub> no se puede medir directamente, pero se ha identificado en diversas investigaciones que la recuperación de agua [35] y la recuperación de sólidos [36, 37, 38] dependen directamente del flujo areal superficial de gas.

El flujo areal superficial es un parámetro derivado de la dispersión de gas que hoy en día vincula la cinética de flotación con las variables hidrodinámicas [39]. La constante cinética de flotación (k) se ha correlacionado con el S<sub>b</sub> de la siguiente manera para la zona de pulpa [40].

$$k = P * S_b$$
 (Ec. 7)

Donde P es el factor de flotabilidad que incluye la contribución del tamaño de la partícula y su hidrofobicidad. A su vez Finch et al. [41] correlacionaron el valor de la constante cinética de flotación con el Holdup de gas, al relacionar su valor con el flujo areal superficial de la siguiente manera.

$$S_b = \frac{6 * J_g}{d_{32}} = 5.5 * E_g$$
 (Ec. 8)

Por último para la descripción del flujo areal superficial se tiene la ecuación de Gorain que predice el valor de  $S_b$  de una manera empírica [3].

$$S_b = a * N_s^b * J_g^c * As^d * P_{80}^e$$
 (Ec. 9)

Ns = Velocidad periférica del impeler.

As = Relación del aspecto, diámetro sobre altura del impeler.

P<sub>80</sub>= Tamaño bajo el cual se encuentra el 80% de la alimentación.

#### 2.3. Espuma

Para describir correctamente el proceso de flotación es necesario modelar las tres fases presentes en conjunto, ya que existe una fuerte interacción entres estas. La interacción que ocurre en la zona de colección ya ha sido explicada en la sección 2.1, pero también es necesario conocer que interacciones ocurren en la zona de espuma y de que está formada.

Una espuma se compone de finas películas llamadas Lamellae, que separan a las burbujas unas de otras, es decir, son películas o film de líquido entre dos burbujas adyacentes. Tres lamellae se unen en 120° con el objetivo de formar una frontera, las cuales se conocen como Plateau borders (intersección de tres lamellae) y a su vez cuatro Plateau borders se unen formando ángulos de 109,6° para formar un vértice, que es una estructura tetraédrica de Plateau borders [42]. La unión de estos Plateau border forman una red ramificada en donde los nodos son los vértices de la red. Para ilustrar esto de mejor manera en la Figura 9, se muestra una simulación realizada sobre una espuma ideal con un tamaño y forma única de burbuja realizada con el Software de superficies Evolver [43].

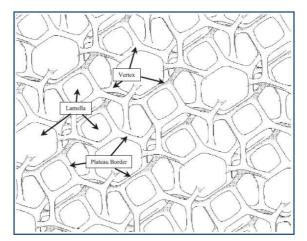


Figura 9 Simulación de una espuma ideal con 1% de líquido en software Evolver [42].

En la espuma, la mayor parte del líquido está contenido en las fronteras de Plateau (Plateau borders) ya que tiene una mayor curvatura en la interface líquido – gas que en el caso de las lamellae. Lo anterior significa que la tensión superficial genera que la presión del líquido en el plateau borders sea menor que en la lamellae, por lo que lleva al líquido afuera de la lamellae. El equilibrio se mantiene entre las fuerzas generadas en la interface líquido – gas de la lamellae con la presión generada por la curvatura de los plateau border [42].

Es fácil notar que como las lamellae son muy delgadas en comparación de los plateau borders, en estos últimos es donde ocurrirá la mayor cantidad del drenaje, lo que significa que para efectos de calcular el drenaje y el movimiento libre de sólidos, se debe considerar a la espuma como una red interconectada con canales de drenaje distribuidos de manera aleatoria. El drenaje también puede ocurrir en las lamellae, pero en una menor proporción y debido al colapso de columnas de espuma como se indica ilustrativamente en la Figura 10 [3].

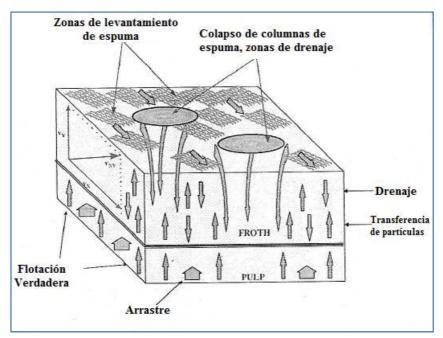


Figura 10 Representación de la zona de espuma en las celdas de flotación y su dinámica [3].

En la zona de espuma es donde se prepara el producto para ser clasificado como concentrado, ya que hasta esta zona llegan las partículas hidrofóbicas y rebosan como producto del proceso, pero también se encuentra involucrado el fenómeno de arrastre, que es cuando una partícula hidrofílica es llevada a la zona de espuma producto del arrastre de agua que llevan las burbujas, por lo que este material debe ser drenado en la espuma y devuelto hacia la zona de colección debido a que no forma parte del producto esperado.

Otros procesos que ocurren en la espuma en diferencia del drenaje es el atrapamiento, que se genera cuando una lamellae reduce su espesor a un tamaño menor al de la partícula arrastrada, por lo que ocurre que la partícula no puede ser drenada hacia la pulpa [3], no obstante, este es un fenómeno que no puede ser manipulado, pero si parcialmente controlado en función del nivel o

profundidad de espuma. Al aumentar la profundidad de espuma se reduce la flotación por arrastre.

Otra técnica que se implementa es introducir en la zona superior de la celda agua de lavado, con la finalidad de que el agua de la espuma provenga desde un medio externo sin partículas y que la recuperación de agua desde la pulpa tienda a un valor mínimo o a cero. Por último se pueden controlar otras variables como el contenido de sólidos de la pulpa, el tiempo de residencia o el tipo de espumante para minimizar el efecto del arrastre de partículas hidrofílicas a la zona de pulpa.

### 2.4. Espumante

Dentro de sus funciones se destaca la generación de una fase de espuma estable, una disminución de la tensión superficial del agua, una mejora en la cinética de interacción burbuja – partícula y una disminución del fenómeno de unión de 2 o más burbujas en una sola, denominado coalescencia [3].

El rendimiento del proceso de flotación está influenciado por el tamaño de las burbujas producido en las celdas de flotación, en donde su tamaño es definido por la velocidad de flujo, el nivel de agitación y la presencia de reactivos entre otros. Por lo anterior, es importante conocer el comportamiento de los espumantes y su caracterización, ya que afectarán a la cinética del proceso al influir sobre el tamaño de las burbujas, y éstas, en la cantidad de área disponible en la interfaz sólido líquido (Flujo areal superficial).

#### 2.4.1. Estructura de los espumantes

Los espumantes son reactivos orgánicos tensoactivos de carácter heteropolar, es decir, presentan una combinación de una parte hidrofóbica (no polar) y una parte hidrofólica (polar). La zona hidrofóbica corresponde a una cadena de hidrocarburos y la hidrofólica es comúnmente un grupo OH para alcoholes y grupos alcoxi  $(O-C_nH_{n+1})$  para poliglicoles. En la Figura 11 se ilustra la estructura de 2 espumantes de uso común en la industria, el metil isobutil carbinol (MIBC) y el éter glicol de propileno (Dow-Froth 246).

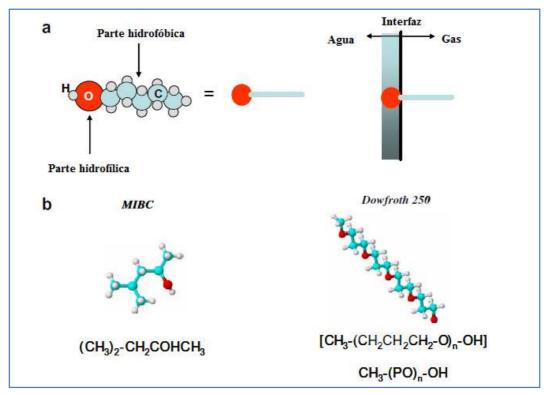


Figura 11 (a) Estructura general de los espumantes mostrando su carácter heteropolar en la izquierda y su orientación en la interfaz agua-gas en la derecha. (b) Ejemplo de 2 espumantes, MIBC en la izquierda y Dowfroth 246 en la derecha [44].

La polaridad mixta, genera que la molécula del espumante sea absorbida por la interfaz líquidogas, orientando el grupo hidrofílico hacia la zona de agua y el hidrofóbico hacia el interior de la burbuja para así cumplir ambas condiciones de estabilidad simultáneamente como muestra la Figura 11 (a) [44]. La inserción en la superficie de las burbujas interrumpe la interacción entre las moléculas de agua y reduce la tensión superficial, en donde para condiciones estándar (concentraciones de operación de 5-10 ppm de espumante) reducen en aproximadamente 7% el valor de la tensión superficial [45].

#### 2.4.2. Clasificación de los espumantes

Los espumantes deben tener ciertas características prácticas para poder ser útiles en el proceso de flotación, a continuación se detallan algunas especificaciones [18].

- 1.- Deben ser capaces de crear una espuma lo suficientemente estable dentro de la celda, pero que no sean tan resistentes al salir de éstas y puedan colapsar para facilitar su bombeo hacia la próxima etapa.
- 2.- Producción de una espuma que permita la separación del mineral valioso y la ganga a través del drenaje de agua en su interior.
- 3.- Presentar una baja sensibilidad a cambios de pH, concentración de colectores y contenidos de sal en la pulpa.
- 4.- Ser económicos, con gran disponibilidad y amigables con el medio ambiente
- 5.- Ser de fácil dispersión, pero no necesariamente de rápida disolución en medios acuosos.

Existen tres grupos principales de reactivos que cumplen las especificaciones anteriores y son empleados en la industria mineral de los espumantes, los cuales son los alcoholes, los poliglicoles (tipo alcoxi) y los éteres poliglicoles (tipo poliglicol). En la Tabla 1 se indican algunas de sus principales propiedades.

Tabla 1 Clasificación de los espumantes.

Espumante	Formula	Solubilidad
Alcoholes alifáticos  Metil ibobutil carbinol (MIBC)  2 etil hexano	R'OH CH3CHCH2CHCH3 CH3 OH CH3CH2CH2CH2CH2CH2OH CH2CH3	Baja Baja
Alcoholes cíclicos  α-Terpineol (C <sub>10</sub> H <sub>17</sub> OH)	$\begin{array}{c} H_2 \\ H_2 \\ H_2 \\ H_3 \\ C \\ OH \end{array} \begin{array}{c} H \\ H_2 \\ C \\ H_3 \\ \end{array}$	Baja
Alcoholes aromáticos  Ácido cresílico (mezcla de cresol y xilenol)	$\begin{array}{cccc} H & OH & OH & OH \\ H & H & H & CH_3 \\ H & H & H & CH_3 \\ O-Cresol & 2,3-Xylenol \end{array}$	Baja
Parafina alcoxi 1,1,3-Tri ethoxy butano	OC₂H₅ CH₃CHCH₂CH OC₂H₅ OC₂H₅	Baja
Poliglicoles Dowfroth 246 Dowfroth 1012 Aerofroth 65 (Dowfroth 400)	CH <sub>3</sub> (PO) <sup>§</sup> <sub>4</sub> OH CH <sub>3</sub> (PO) <sub>6.3</sub> OH CH <sub>3</sub> (PO) <sub>6.5</sub> OH	Total Total Total

### Alcoholes.

En la clase de los alcoholes se tienen 3 grupos característicos, alifáticos lineales, aromáticos y cíclicos. El alifático lineal posee formas lineales y ramificadas y tienen una cadena de 5 a 8 átomos de carbono, los alcoholes cíclicos y aromáticos son mucho menos solubles en agua y tienen una menor sensibilidad a cambios de pH. Los alcoholes en general tienden a generar espumas de poca profundidad, lo cual genera que sea seca, es decir con bajo contenido de agua lo que hace que tenga una menor contaminación por arrastre, pero a su vez tienen una menor estabilidad y persistencia [48].

# **Poliglicoles**

Los poliglicoles se dividen en dos grupos, los propilenos y los polietilenglicoles y sus éteres, los cuales presentan una gran solubilidad en agua, además tienen una estructura particular y su peso molecular tiene una gran influencia en su desempeño. Este tipo de espumante genera una espuma mojada, es decir, arrastran una mayor cantidad de agua a la zona de espuma y consigo aumentan el arrastre. Son relativamente estables y persistentes, lo cual se considera una ventaja cuando se desea recuperar partículas gruesas para el proceso [49] y también tienen una baja sensibilidad a variaciones de pH.

## 2.4.3. Acción de los espumantes en la prevención de coalescencia

La influencia de la adición de espumante a los sistemas de flotación se indica en la Figura 12, en donde se muestran mediciones del tamaño de burbujas representadas por el valor del promedio del diámetro de Sauter (D<sub>32</sub>) para diferentes concentraciones de espumante. Las medidas indican distribuciones bimodales a bajas concentraciones, transformándose con la adición de espumante en distribuciones unimodales cada vez más finas y estrechas [31]. En la misma figura se muestra como el tamaño de las burbujas decrece rápidamente hacia un valor mínimo frente al aumento de la concentración de espumante, en donde se sigue una tendencia de valor relativamente constante del tamaño de las burbujas sobre ese punto de concentración.

La concentración de espumante en donde se minimiza el tamaño de las burbujas se denomina la concentración crítica de coalescencia (CCC) [46], el cual es un concepto muy útil, pero que comúnmente es difícil de establecer. También es utilizado el CCC95, que corresponde al valor de la concentración de espumante para cuando las burbujas han llegado a un 95% de su reducción de tamaño. El trabajo de Nesset et al. 2007 demuestra claramente que la dependencia del tamaño de burbujas en la concentración de espumante es independiente del tipo de espumante [47].

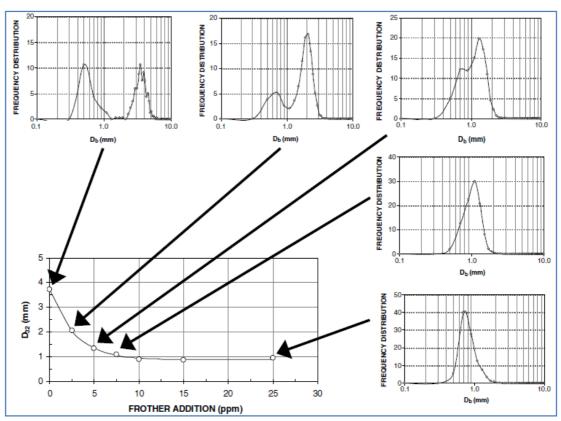


Figura 12 Distribuciones de tamaño de burbujas frente a adiciones de espumante que definen la relación entre el tamaño de burbuja (D32) y la concentración de espumante [44].

## 2.4.4. Caracterización de espumante

Para lograr comprender la zona de espuma y generar modelos más robustos de flotación es necesario conocer a cabalidad los espumantes y poder caracterizarlos en función a su desempeño y trabajo que realizan en el proceso de flotación. Dos enfoques principales se han estudiado en el trabajo de Finch et al. 2008 [50] en donde describen en función de su transporte de agua y propiedades en el adelgazamiento de los film de las burbujas, para especular sobre como los

espumantes afectan en el control del tamaño de burbujas. En la Figura 13, se representa el arrastre de agua por las burbujas.

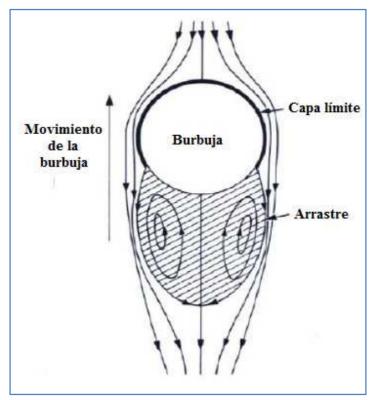


Figura 13 Arrastre de agua hacia la zona de espuma producido por el ascenso de las burbujas en una celda de flotación [50].

Las burbujas transportan partículas y agua, los cuales en conjunto determinan el rendimiento del proceso (recuperación y ley). Los factores que influyen en la recuperación de agua son la dispersión del gas, el tamaño de burbuja, la profundidad de espuma y el tipo de espumante, por lo que para conocer el comportamiento del tipo de espumante en solitario es necesario controlar la profundidad de espuma y la dispersión de gas.

Para un rango de espumantes se tiene una relación lineal entre la velocidad superficial de agua  $J_{\rm wo}$  y el Holdup de gas  $E_{\rm g}$  (Figura 14) y se dividen los espumantes en 4 clases. Se representan en orden de incremento de transporte de agua de la siguiente manera: Pentanol < MIBC < Dowfroth 250 < F150 [50].

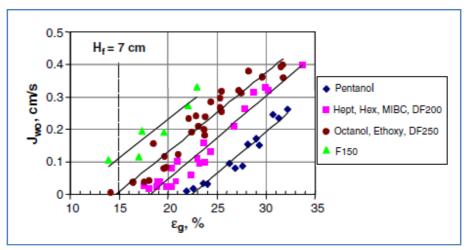


Figura 14 Flujo de arrastre de agua versus el Holdup de gas para 4 tipos de espumantes.

Los espumantes actúan retardando el adelgazando del film entre las burbujas en contacto, previniendo así la coalescencia, utilizando diferentes mecanismos como la elasticidad de Gibbs, el efecto marangoni y la viscosidad superficial.

La elasticidad de Gibbs es la habilidad del film líquido de ajustar su tensión superficial en un momento de esfuerzo, en donde al estirar la película de líquido genera un aumento de la tensión superficial producto de la disminución de la concentración de espumante, este efecto también se produce en presencia de sales. Otro mecanismo como el efecto marangoni corresponde a la oposición de los gradientes de tensión por un flujo de líquido que tiende a restaurar la condición inicial. Por último en los espumantes su grupo OH permite generar enlaces puente de hidrógeno con las moléculas de agua, produciendo un ordenamiento local de agua en torno a la burbuja, lo cual aumenta la viscosidad superficial del film de la burbuja previniendo la unión de burbujas en el sistema, mediante el retardamiento de su drenaje y adelgazamiento [3].

La capa de agua unida a las burbujas se ha estudiado y se correlaciona con la tasa de transporte de agua, lo que sugiere un mecanismo de prevención de coalescencia basado en la interrupción del drenaje de agua del film de dos burbujas adyacentes [51].

Azgomi et al (2007) [11] por otra parte proponen el uso del holdup de gas para la caracterización y clasificación de espumantes. Estudios en celdas columnares indican que frente a aumentos en la dosis de espumante se obtiene un aumento en el Holdup debido a una reducción del tamaño de burbuja y su velocidad de ascenso [28,16]. Por esta razón el Holdup de gas puede utilizarse para

inferir el tamaño de burbujas fácilmente, ya que es simple de determinar y se pueden obtener colecciones de datos en línea con efectividad.

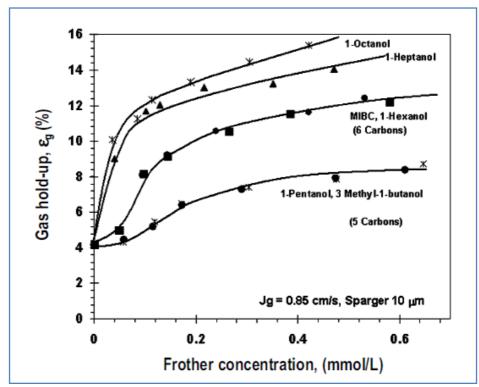


Figura 15 Comparación de espumantes (alcoholes) caracterizado por su Holdup de gas versus la concentración de espumante [11].

La Figura 15, presenta claramente que se tienen aumentos en el Holdup de gas en función de la concentración de espumante y a medida que aumenta la cadena de hidrocarburos de los alcoholes, pero es independiente si la cadena es ramificada o no, sin embargo, Sweet et al [56] sugiere que para el caso de cadenas ramificadas se obtiene una relación diferente entre el tamaño de burbuja y la concentración de espumante. Para los poliglicoles el Holdup de gas aumentó con el número de grupos propoxi.

Otro trabajo de Azgomi et al (2007) [9] utiliza mediciones de Holdup de gas para adiciones de espumante, pero en este caso para examinar lo que ocurre a bajas concentraciones en donde se presenta un pequeño incremento de holdup frente a adiciones de espumante. Lo anterior se asocia a que el tamaño de las burbujas no ha disminuido lo suficiente para tener un efecto en la velocidad de ascenso, es decir, aún es mayor a los 1,5 mm. También se estudia la región de altas concentraciones en donde en lugar de convertirse en constante el Holdup (sobre la CCC) sigue aumentando el Holdup de manera constante, lo cual se asocia a un aumento constante en la

población de pequeñas burbujas (en la fracción de burbujas bajo 1 mm) que probablemente no es detectado por el diámetro de Sauter.

Por último, se observa una diferencia en el tamaño de las burbujas para distintos espumante a concentraciones donde se presenta el mismo valor de Holdup de gas, pero no se tiene información suficiente para describir el origen de este efecto, sin embargo, es claro que hay un efecto en la química del espumante.

### 2.4.5. Medición de concentración de espumantes

Los espumantes se han utilizado en el proceso de flotación hace más de 100 años y a pesar de aquello no se ha considerado la realización de algún método de determinación de la concentración de espumante en la planta, lo cual ha restringido el uso de su análisis para lograr los objetivos metalúrgicos [51]. Algunos métodos para su cuantificación utilizados son la cromatografía de gases [52], determinación del carbono orgánico total (TOC) [5] y el uso de calibraciones entre el tamaño de las burbujas y el Holdup de gas versus la concentración de espumante [53].

Además existe un método de colorimetría que ha sido usado en aguas residuales para el MIBC [54], la cual es una técnica basada en la reacción de komarowsky empleada en el análisis colorimétrico de alcoholes alifáticos [55]. Este método realiza una deshidratación con ácido sulfúrico y luego una reacción con un aldehído formando un compuesto coloreado que determina la concentración de espumante. La técnica ha demostrado que puede ser utilizada para una amplia gama de espumantes y no genera interferencias producto de reactivos orgánicos e inorgánicos presentes típicamente en la flotación de sulfuros [51].

Estudios en planta han llevado a validar la técnica de colorimetría, para la cual luego de la calibración con el agua y espumante de la planta es necesaria la decantación y dilución de todo lo necesario, pero para el caso del MIBC se requiere de un análisis prácticamente inmediato, ya que se evidencia una baja en la concentración probablemente debido a la evaporación, y para el Dowfroth 250 se presentan desplazamientos. Lo anterior ha sido ampliamente descrito en el trabajo de Gelinas et al (2005) [16].

En el trabajo de Finch et al. (2006) [51] se mide mediante colorimetría la distribución de espumante para un banco de 16 celdas (Figura 16) con adiciones en la primera celda del 50%, un

25% en la celda 5, un 15% en la celda 9 y un 10% en la celda 13. Se muestran mediciones para el agua de proceso también (PW y QW) lo que indica un retorno residual de MIBC al circuito. Se demostró homogeneidad de la mezcla en las celdas tomando muestras en 2 sectores de algunas celdas y comparando sus valores.

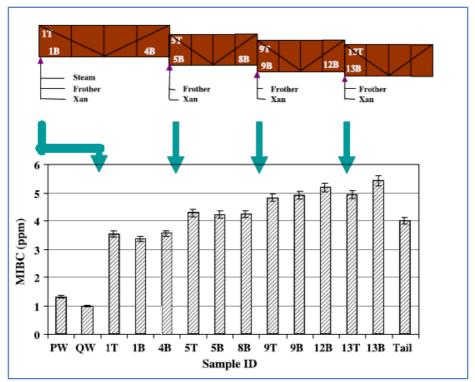


Figura 16 Análisis de espumantes para un banco de 16 celdas y agua de procesos mediante la técnica de colorimetría [51].

Para la distribución del espumante se evidencia que la mayor parte permanece en la pulpa, lo cual también fue evidenciado en el trabajo de Tsatouhas et al. (2005) [52].

### 2.4.6. Persistencia de los espumantes

Las pruebas para caracterizar y analizar espumante continúan evolucionando en los últimos años [57, 58], sin embargo, una característica que normalmente no se incluye es la persistencia, es decir, determinar para cuánto tiempo después de la adición del espumante este sigue siendo efectivo en el proceso. Los alcoholes son considerados menos persistentes que los poliglicoles debido a su gran volatilidad [59].

En el trabajo de Azgomi et al. (2009) [60] se realizan pruebas para espumantes y se analiza su persistencia mediante la medición del Holdup de gas en el tiempo, en donde se pueden captar pérdidas de espumante debido a que se promueve la coalescencia y con ello incrementa el tamaño de la burbuja y la velocidad, reduciendo el Holdup de gas. Los resultados muestran que los poliglicoles poseen una gran persistencia con valores de Holdup de gas prácticamente constantes durante 50 horas, para el caso de alcoholes se tienen dos grupos, pero en ambos muestra una disminución constante de Holdup de gas en la celda. En el primero la disminución es leve, pero en el segundo es fuerte y en este grupo se incluye el MIBC.

La reducción del Holdup de gas está directamente relacionada con la disminución de la concentración de espumante, por lo que se entiende que este se transporta hacia la zona de espuma y luego es liberado a la atmósfera por volatilización.

# 2.4.7. Mezclas de espumante

En la actualidad se ha observado en algunas operaciones que las mezclas de espumante pueden ser más eficaces que su aplicación de forma individual en el proceso, logrando ventajas en el ámbito técnico y económico algunas veces [61]. Sin embargo, se han realizado pocas investigaciones que las caractericen.

Algunos espumantes son mejores para la recuperación de partículas finas (alcoholes), mientras que otros son más eficaces en la flotación de partículas gruesas [62]. Por lo anterior se piensa que el óptimo para la operación en términos de recuperación y selectividad se encuentra en la mezcla de ambas clases de espumante, y así poder lograr un control sobre la dispersión de gas y la estabilización de la espuma [63].

Se ha investigado que la mezcla de poliglicoles de bajo y alto peso molecular logran generar mejores propiedades en la formación de espuma en comparación con espumantes individuales, y se especula que es debido a la formación de una película de empaquetamiento cohesivo en la interface líquido – gas [61].

Generalmente se han realizado estudios de mezclas de alcoholes con poliglicoles. Como el estudio de mezclas de espumantes considerando su tasa de salida de agua, en donde se evidenció que para bajas concentraciones de mezclas de F150 y 1-pentanol se tiene un gran incremento en

la tasa de rebose de agua, pero es un efecto que no ocurre a altas concentraciones, en donde la suma de los espumantes de manera individual presentan una mayor tasa de rebose de agua que la mezcla [64, 65].

Otro de los estudios que se ha realizado para mezclas de espumantes analizó la concentración crítica de coalescencia (CCC). Mezclas estudiadas por laskowski et al (2003) [66] presentan una relación constante entre el alcohol MIBC y algunos poliglicoles para un amplio rango de concentraciones. Sus ensayos concluyeron que la CCC de la mezcla se encuentra en un valor intermedio entre los valores de los espumantes analizados individualmente.

Ya en trabajos más recientes se ha encontrado que para cuando se mezcla un espumante débil con una pequeña cantidad de un espumante fuerte a bajas concentraciones, se tiene una gran disminución del diámetro promedio de Sauter de las burbujas, pero para concentraciones sobre la CCC se tiene un aumento del tamaño medio de burbujas. Cuando se aumentó la adición de espumante fuerte en la mezcla, el tamaño de la burbuja volvió a ser el que tenía en la presencia de espumantes individuales [64]. Por lo anterior se concluye que el tamaño mínimo de las burbujas puede aumentar en la presencia de mezcla de espumantes.

### 2.5. Coalescencia

La coalescencia de las burbujas es cuando ocurre la unión de 2 burbujas para formar otra de mayor tamaño, lo cual ocurre con el drenaje de la película de líquido que las separa, cuando hacen contacto físico, hasta un espesor crítico. Para que ocurra la coalescencia es necesario que el contacto entre las burbujas sea superior al tiempo de coalescencia descrito por Ahmed [64] o superior al tiempo de inducción [67], que es cuando se alcanza el drenaje necesario para la fusión de burbujas. Cuando no se supera este tiempo de contacto necesario, las burbujas solo rebotan y no cambian su tamaño.

En la flotación de minerales existe naturalmente un impulso termodinámico que favorece la coalescencia buscando reducir el área superficial y reducir la energía libre superficial en el sistema, por lo cual la adición de los espumantes proporciona una energía química que se opone a este efecto o tendencia [64].

Para los medios acuosos puros, independiente de su naturaleza, al introducir gas en su interior es inevitable la formación de coalescencia entre burbujas, pero estos no son capaces de formar

espumas ni burbujas de pequeño tamaño [69], lo que si puede ser logrado con la presencia de espumantes y en algunos casos en la presencia de altas concentraciones de sal [70].

En la Figura 17, se puede apreciar el efecto que genera el espumante en la prevención de coalescencia en donde se observa que para la ausencia de espumante las burbujas se fusionan; entre la imagen 4 y 5 (Figura 17(a)). Luego en adición de espumante las burbujas colisionan, pero no se unen a pesar de tener un contacto mayor (Figura 17(b)).

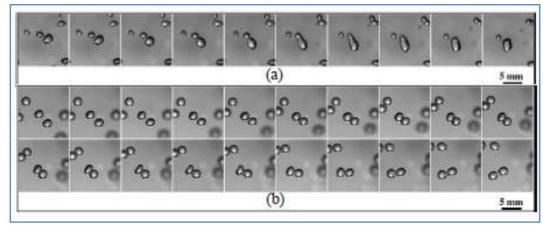


Figura 17 (a) Secuencia de imágenes (cada 1 ms) que muestran la colision de burbujas y coalescencia sin presencia de espumante. (b) Secuencia de imagenes (cada 2 ms) que muestran la colision de burbuja sin coalescencia en presencia de espumante.

Se ha introducido el concepto de la eficiencia de coalescencia ( $\eta_c$ ) que corresponde a la probabilidad de coalescencia como resultado de una colisión, es decir, el número de eventos de coalescencia en relación a la cantidad de colisiones de burbujas en el sistema [68].

$$\eta_c = \frac{Eventos\ de\ coalescencia}{Número\ de\ colisiones}$$
 (Ec. 10)

La coalescencia como formación de burbujas, ocurre principalmente debido a la variabilidad de tamaños, ya que son las pequeñas burbujas las que son capturadas por otras mayores debido a la diferencia de presión interna [71]. Al ocurrir estos eventos de coalescencia se reduce el área superficial disponible para el transporte de partículas hidrofóbicas a la zona de espuma, por lo que tiene un impacto negativo en la cinética y recuperación del proceso. No obstante a lo planteado anteriormente, al formarse burbujas de mayor tamaño la relación superficie volumen se reduce, por lo cual se reduce el transporte de agua a la zona de espuma y consigo disminuye el arrastre de partículas hidrofílicas [28]. A modo de resumen, la coalescencia incide negativamente

en la recuperación de partículas valiosas, pero aumenta la selectividad del proceso en ciertos rangos.

La prevención de coalescencia puede ser lograda debido a la adición de espumantes (descritos en el apartado 2.4), por lo que la cuantificación de la concentración de espumante, tomando en cuenta su efecto sobre la prevención, puede ser lograda si se introduce el concepto de concentración crítica de coalescencia (CCC).

La concentración crítica de coalescencia, es la concentración de espumante a la cual se produce un tamaño mínimo para las burbujas formadas en un sistema de flotación; el trabajo de Cho y Laskoski, 2002 [8] (y también Grau y Laskowski 2002 [72]) indica la relación entre la coalescencia y el tamaño de burbuja. Se observa que para concentraciones de espumante menores que la CCC el tamaño de la burbuja es mayor, lo cual indica coalescencia como un mecanismo principal de producción de tamaño de burbujas, y para concentraciones de espumante sobre la CCC se puede prevenir la coalescencia. Claramente se busca mediante un cierto valor de concentración de espumante evitar la coalescencia y así tener burbujas de tamaño mínimo (CCC), lo cual mejora la recuperación del proceso de flotación.

Tomando en cuenta lo anterior, el efecto de la concentración de los espumantes en el tamaño de burbujas y en la prevención de coalescencia, la relación puede ser estudiada como método de cuantificación para medidas bajo la CCC, pero en la actualidad no se conoce ningún estudio sobre este fenómeno.

Se tienen estudios previos de coalescencia (Drogaris y Weiland, 1983 [73]; Kim y Lee, 1988 [74]), sin embargo, en estos casos se detectaron eventos de coalescencia en pares de burbujas formados por 2 capilares adyacentes en presencia de sólidos. En esos estudios se determina el tiempo de coalescencia mediante detección óptica, lo que produce que muestren coalescencias en plazos más largos que los realistas en la producción de burbuja (más parecido a la interacción de la burbuja - burbuja en la fase de espuma).

El efecto de la acción de otros factores sobre la prevención de coalescencia ha sido estudiado en la primera parte de este proyecto [15], en donde se calcula la curva de prevención de coalescencia para mezclas de espumante y para la presencia de sales y de sólidos por separado junto al espumante. Sus resultados indican que la presencia de sales afecta la coalescencia de burbujas favoreciendo su prevención (Figura 18). En estudios previos como el de Quinn et al. (2007) [75] y Keitel & Onken (1982) [76] han identificado la presencia de sales como un efecto en la

disminución de tamaño de las burbujas, con lo cual su presencia debiese modificar la curva de prevención de coalescencia como ha sido comprobado. Importante mencionar que el estudio de Quinn et al 2007 [75] se realiza sobre la base de comparar las sales versus el MIBC y no se analiza su efecto en conjunto.

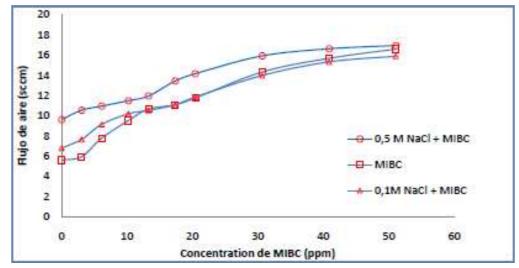


Figura 18 Gráfico de prevención de coalescencia, en presencia de espumante (MIBC) y sales (NaCl). Se índica el flujo al cual ocurre coalescencia de burbujas en su formación de un capilar de diametro interno de 254 micrones.

Con respecto a la presencia de sólidos, en un estudio realizado por Van der Zon et al, (2002) [77] se muestra como la presencia de partículas sólidas hidrofóbicas afecta al tamaño de burbujas, influyendo sobre la coalescencia de estas producto de la unión solido gas.

### 2.6. Detección de coalescencia (Técnica acústica)

Las burbujas presentan una frecuencia natural en su oscilación, la cual ha sido estudiada y confirmada experimentalmente durante el último siglo [78]. Su frecuencia ha sido caracterizada por la ecuación de Minnaert para burbujas de pequeño tamaño [79].

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} * \sqrt{\frac{3\gamma P_0}{\rho} * \frac{1}{R_0}}$$
 (Ec. 11)

 $\Upsilon$  = Relación de calores específicos al interior de la burbuja de gas, índice politrópico

 $R_0$  = Radio de equilibrio de las burbujas

 $\rho$  = Densidad del líquido

P<sub>0</sub> = Presión absoluta del líquido

A pesar de que se puede describir la frecuencia de oscilación de las burbujas, es difícil determinar la amplitud de la emisión de sonidos de las burbujas. Su dificultad es debido a la complejidad de interpretar las señales de diversas fuentes [80].

Tres mecanismos generales de como la energía producida en la formación de la burbuja puede ser impartida son propuestos por Longuet-Higgins [79].

- 1.- Debido a la diferencia instantánea de la presión de Laplace en la formación de la burbuja.
- 2.- La irrupción radial de líquido cuando ocurre la formación.
- 3.- Una excitación de las formas volumétricas de las burbujas por la interacción no lineal de tamaños.

Para el análisis de la coalescencia en el momento de formación de las burbujas se requieren medidas de un rango de tiempo de milisegundo y se puede utilizar un modelo de stress para cuantificar e interpretar los eventos.

Cuando ocurre un evento de coalescencia es el adelgazamiento de la película de líquido la que gobierna el proceso, pero en presencia de espumantes se generan fuerzas que se oponen a este adelgazamiento, por lo cual esta fuerza o stress puede ser definida como la resistencia a la deformación del film de líquido entre dos burbujas adyacentes.

Para estudiar las burbujas en su formación se pueden tomar imágenes de alta velocidad, pero esto genera un gran reporte de datos en lo que a memoria respecta, por lo que complica la técnica. Pero considerando que las burbujas en su formación emiten sonido, esto permite una alternativa en su captación, mediante la retención de las ondas sonoras. Es conocido que las dispersiones de gas en líquidos emiten ondas sonoras, las cuales pueden ser monitoreadas [81].

Las burbujas en la formación presentan una oscilación de su superficie y perturba el medio circundante (líquido), lo cual mueve una onda de sonido en todas las direcciones [82]. La formación de estas burbujas se considera como una pulsación (Figura 19) y su sonido ha sido estudiado con anterioridad por Minnaert (1933) [79].

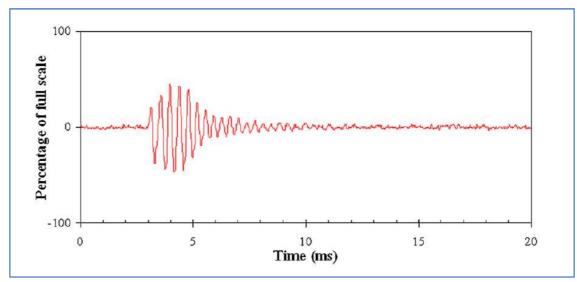


Figura 19 Pulso captado en la generación de un burbuja [14].

Kracht & Finch (2009) [14], estudiaron la fuerza de excitación que produce el movimiento de oscilación de burbujas al ser generadas por un capilar, y notaron que luego de su formación, es decir, en su movimiento de ascenso ya no generan una onda sonora detectable. Existe, sin embargo, un sonido al momento de romperse (Break up) y al momento de unirse (coalescencia).

Cuando recién se han formado las burbujas se comportan como un oscilador armónico, por lo que su identificación en una representación visual es fácil de realizar. Lo importante es que las burbujas cuando coalescen o se presenta ruptura de ellas también emiten un pulso sinusoidal, y es fácil de captar [83] (Figura 20).

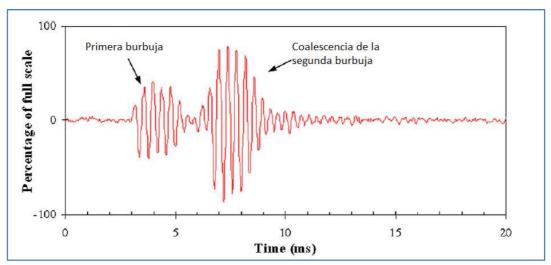


Figura 20 Detección de la coalescencia de dos burbujas en su formación desde un capilar [14].

Durante su estudio desarrollaron una nueva técnica que estudia la coalescencia de burbujas mediante la captación de los sonidos por un hidrófono. La señal se reconoce con facilidad por softwares de captación auditiva (por ejemplo Audacity) y permite discriminar eventos a una escala de 1 a 2 milisegundos. Kracht & Finch captaron el flujo de gas al cual se produce la coalescencia y se grafica en función de la concentración de espumante.

Como resultados obtuvieron que el flujo al cual se produce la coalescencia aumenta con la concentración de espumante y también tiene una relación directa con el largo de la cadena de carbono de los espumantes (alcoholes).

Al graficar los resultados se define una zona de coalescencia y una de no coalescencia, lo que genera una **curva característica de prevención de coalescencia**, que indica el flujo al cual se produce la coalescencia de burbujas consecutivas y la concentración del espumante (Figura 21). Para el caso de las sales, esta división entre las regiones no es tan clara y presenta zonas de coalescencia esporádica (Figura 22).

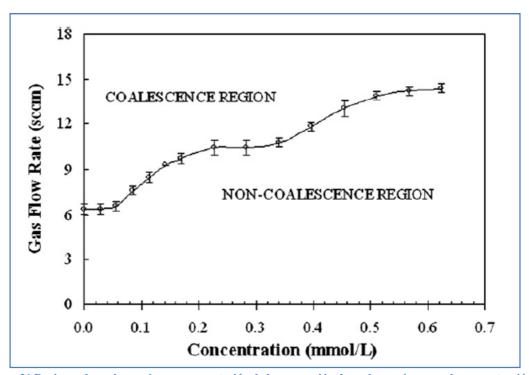


Figura 21 Regiones de coalescencia en representación de la prevención de coalescencia versus la concentración de espumante.

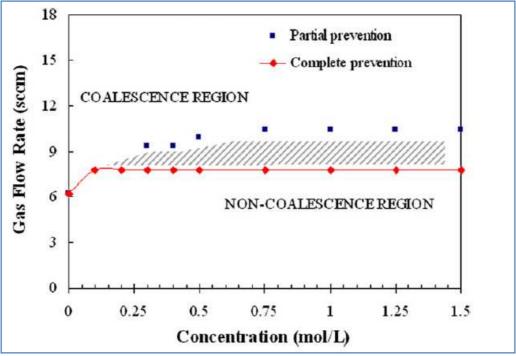


Figura 22 regiones de coalescencia para el caso de las sales en donde se tiene ua zona de coalescencia esporádica [14].

Esta técnica también ha sido utilizada en la parte inicial de este proyecto fondecyt 1110173, con el fin de caracterizar espumantes y sales [15]. Se construyeron curvas de prevención de coalescencia para diferentes alcoholes variando su cadena de hidrocarburos y también se caracterizaron poliglicoles, mezclas de espumantes y espumantes en presencia de sales (Figura 23, 24).

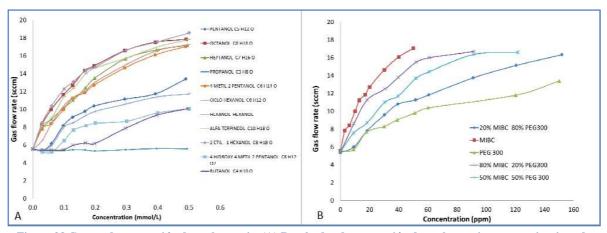


Figura 23 Curvas de prevención de coalescencia. (A) Resultados de prevención de coalescencia para varios tipos de alcoholes. (B) Resultados de prevención de coalescencia para mezclas de alcohols y poliglicoles

Se observa que para el caso de los alcoholes mientras mayor sea su peso molecular (a mayor cadena de hidrocarburos) se obtiene una mayor prevención de coalescencia, la cual es la región por debajo de la curva. En el caso de la mezcla de espumantes no se observa un efecto sinérgico, sino más bien una respuesta que representa el promedio ponderado de las mezclas.

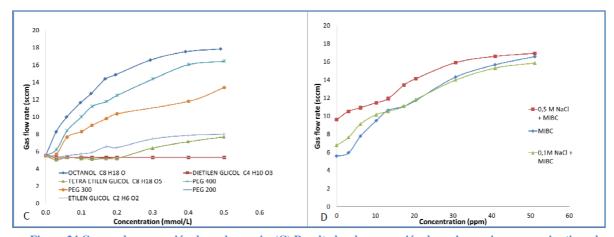


Figura 24 Curvas de prevención de coalescencia. (C) Resultados de prevención de coalescencia para varios tipos de poliglicoles. (D) Resultados de prevención de coalescencia para mezclas de MIBC y sales

Para los resultados de los poliglicoles ocurre un efecto similar al de los alcoholes, donde a mayor peso molecular se obtiene una mayor prevención de coalescencia y también se presenta un efecto en la estructura molecular del espumante. Para el caso de mezclas de espumante y sales se observa que la presencia de sales desplaza verticalmente las curvas mejorando la prevención de coalescencia.

Por último también se obtuvieron resultados en presencia de sólidos, los cuales afectan la capacidad de los espumante, y reducen su capacidad de prevención de coalescencia, pero es evidente solo a grandes concentraciones [14].

# 2.7. Análisis de carbono orgánico total (TOC)

Este análisis claramente tiene el objetivo de medir el contenido de carbono orgánico total (TOC, por sus siglas en inglés) de muestras de agua con adiciones de componentes orgánicos.

Ha sido una técnica utilizada para poder cuantificar el contenido de reactivos en muestras de agua de proceso, como se presenta en estudios de Hatler et al. (2004) [5], quienes investigaron la distribución de los reactivos analizando la concentración de colectores por espectrometría UV y luego mediante análisis de carbono orgánico total (TOC) determinaron la concentración de espumante.

Se han utilizado una serie de técnicas en donde se incluye el análisis TOC, para determinar la concentración de mezclas de espumantes, cómo la cromatografía de presión de líquido (HPLC) y la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (HNMR), asociado a análisis TOC para determinar la partición de mezclas alcohol/poliglicol.

Para la determinación de carbono orgánico total se mide la materia orgánica disuelta, como no disuelta, presente en el agua, sin importar la naturaleza de la sustancia orgánica. Se tienen 2 tipos de carbono, el orgánico que forma preferentemente cadenas con hidrógeno, oxígeno y halógenos (COT) y el inorgánico que es la base estructural de compuestos como los carbonatos de gases y iones bicarbonatados (CI). Ambos en conjunto determinan el carbono total (CT).

$$COT = CT - CI (Ec. 12)$$

La medición del carbono total se realiza inyectando el agua en una cámara de reacción a 680° C rellena con un catalizador oxidante, luego el agua se vaporiza y el carbono se oxida formando CO<sub>2</sub>. A continuación el CO<sub>2</sub> se transporta en corriente de oxígeno ultra puro y se mide en un detector infrarrojo no disperso (NDIR). Luego la determinación del carbono inorgánico se realiza midiendo el carbono derivado de carbonatos, bicarbonatos y CO<sub>2</sub> disueltos, para lo cual la muestra se inyecta en otra cámara de reacción con ácido fosfórico, ya que bajo condiciones ácidas todo el CI se convierte en CO<sub>2</sub>, que se mide con el detector infrarrojo (NDIR).

El método anterior descrito es basado en la Norma Española UNE-UN 1484 Directrices para la determinación del carbono orgánico total (COT) y del carbono orgánico disuelto (COD), que equivale al método 9060 de la agencia de protección ambiental de Estados Unidos (US EPA).

# 2.8. Análisis de distribución de espumante

Durante el proceso de flotación los reactivos son añadidos en diferentes puntos, algunos comienzan a incorporarse en la etapa previa de molienda y otros al inicio de los bancos de flotación o en algún sector de los arreglos al interior de los bancos. Pero al interior de las celdas estos se distribuyen según la dinámica del proceso, muchos de ellos abandonan el proceso en conjunto con los concentrados (en las espumas) o siguen al flujo en las colas hacia la próxima etapa.

Es importante entender que ocurre con los espumantes al interior de los equipos, para lo cual se tienen varias investigaciones, como el caso de Hatler et al. (2004) [5] quienes investigaron la distribución de los reactivos, midiendo la concentración de las colas, a escala de laboratorio en proceso batch. Los ensayos fueron realizados analizando la concentración de colectores por espectrometría UV y luego mediante análisis de carbono orgánico total (TOC) se determinó la cantidad de espumante.

Las mediciones se realizan en la solución residual de las celdas en operación batch, por lo que corresponde a las colas, luego de ser filtradas y por balance de masa, se puede determinar la distribución de los reactivos. Los resultados de análisis TOC tuvieron que ser calibrados con soluciones de concentración de agua y espumante conocidas para obtener la concentración de espumante.

También se ha estudiado la distribución de reactivos, cuando se tienen mezclas de espumantes en la operación, en una reciente publicación de Wei Zhang et al. (2013) utilizaron la cromatografía de presión de líquido (HPLC) y la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (HNMR) asociado a análisis TOC para determinar la partición de mezclas alcohol/poliglicol. El estudio se realizó en una columna de escala de laboratorio con dimensiones de 350 cm de longitud x 10 cm de diámetro interno (Volumen de 28 Lts.) y resulto ser una técnica flexible y precisa para analizar mezclas de espumantes y poder identificar su acción en los sistemas de flotación.

La distribución de espumante a lo largo de un banco de flotación ya fue presentada en el capitulo 2.4.5 e indica cómo se realizan las adiciones para contrarrestar su consumo.

## 2.9. Agua en flotación

El agua que se utiliza en la etapa de flotación en uno de los principales factores en el desempeño del proceso, ya que generalmente su contenido varía en las diferentes plantas. Su composición depende de la fuente de obtención, la adición de reactivos en el proceso (por la reutilización) y los tratamientos previos que puede tener (como en algunos casos conocidos de desalinización).

El contenido de material principalmente inorgánico como sales puede tener un efecto importante en el proceso, ya que se ha caracterizado su influencia en el proceso de flotación al favorecer la obtención de la fase de espuma y generación de burbujas de pequeño tamaño.

Las sales pueden generar un efecto similar a los espumantes en sus dos principales propiedades (creación de fase de espuma y generación de burbujas de pequeño tamaño), sin embargo, no son capaces de crear las otras condiciones, como disminuir la tensión superficial o favorecer la cinética partícula-burbuja. En estudios previos como el de Quinn el al. 2007 [75] y el de Keitel & Onken 1982 [76] han identificado la presencia de sales como un efecto en la disminución del tamaño de las burbujas, con lo cual su presencia debiese modificar la curva de prevención de coalescencia. Importante mencionar que el estudio de Quinn et al 2007 [75] se realiza sobre la base de comparar las sales versus el MIBC y no se analiza su efecto en conjunto, ya que se indica que el concentrador de Raglan (Xstrata Nickel) no emplea espumantes para la formación de la fase de espuma, sino que tiene la presencia de sales que generan una fase de colección y otra espumosa natural sin la necesidad de añadir reactivos (Figura 25).

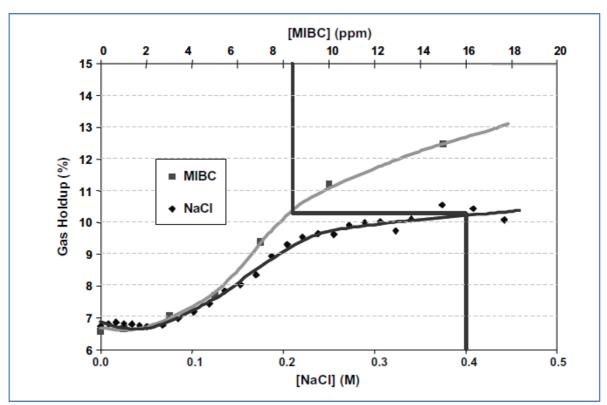


Figura 25 Equivalencia de la concentración de espumante y de sal NaCl [76].

Debido a lo anterior es importante considerar las diferencias entre aguas y su efecto en la prevención de coalescencia cuando hay presencia de sales como el NaCl, ya que ayudará al proceso y probablemente la adición de espumante debe ser menor. De todas maneras, ese tópico debe ser desarrollado en pruebas de laboratorio, pero es importante destacarlo producto de posibles cambios futuros en la alimentación del agua que puedan tener en una planta de flotación.

En la Figura 26, se puede apreciar cambios en la apariencia de espumas y en el tamaño de burbujas en la zona de colección, a diferente concentración de sal, en donde se evidencia su efecto.

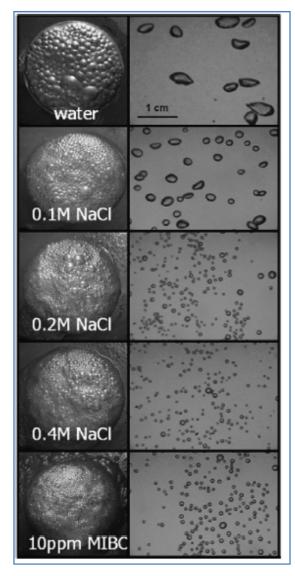


Figura 26 Vistas superiores de la fase de espuma y su distribución de burbujas en la zona de colección para agua y adiciones de sales (NaCl) [76].

# 3. SENSOR DE PREVENCIÓN DE COALESCENCIA (PC)

Para el desarrollo del trabajo experimental es necesario definir un sensor que permita utilizar la técnica acústica que captura el sonido de la generación de burbujas, presentada en el capítulo 2.6, y así generar las curvas de prevención de coalescencia que serán el indicador para el método de medición de la concentración de espumante.

Se utiliza un sensor que es capaz de captar los eventos de formación de burbujas, generadas desde un capilar y a la vez capta los eventos de coalescencia de las burbujas en su génesis. El sensor consta con diversos componentes para la correcta detección de los eventos y es una adaptación del utilizado por Kracht & Finch 2009 [14] para estudiar la coalescencia (ver Figura 27).

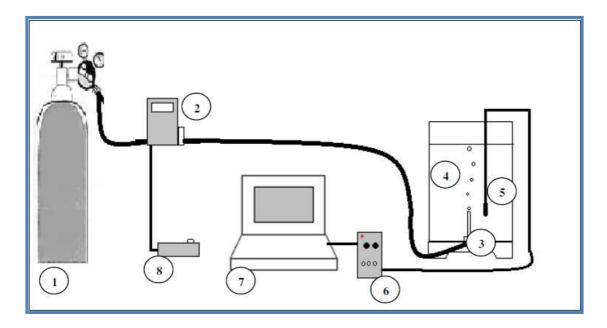


Figura 27 Imagen completa del setup experimental.

El setup presentado en la Figura 33, muestra 8 componentes principales en donde destacan:

- 1. Balón dispensador de gas para el proceso
- 2. Sensor de medición de flujo de gas (Sensor PC)
- 3. Capilar generador de burbujas
- 4. Estanque representativo de la celda, de 5 litros de capacidad

- 5. Hidrófono que transmite señales auditivas de generación de burbujas y coalescencia
- 6. Amplificador de sonidos para su captación por el computador
- 7. Computador procesados de datos para la representación gráfica de señales
- 8. Potenciómetro que manipula la variable de flujo de gas proporcionado al sistema

El sistema comienza con el impulso de gas (aire en este caso) desde el balón hacia el flujometro (Omega Modelo FMA 5508, serie FMA 5400/5500, rango de medida 1-100 sccm), el cual regula el flujo de gas que sale por un capilar de vidrio (con un diámetro interno de 254 micrones y externo de 54 mm.) generando así las burbujas. A continuación el sonido emitido por las burbujas en su formación y/o coalescencia es captado por un hidrófono Tipo 8103 (Brüel & Kjaer), que envía la señal hacia un amplificador de carga tipo 2635 (Brüel & Kjaer) que se conecta al computador y mediante el software Audacity representa las señales.

Los equipos utilizados son los mismos que se usaron en la primera parte de este proyecto en donde se construyeron curvas de prevención de coalescencia para diferentes condiciones [15]. La determinación del diámetro interno del capilar considera que se logre la formación de burbujas consecutivas con una diferencia de tiempo que permita detectar la coalescencia para flujos entre los 5-20 [sccm].

Con el Set up anterior se pretende medir los flujos de gas para los cuales ocurre coalescencia en la generación entre burbujas consecutivas para diferentes concentraciones de espumantes adicionada a un agua de procesos obtenida desde una planta de flotación. Las mediciones se realizan en triplicados y mediante un análisis estadístico se encuentra el punto al cual ocurre el evento, luego se modifica la concentración y se vuelve a realizar la medida para poder generar la curva de prevención de coalescencia completa.

En la Figura 28 se presenta un caso de medición en donde aun no han ocurrido eventos de coalescencia de burbujas subsiguientes, con su señal gráfica correspondiente a la generación de una burbuja medida por señales cada un milisegundo.

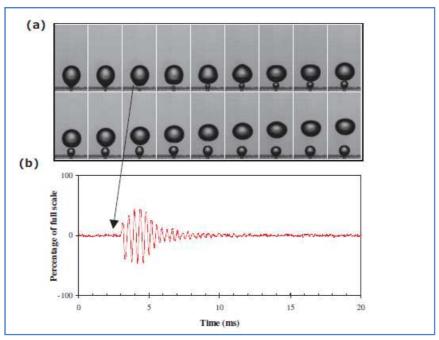


Figura 28 Imágenes de generación de burbujas sin coalescencia y su señal grafica en el computador [14].

En la Figura 29, se puede observar un evento de coalescencia con su señal medida por el computador, en donde se ven dos señales de generación contiguas que generan ruido en el sistema.

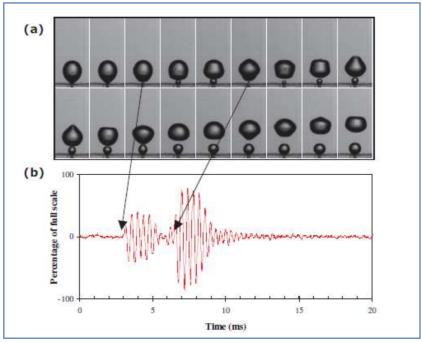


Figura 29 Generación de burbujas con eventos de coalescencia y su señal grafica en el computador [14].

Las captaciones se realizan con el software Audacity 1.3 Beta y gracias a su amigable interfaz (Figura 30) es muy fácil de detectar los eventos de formación y coalescencia, incluso es posible notar cuando ocurre coalescencia esporádica o intermedia (coalescencia para solo algunas burbujas).

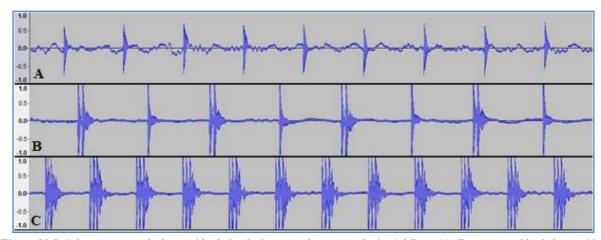


Figura 30 Señales sonoras en la formación de burbujas captadas con Audacity 1.3 Beta, (A) Representación de los sonidos en la generación de burbujas. (B) Representación de coalescencia esporádica. (C) Representación de eventos de coalescencia completa.

Con la experiencia adquirida de los estudios realizados con anterioridad en donde se obtienen las curvas de prevención de coalescencia, se pretende utilizar el sensor PC para medir la concentración de espumante en el laboratorio, para que al encontrar el flujo al cual se comienza a generar coalescencia se pueda identificar la concentración presente del espumante utilizando la curva de manera inversa, es decir, se analiza a que flujo se produce coalescencia y se intersecta el valor del flujo con la curva de prevención y se determina la concentración de espumante desde el eje de las abscisas.

El sensor será calibrado y probado con agua de proceso de una planta particular, la cual se obtendrá principalmente desde recirculaciones, de donde vienen con presencia de restos orgánicos, sólidos, sales y espumantes generalmente, por lo cual debe ser filtrada.

La composición del agua de proceso debiese afectar al funcionamiento del sensor y es por esto que con la misma agua se genera la curva de calibración para determinar la concentración de espumante. El agua de proceso se filtra previamente para eliminar los sólidos y determinar la curva de calibración; luego se genera la calibración de la curva necesaria utilizando el espumante que se usa en la planta elegida y se obtendrá la curva de prevención de coalescencia midiendo los flujos para diferentes concentraciones de espumante.

El sensor PC se utiliza solo para determinar la concentración de espumante y no para determinar el comportamiento de las burbujas ni la coalescencia a nivel de planta. En la Figura 31, se presenta una caracterización de curvas obtenidas para diferentes tipos y composiciones de espumantes, generadas con agua destilada.

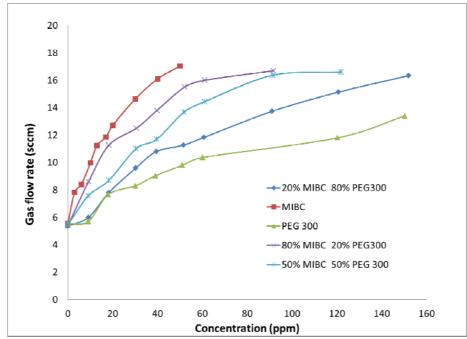


Figura 31 Curvas de prevención de coalescencia [14].

# 4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El trabajo experimental consta principalmente de generar muestras de diferentes aguas con concentraciones de espumantes desconocidas, para luego realizar las lecturas de las muestras con el sensor de prevención de coalescencia (descrito en el capítulo 3) y determinar la concentración de espumante. Además se pretende ver el efecto de colectores, aguas y su contenido en la prevención de coalescencia.

En primera instancia se establece la relación entre el flujo al cual ocurre la coalescencia y la concentración de espumante presente, generando curvas de calibración que miden el flujo al cual ocurre la coalescencia de burbujas consecutivas para concentraciones conocidas de espumante, las cuales son características de un tipo de agua y espumante (Curvas de prevención de coalescencia).

Durante el trabajo se realizan pruebas en el laboratorio de procesamiento de minerales de la Universidad de Chile, las cuales consideran la utilización de una columna de flotación (a escala de laboratorio) para la generación de muestras de agua con una concentración de espumante desconocida. Luego se mide la muestra con el sensor de prevención de coalescencia y desde este se toma una sub-muestra que es enviada a un laboratorio externo para análisis de carbono orgánico total (TOC).

## 4.1. Agentes usados en las pruebas

Para las pruebas de laboratorio se utilizaron distintos tipos de aguas (destilada, potable e industrial) con la dosificación de espumantes, no se incluye la presencia de sólidos en ninguna de las pruebas. Las pruebas de curvas de calibración no incluyen colectores, sin embargo, también se realizan experiencias con colectores para determinar su influencia en la prevención de coalescencia.

## 4.1.1. Espumantes

Para las pruebas se utilizaron 3 espumantes de diferente naturaleza, con la finalidad de generar mediciones que representaran a distintas familias de espumantes y se definiera la validación de la técnica para cualquier tipo de espumante, siempre y cuando este haya sido calibrado con anterioridad, esto ya que como se presentó en el capítulo 2.4.3 todos los espumantes presentan un efecto en la prevención de coalescencia bajo la CCC.

El primer espumante analizado corresponde al MIBC, un espumante muy común, que es utilizado en muchas plantas de procesamiento de minerales y pertenece a la familia de los alcoholes (es abastecido por Sigma Aldrich), el segundo corresponde a una mezcla de poliglicoles denominado Oreprep F549 que es abastecido por la empresa Cytec y por último se usa un espumante obtenido en la planta de procesamiento "Las Tórtolas", que corresponde a una mezcla de alcohol (MIBC) y poliglicol (DF250) en relación 5:1 aproximadamente, que denominaremos BLEND.

En la tabla 2 se presentan algunas de sus características principales, considerando que 2 de ellos corresponde a mezclas, por lo cual no se puede establecer una caracterización clara de su estructura.

Tabla 2 Descripción de espumantes utilizados.

Espumante	Descripción	Tonalidad	Procedencia
MIBC	Alcohol muy utilizado en plantas de	Translucido	Sigma Aldrich
	flotacion, se conoce como metil		
	isobutil carbinol y posee un 98% de		
	pureza		
BLEND	Mezcla de alcohol MIBC y poliglicol	Translucido	Planta las
	DF250 en relación 5:1	amarillento	Tórtolas
Oreprep	Mezcla de poliglicoles, su	Café	Cytec
F549	composición exacta es desconocida		

## 4.1.2. Aguas

Para las pruebas experimentales tanto de flotación en columna, (capítulo 4.5) como de generación de curvas de prevención de coalescencia (capítulo 4.4) se utilizan 3 tipos de aguas.

En primer lugar, se realizan pruebas con agua potable obtenida de la red de abastecimiento público del laboratorio de procesamiento de minerales del Departamento de Ingeniería de minas de la Universidad de Chile, ubicado en Tuper 2069, la cual es la más utilizada debido a su fácil obtención.

Esta agua se utiliza para las pruebas en columna, en donde se generan las muestras de concentración desconocida que permiten validar la técnica, además se usa para generar las curvas de prevención de coalescencia para los 3 espumantes y así poder realizar las lecturas para las muestras.

También se utiliza agua destilada obtenida desde el laboratorio de Biohidrometalurgia de la Universidad de Chile, para la generación de curvas de prevención de coalescencia que permitan caracterizar el espumante BLEND y el MIBC en su rendimiento frente a la prevención de coalescencia.

Por último, se realizan pruebas con agua de procesos, obtenida desde la recirculación de los espesadores de relaves de la planta "Las Tórtolas", con el fin de caracterizar los espumantes (MIBC y BLEND) y su respuesta frente a un agua que presenta otros organismos en su composición.

### 4.1.3. Colector

Las curvas de calibración y la lectura de muestras de concentración desconocida se realizan principalmente para pruebas con la sola presencia de espumantes, pero para validar la técnica es necesario determinar si la presencia de otros reactivos como el caso de los colectores afecta a la prevención de coalescencia, por lo cual se realizan experiencias que caracterizan tal influencia.

Para las pruebas se utilizará el colector Xantato, el cuál es un producto sólido usado en la flotación de minerales sulfurados y metálicos. Sus componentes básicos son el Bisulfuro de Carbono, la Soda y un determinado Alcohol, el cual le otorga las propiedades colectoras en el circuito de Flotación para los minerales metálicos. Poseen una fuerte tendencia a flotar sulfuros de Hierro, salvo a que se usen depresores y no son empleados en circuitos muy ácidos porque tienden a descomponerse.

## 4.2. Curvas característica de prevención de coalescencia

Las curvas de prevención de coalescencia corresponden a las medidas de flujo de gas a través de un capilar que genera burbujas mono tamaño, en la cual ocurre la coalescencia para una concentración dada de espumante. La medición de varias concentraciones de espumantes genera una curva que divide a un gráfico en 2 zonas, una sobre la curva que es donde ocurre la coalescencia y otra en la zona bajo la curva que es donde se previene la coalescencia de burbujas consecutivas.

Estas curvas se construyen con el sensor PC (capítulo 3), el cual es llenado con 5 litros de agua y agitado para asegurar la homogeneidad del sistema. A continuación se alimenta el flujo de aire inyectado a la celda (el cual desde antes del llenado de agua ha sido predefinido en el valor de 3,8 sccm para evitar que el agua entre en el capilar), y se aumenta su valor hasta detectar los eventos de coalescencia con el software Audacity 1.3 (capítulo 3). Se espera que al adicionar espumante se requiera de un mayor flujo de aire para que ocurra la coalescencia de burbujas.

Los aumentos de flujo son cada 0,1 [sccm] y se da un tiempo prudente de unos 10 segundos para esperar que el hidrófono pueda captar los sonidos y se pueda identificar si ocurre coalescencia. El tiempo aproximado de espera entre aumentos de flujos es de 15 segundos, ya que el sensor tiene la cualidad de captar rápidamente las variaciones de flujo comandadas por el flujómetro.

Al ocurrir el evento se capta el valor de flujo en sccm (centímetros cúbicos por minuto en condiciones estándar) y se disminuye el flujo para realizar nuevamente la medición. Las mediciones se realizan en triplicados y luego se añade el espumante que se desea caracterizar en la curva con una concentración conocida y nuevamente se homogeneíza el sistema con agitación.

Se van tomando medidas a diferente concentraciones de espumante (siempre crecientes) y mediante el promedio de estas (los triplicados) se construye la curva de prevención de coalescencia que es característica del agua y espumante utilizado.

# 4.3. Densidad de espumantes

Los espumantes usados principalmente corresponden a mezclas, por lo que es necesario realizar la medición de la densidad, y así definir los volúmenes necesarios de adicionar para las muestras de concentración conocida en las pruebas de laboratorio.

La determinación de la densidad de los espumantes se realizó de manera experimental, midiendo la masa de un volumen determinado con una balanza con alta precisión de 4 números decimales (ver Anexo A). Los materiales utilizados fueron matraces, micropipetas y una balanza Sartorius TE 2345.

### 4.4. Curvas de Calibración

Corresponden a las medidas de flujo de coalescencia para un tipo de agua a concentraciones conocidas de espumante. Para el caso, un tipo de agua presenta varias curvas de calibración dependiendo del espumante utilizado y para cada espumante se tendrán varias curvas de calibración dependiendo del tipo de agua.

En un comienzo las pruebas no consideran la adición de colectores, por lo cual, solo se generan estas curvas con la adición de espumantes, pero luego se construyen con la adición de colectores, para poder analizar su efecto sobre la prevención de coalescencia. A su vez la presencia de sólidos afecta inhibiendo la capacidad del espumante de prevenir la coalescencia para altas concentraciones del reactivo, pero no se considera su presencia en las pruebas [15].

Estas curvas son las que permiten determinar las concentraciones de espumante, ya que una muestra de agua con una concentración desconocida de espumante puede introducirse en el sensor y se adiciona un flujo de aire creciente en el sistema hasta detectar el punto de coalescencia (flujo medido en sccm). Luego este flujo se relaciona mediante su curva de

calibración, la cual incluye el tipo de agua y espumante presente, con la concentración de espumante.

Para este trabajo no se espera que las curvas presenten algún tipo de estructura similar a la de una función característica, por lo que la determinación de las concentraciones de espumante se realizarán por lectura gráfica de la representación de la curva y en caso de quedar en medio de dos puntos de la curva de calibración se define de manera estadística la concentración, tomando una relación lineal de crecimiento entre dos puntos contiguos.

## 4.4.1. Determinación de la concentración de espumante

Para la comprensión de cómo determinar la concentración de espumante presente en una muestra, con lectura de una curva representativa se realizará un ejemplo que ilustra ese procedimiento. En la Figura 32 se aprecia una curva de calibración característica, la cual tiene los puntos principales y sobre ella una tendencia de comportamiento del espumante frente a la prevención de coalescencia, en esta los puntos A y B indican flujos de gas (Q(10) y Q(12)) a concentraciones de espumante conocidas de 10 y 12 [ppm] respectivamente.

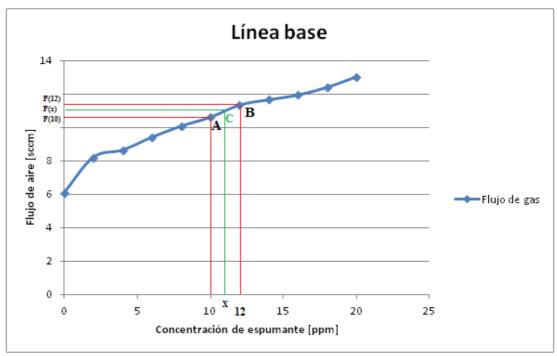


Figura 32 Lectura de concentración de espumante en una curva de calibración característica.

Si mediante una prueba con el sensor de prevención de coalescencia se encuentra que para una muestra comienza la coalescencia de un flujo Q(x) conocido, entonces, se determina la concentración x de espumante (ver figura 32) mediante la siguiente una interpolación lineal.

Durante el trabajo se utilizarán 3 tipos de aguas y 3 tipos de espumantes en donde se generarán 7 curvas de calibración que se detallan a continuación:

Tabla 3 Numeración de curvas de calibración.

Curva calibración	Tipo de agua	Tipo de espumante
CC1	Agua Potable	BLEND
CC2	Agua Potable	MIBC
CC3	Agua Potable	AF 549
CC4	Agua Destilada	BLEND
CC5	Agua Destilada	MIBC
CC6	Agua de Procesos	BLEND
CC7	Agua de Procesos	MIBC

Un punto importante a mencionar es que el equipo del sensor de prevención de coalescencia tiene un capilar de vidrio que genera las burbujas, el cual afecta en los resultados, por lo que es importante tener claro su diámetro interno y su longitud, ya que una curva de calibración debe ser realizada con un solo capilar y la lectura sobre ella se debe hacer con el mismo.

### 4.5. Pruebas en celda de columna

Durante el trabajo se realizan pruebas de flotación en una columna de laboratorio, con la finalidad de generar muestras de aguas con espumantes a una concentración desconocida. Las pruebas se realizan en el laboratorio de procesamiento de minerales de la Universidad de Chile.

#### 4.5.1. Equipo

La columna de flotación tiene un diámetro interno de 7,4 cm y un largo total de 325,5 cm (desde el punto de generación de burbujas hasta el rebose (ver Figura 33), la cual consta de 4 secciones conectadas en serie, la capacidad total del equipo es de 14 Litros.

El equipo tiene un sistema generador de aire conectado a la red de abastecimiento del laboratorio, el cual es regulado por un rotámetro de fácil operación.

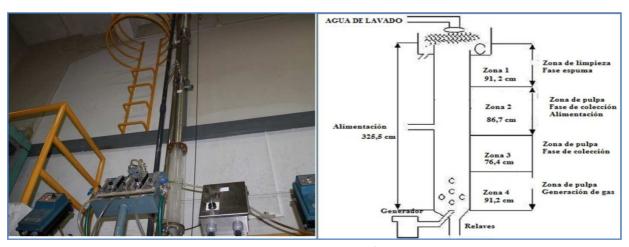


Figura 33 Esquema de columna de flotación de laboratorio.

La primera zona tiene una longitud de 91,2 cm y es de material acrílico, por lo que permite ver el nivel en cual se encuentra la pulpa o la profundidad de espuma en caso de no existir rebose. La zona 2 es de 86,7 cm y es donde se realiza la alimentación del equipo y es de acero, por lo cual no se puede ver la pulpa. La zona 3 tiene una longitud de 76,4 cm es de acero y corresponde a la zona de mayor turbulencia, ya que es donde principalmente colisiona el gas con la alimentación. Por último se tiene la zona 4 que tiene un largo de 91,2 cm y también es de acrílico, por lo que se puede ver la pulpa y a la vez tiene el sistema generador de burbujas.

En la base de la columna se retiran los relaves del proceso mediante una bomba extractora, el sistema también es alimentado con una bomba conectada al tambor de alimentación. Para las pruebas solo se opera el equipo con agua, sin adición de sólidos.

#### 4.5.2. Procedimiento

Para las pruebas que se realizarán en la columna de flotación se utilizará agua con una "concentración conocida" de espumante inicial, la cual será alimentada a la columna hasta algún punto de la zona 1 del equipo (ver Figura 33) para así poder conocer a simple vista el volumen inicial de pulpa (sin sólidos), ya que esa zona es de material acrílico y tiene una graduación que permite determinar el nivel.

Luego comienza la dispersión de aire en el sistema comandada por un rotámetro que ha sido calibrado cuidadosamente para la realización de las pruebas (Anexo B), y se generan 2 fases en el sistema, la primera en la zona 1 que corresponde a la fase de espuma y otra fase de solución que está en las otras zonas del equipo.

Se realiza la flotación del sistema bifásico durante 10 minutos para que ambas fases se estabilicen y se genere una partición del espumante entre estas fases. La columna puede ser operada en continuo o también de manera batch como es el caso de este trabajo, en donde no se espera que la espuma abandone el sistema, sino que tomar una muestra de la zona de pulpa de 5 litros que corresponde a 116,2 cm de altura, desde la salida de los relaves, por lo cual será la zona 4 y parte de la zona 3 en la que se obtenga en la muestra.

Luego, la muestra es alimentada al sensor PC para detectar el mínimo flujo en el cual ocurre coalescencia, en la generación de burbujas desde el capilar, y con este valor ver en la curva de calibración, que caracteriza a esa agua con ese espumante, el valor de la concentración de espumante con la técnica presentada en el punto 4.4.1. Desde la solución analizada en el sensor, se toma una sub-muestra representativa de 200 mililitros aproximadamente para llevarla a un laboratorio externo y realizarle el análisis de carbono orgánico total (TOC).

Con la flotación en la columna se espera que ocurra una partición en el sistema, en donde la espuma tenga una concentración de espumante y en la zona de pulpa se tenga otra, para así poder determinar un coeficiente de partición del proceso. Además con la medida de los volúmenes de cada una de las fases más la medida de la concentración de espumante de una de ellas se puede determinar por balance de masa la concentración de espumante presente en la zona de espuma.

$$[C_i * V_i] = [C_p * V_p] + [C_E * V_E]$$
 (Ec. 13)

C<sub>i</sub> = Concentración inicial de espumante en la pulpa de alimentación al sistema, valor conocido.

V<sub>i</sub> = Volumen inicial en el sistema, valor medido.

C<sub>p</sub> = Concentración de la zonda de pulpa, obtenida por el sensor de prevención de coalescencia.

 $V_p = V$ olumen de la zona de pulpa, valor medido.

C<sub>E</sub> = Concentración de la fase de espuma, incógnita de la ecuación.

 $V_E$  = Volumen de la fase espuma, valor medido.

Con la ecuación 13 se puede determinar la concentración de espumante en la zona de espuma y así definir un coeficiente de partición de los espumantes en el proceso.

## 4.5.3. Campaña experimental

Para generar diversas muestras que puedan en comparación con los análisis de carbono orgánico total (TOC), se realiza un set de pruebas en las cuales se varían algunas condiciones operacionales y así se determina su incidencia en el proceso.

Se realizan 30 pruebas de flotación de un sistema bifásico (líquido-gas), con agua potable y 3 tipos de espumantes, variando la concentración inicial de espumante y la velocidad de flujo de gas. Para cada tipo de espumante se varía la concentración inicial de espumante para cubrir el espectro común de operación y luego se varía el flujo de gas para una concentración representativa de operación (15 ppm). En la tabla 4, se indican las pruebas realizadas y sus condiciones operacionales.

Tabla 4 Primer set de pruebas en la columna de laboratorio a diferente concentración inicial de espumante y flujo superficial de gas.

N°	Prueba	Nombre	Espumante	Concentración	Velocidad superficial
				inicial [ppm]	de gas $J_g$ [cm/s]
1	P1	B.1	MIBC	5	1
2	P1	B.2	MIBC	10	1
3	P1	B.3	MIBC	15	1
4	P1	B.4	MIBC	20	1
5	P1	B.5	MIBC	25	1

6	P2	M.1	MIBC	15	0,5
7	P2	M.2	MIBC	15	0,75
8	P2	M.3	MIBC	15	1
9	P2	M.4	MIBC	15	1,25
10	P2	M.5	MIBC	15	1,5
11	P3	F.1	BLEND	5	1
12	P3	F.2	BLEND	10	1
13	P3	F.3	BLEND	15	1
14	P3	F.4	BLEND	20	1
15	P3	F5	BLEND	25	1
16	P4	B.6	BLEND	15	0,5
17	P4	B.7	BLEND	15	0,75
18	P4	B.8	BLEND	15	1
19	P4	B.9	BLEND	15	1,25
20	P4	B.10	BLEND	15	1,5
21	P5	M.6	Oreprep F 549	5	1
22	P5	M.7	Oreprep F 549	10	1
23	P5	M.8	Oreprep F 549	15	1
24	P5	M.9	Oreprep F 549	20	1
25	P5	M.10	Oreprep F 549	25	1
26	P6	F.6	Oreprep F 549	15	0,5
27	P6	F.7	Oreprep F 549	15	0,75
28	P6	F.8	Oreprep F 549	15	1
29	P6	F.9	Oreprep F 549	15	1,25
30	P6	F.10	Oreprep F 549	15	1,5

### 4.6. Almacenamiento de muestras y submuestras

Las muestras obtenidas desde la columna de flotación son almacenadas momentáneamente en un recipiente con tapa de material plástico que contenga los 5 litros y no permita que la muestra sea contaminada con ninguna sustancia. Luego esta muestra es rápidamente medida en el sensor de prevención de coalescencia para determinar su concentración de espumante.

Es importante que la muestra no permanezca mucho tiempo en la intemperie y su contenido sea rápidamente medido, ya que muchos espumantes (sobre todo alcoholes) se volatilizan con facilidad porque presentan poca persistencia en el sistema.

Luego de realizar la medición del mínimo flujo al cual ocurre coalescencia para la muestra de pulpa se realiza un nuevo muestreo en el sensor de prevención de coalescencia, el cual es agitado para su homogeneización y se obtiene una submuestra para análisis TOC.

Esta sub-muestra es almacenada en contenedores de 200ml bien sellados y recubiertos con papel metálico para evitar efectos de alteración por luminosidad, además se mantienen a 4° Celsius, esto por requerimiento del laboratorio que realizará la medición TOC (ver figura 34).



Figura 34 Almacenamiento de submuestras para análisis TOC.

#### 4.7. Análisis TOC

Para los análisis de carbono orgánico total, las sub-muestras son enviadas al laboratorio químico de Sernageomin, en donde mediante la metodología presentada en el capítulo 2.7, se mide su contenido.

Se comienza enviando muestras con concentraciones conocidas de espumante, para así determinar una relación entre la concentración de espumante y las medidas de TOC, ya que en mezclas de espumante no es fácil determinar el carbono atribuible de una muestra a la adición de espumante, menos en el caso del Oreprep F549 que se desconoce la composición y tipos de poliglicoles en su preparación.

Con las medidas TOC en mg/lt se realiza una curva de calibración restando el valor inicial TOC, es decir, el valor de las mediciones de agua potable que no tienen espumante y se define la relación lineal entre la concentración del espumante y los valores TOC en concentraciones conocidas. Esta relación es representada por una ecuación lineal, de donde se pueden obtener las concentraciones desconocidas de las sub-muestras enviadas a análisis TOC.

$$X = \frac{Y - n}{m}$$
 (Ec. 14)

- X = Concentración de espumante diferido por análisis TOC (ppm)
- Y = Medición de carbono orgánico total (mg/lt)
- m = Pendiente de la recta de calibración que relaciona la medida TOC y la concentración de espumante
- n = coeficiente de posición de la recta de calibración que relaciona la medida TOC y la concentración de espumante

Los parámetros m y n serán característicos de cada espumante para las pruebas con agua potable, la variable Y será determinada por el laboratorio del Sernageomin y el valor de X se conoce por la ecuación 14.

### 4.8. Validación técnica de medición de concentración de espumante

Para la validación de la técnica de medición de la concentración de espumante mediante el sensor de prevención de coalescencia, objetivo central de este trabajo, se realiza una comparación de los resultados obtenidos por el sensor en las muestras de las pruebas de flotación y los resultados por análisis TOC.

Se realiza una comparación estadística entre los valores y se determina si el método de medición indirecta de la concentración de espumante es válido en las condiciones probadas. Se analiza el error cuadrático medio para tener una referencia de las desviaciones.

Los análisis TOC han sido utilizados con anterioridad para determinar las concentraciones de espumantes en muestras de pruebas de flotación con gran precisión, es por esto, que se realizan estos análisis y se consideran como capaces de determinar la validez del método (sensor PC) [5, 95].

## 4.9. Análisis Químico

Las aguas se envían a análisis químico de sus componentes (a laboratorio Metalquim), principalmente sales, y así se puede definir si la presencia de sales afecta la prevención de coalescencia para el sensor desarrollado, como ha sido representado en investigaciones anteriores [15, 75, 76].

# 5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos directamente desde las mediciones realizadas por el sensor de prevención de coalescencia y los de análisis TOC sobre las concentraciones de espumantes presentes en las muestras y sub-muestras respectivamente. También se exponen resultados que indican la influencia en los contenidos de aguas en las curvas de prevención de coalescencia y la influencia de los colectores en la prevención de coalescencia.

En los resultados se realiza un análisis sobre las medidas de las concentraciones, y se estudia la validez del método de prevención de coalescencia comparándolo con un método cuantitativo como es el de medición de carbono orgánico total. Las variables que afectan los resultados debido a la fenomenología del proceso también son examinadas y se observa si los resultados son concordantes con los supuestos planteados en los objetivos y con investigaciones anteriores sobre la misma temática.

# 5.1. Densidad de espumantes y volúmenes de adición

Debido a que se utilizan espumantes comerciales en los cuales no se conocen sus composiciones exactas de mezclas es que se determina la densidad de los reactivos de manera experimental como se indica en el punto 4.3.

En la tabla 5 se muestran los valores medidos para las densidades de los tres espumantes utilizados, para la definición exacta de los valores se debe revisar el análisis estadístico de las medidas en el Anexo A.

Tabla 5 Densidades medidas experimentalmente de los espumantes.

Espumante	Densidad [mg/µl]
MIBC	0.805
BLEND	0.836
Oreprep F549	0.962

Con los valores medidos de los espumantes se determinan los volúmenes de adición del agente y así se pueden realizar las curvas de calibración del trabajo (Anexo C). Su cálculo se genera en función de un volumen total de 5 litros que es la capacidad del sensor de prevención de coalescencia.

#### 5.2. Resultados de Pruebas de columna de flotación

Estas pruebas sólo consideran la alimentación de agua potable con una concentración inicial conocida de espumante, por lo que corresponden a sistemas bifásicos en una columna de flotación. Los resultados presentan mediciones de los volúmenes de espuma y pulpa, para así determinar la concentración de espumante en la fase de espuma por balance de masa realizando la medición directa (TOC) e indirecta (sensor PC) de la concentración de espumante en la zona de pulpa.

Las pruebas en la columna de flotación incluyen la adición de un espumante a la vez, realizándose seis sets de pruebas, incluyendo diez pruebas para cada uno de los tres espumantes elegidos. Las pruebas realizan variaciones en la concentración inicial y en el flujo superficial de aire, y tienen una duración de diez minutos. En la tablas 6, 7 y 8 se pueden observar los resultados para las treinta pruebas realizadas, presentadas por cada espumante, en donde se indican sus condiciones operacionales y resultados volumétricos considerando solo la fase líquida sin aire.

Tabla 6 Mediciones pruebas de columna con agua potable y MIBC

Prueba	Concentración Inicial [ppm]	Velocidad Superficial [cm/s]	Volumen inicial [cc]	Volumen Pulpa [cc]	Volumen Espuma [cc]
P 1.A	5	1	10.208	10.204	3,66
P 1.B	10	1	10.324	10.321	3,23
P 1.C	15	1	10.199	10.195	4,30
P 1.D	20	1	10.225	10.223	2,15
P 1.E	25	1	10.259	10.256	3,44
P 2.A	15	0,5	10.289	10.288	1,51
P 2.B	15	0,75	10.307	10.306	0,65
P 2.C	15	1	10.268	10.265	2,58
P 2.D	15	1,25	10.324	10.321	2,58
P 2.E	15	1,5	10.234	10.231	2,15

Es importante mencionar que para el cálculo de los volúmenes de pulpa y espuma no se mide el holdup de gas, sino que se define un valor común de holdup en la espuma (95% [20]) y conociendo el volumen inicial se infiere el volumen de pulpa por conservación de volumen.

Para el caso del espumante MIBC (tabla 6), se observa que al variar la concentración inicial no se presenta una incidencia directa en la cantidad de espuma del proceso, esto puede ocurrir debido a que en el proceso no hay presencia de sólidos, lo cual afecta a la formación de espuma en espumantes del grupo de los alcoholes, en donde se disminuye considerablemente su efecto de formador de la fase de espuma.

Al realizar las variaciones de flujo tampoco existe una relación clara con la profundidad de espuma, debido a que la fase de espuma es muy inestable y ocurren muchos colapsos en la formación de las columnas de espumas.

Tabla 7 Mediciones de las pruebas de columna con agua potable y BLEND

Prueba	Concentración Inicial [ppm]	Velocidad Superficial [cm/s]	Volumen inicial [cc]	Volumen Pulpa [cc]	Volumen Espuma [cc]
P 3.A	5	1	10.268	10.263	4,52
P 3.B	10	1	10.268	10.248	19,78
P 3.C	15	1	10.126	10.099	27,09
P 3.D	20	1	10.156	10.126	30,53
P 3.E	25	1	10.203	10.165	38,27
P 4.A	15	0,5	10.221	10.218	2,58
P 4.B	15	0,75	10.221	10.213	7,74
P 4.C	15	1	10.169	10.164	5,16
P 4.D	15	1,25	10.259	10.255	4,09
P 4.E	15	1,5	10.259	10.240	18,92

Para las pruebas con el espumante BLEND (tabla 7) se presenta una relación directa, tanto al aumentar la concentración inicial como al aumentar la velocidad superficial. No obstante, se observa que la relación es considerablemente mayor con la concentración inicial de espumante, por lo que se espera tener una mayor partición en las pruebas P3, ya que en las P4 la relación solo se evidencia considerablemente en la velocidad superficial de 1,5.

El BLEND se compone de una mezcla de alcohol (83,3%) y poliglicol (16,6%), pero es obtenido de una muestra directa en la línea de alimentación de la primera celda de la planta Las Tórtolas por lo que no es segura su composición exacta, y se toman dos muestras, la primera usada en las pruebas tres y la otra en las pruebas cuatro. Se esperaba tener una relación más directa de la cantidad de espuma con la variación de la velocidad superficial, sin embargo, su pequeña incidencia (versus la de las pruebas P3) puede ser debido a que el espumante añadido para las pruebas P4 presente una menor proporción de poliglicol, es decir, que ambas dosificaciones de espumante no tengan la misma composición, ya que si observa cuidadosamente la prueba P3C y P4C tienen las mismas condiciones operacionales, pero no los mismos resultados.

Sin embargo, estas perturbaciones no afectan al objetivo de las pruebas de desarrollar muestras de concentración de espumante desconocidas. De todas maneras en estas pruebas es donde se espera encontrar la mayor partición, en especial en P3, debido a su gran generación de espuma.

Tabla 8 Mediciones de las pruebas de columna para agua potable & Oreprep 549

Prueba	Concentración Inicial [ppm]	Velocidad Superficial [cm/s]	Volumen inicial [cc]	Volumen Pulpa [cc]	Volumen Espuma [cc]
P 3.A	5	1	10.289	10.287	2,58
P 3.B	10	1	10.242	10.240	2,15
P 3.C	15	1	10.277	10.273	3,66
P 3.D	20	1	10.246	10.243	3,87
P 3.E	25	1	10.264	10.260	3,66
P 4.A	15	0,5	10.203	10.200	3,01
P 4.B	15	0,75	10.264	10.262	2,15
P 4.C	15	1	10.264	10.259	4,95
P 4.D	15	1,25	10.221	10.218	301
P 4.E	15	1,5	10.251	10.245	6,24

En el caso del Oreprep F549 (mezcla de poliglicoles) se observa una relación sutil de la cantidad de espuma para variaciones de la concentración inicial, al igual que frente al aumento de la velocidad de aire se presenta una tendencia a aumentar. Este espumante genera una fase de espuma más estable y de mayor profundidad que el caso del MIBC, sin embargo, es pequeña la cantidad de espuma formada, por lo que se espera una partición mayor que para el MIBC, pero muy pequeña de todos modos.

### 5.3. Resultados de análisis TOC (carbono orgánico total)

Dentro de los análisis TOC se considera en primera instancia la medición de concentraciones conocidas de espumante y así calibrar una curva que pueda servir para relacionar el análisis TOC con la concentración de espumante. Esta curva sirve para medir las concentraciones desconocidas de las sub-muestras tomadas desde el sensor PC.

#### 5.3.1. Calibración de análisis TOC

Se examinaron nueve muestras preparadas con agua y concentraciones conocidas de espumante para los tres agentes usados en las pruebas, las cuales son analizadas en su contenido de carbono orgánico total en el laboratorio químico de Sernageomin.

Los resultados de los análisis (Anexo E) son usados para generar una relación entre el contenido de carbono orgánico total y la concentración de espumante. En las Figuras 35, 36 y 37, se presentan las curvas calibradas, en donde se resta el valor inicial de análisis TOC de las muestras de agua sin adición de espumante (0,17 [mgr/Lt]) a los resultados de las concentraciones conocidas (Calibración de análisis TOC corregido).

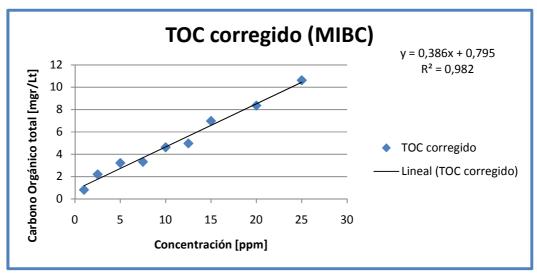


Figura 35 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el MIBC.

Concentración de MIBC 
$$[ppm] = \frac{Carbono\ orgánico\ total - 0,795}{0,386}$$
 (Ec. 15)

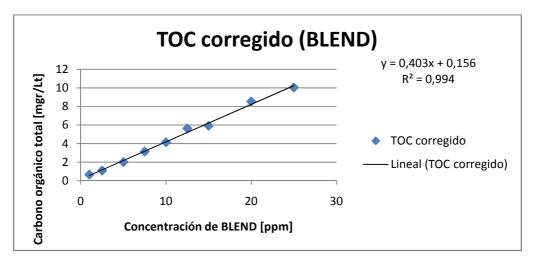


Figura 36 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el BLEND.

Concentración de BLEND 
$$[ppm] = \frac{Carbono\ orgánico\ total - 0,156}{0,403}$$
 (Ec. 16)

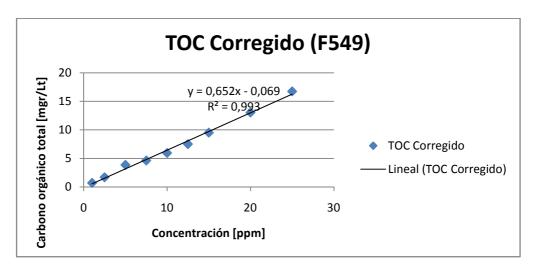


Figura 37 Calibración de análisis de carbono orgánico total para el Oreprep F549.

Concentración de Oreprep F549 
$$[ppm] = \frac{Carbono\ orgánico\ total + 0,06}{0,652}$$
 (Ec. 17)

Se presenta para cada gráfico una relación lineal (Ec. 15, 16, 17) que será la que caracterizará la relación entre la concentración de espumante y los análisis TOC.

### 5.3.2. Concentración de espumante en submuestras.

Las sub-muestras son analizadas para determinar su contenido de carbono orgánico total y así con las relaciones presentadas en punto 5.4.1 determinar la concentración de espumante presente. En las tablas 12, 13 y 14 se muestran los resultados TOC con su medición de la concentración de espumante para cada uno de los reactivos usados en las pruebas de columna.

Tabla 9 Medición de la concentración de espumante MIBC por análisis TOC

Prueba	Resultado TOC [mgr/Lt]	Concentración [ppm]					
	P1 (MIBC)						
P1A	3,24	6,33					
P1B	5,31	11,69					
P1C	7,41	17,13					
P1D	9,55	22,68					
P1E	10,80	25,91					
	P2 (MIBC)						
P2A	6,87	15,73					
P2B	7,77	18,06					
P2C	6,90	15,81					
P2D	6,96	15,97					
P2E	7,00	16,07					

Tabla 10 Medición de la concentración de espumante BLEND por análisis TOC

Prueba	Resultado TOC [mgr/Lt]	Concentración [ppm]				
P3 (BLEND)						
P3A	0.95	1.97				
P3B	1.9	4.33				
P3C	1.89	4.30				
P3D	2.13	4.90				
P3E	2.68	6.26				
	P4 (BLEND)					
P4A	6.9	16.73				
P4B	6.3	15.25				
P4C	6.52	15.79				
P4D	6.9	16.73				
P4E	6.46	15.64				

Tabla 11 Medición de la concentración de espumante F549 por análisis TOC

Prueba	Resultado TOC [mgr/Lt]	Concentración [ppm]					
	P5 (F549)						
P5A	3.19	4.98					
P5B	6.28	9.72					
P5C	8.83	13.63					
P5D	12.37	19.06					
P5E	14.55	22.41					
	P6 (F549)						
P6A	8.86	13.68					
P6B	9.34	14.42					
P6C	8.39	12.96					
P6D	8.81	13.60					
P6E	8.27	12.78					

# 5.4. Resultados de análisis de muestras con el sensor PC

# 5.4.1. Curvas de calibración

Las Curvas de calibración se realizan para agua potable, agua destilada y agua de procesos junto a diferentes espumantes, buscando representar su relación en la concentración del reactivo con su

repuesta en la prevención de la coalescencia. Para cada curva de calibración (curva de prevención de coalescencia) se analiza el comportamiento de un solo tipo de agua con un solo espumante.

Las curvas de calibración representadas por el flujo en centímetros cúbicos por minuto en condiciones estándar (sccm) versus la concentración másica de espumante en partes por millón se presenta a continuación (Figura 38, 39, 40).

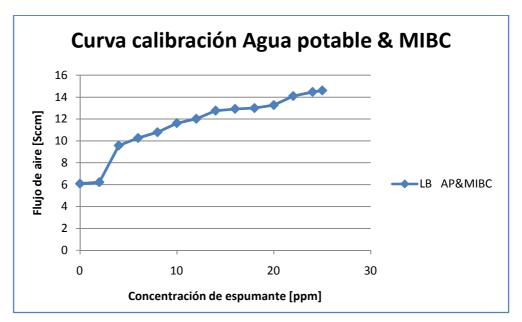


Figura 38 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones de MIBC

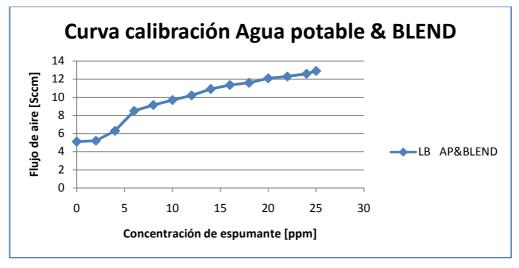


Figura 39 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones de BLEND

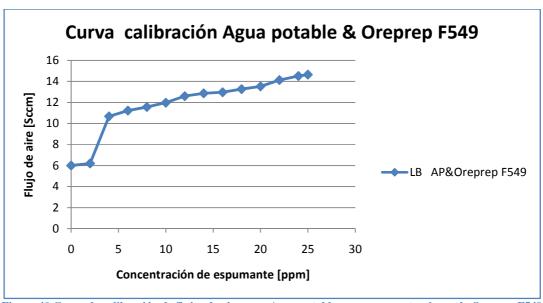


Figura 40 Curva de calibración de flujos de aire para Agua potable versus concentraciones de Oreprep F549

Para las tres curvas de calibración presentadas en las figuras 38, 39 y 40 se observa una relación directa entre la concentración de espumante y el flujo mínimo necesario para generar la coalescencia entre burbujas consecutivas, como es de esperar, tomando en cuenta que está bien documentada la adición de espumante previene la coalescencia entre burbujas [31, 47].

Los resultados son presentados por separado, debido a que su medición se realizó con diferentes capilares (bastante similares), sin conservar su longitud, pero siempre respetando su diámetro interno de 254 micrones. Las medidas de las muestras son realizadas con el mismo capilar que se usa para la construcción de la Curva de calibración.

El tamaño (longitud) y terminaciones del capilar (mantos del cilindro) influyen en las medidas del sensor, lo cual se puede apreciar al analizar los flujos iníciales cuando no se ha adicionado espumante, donde se obtienen resultados dispares. Las formas de las curvas son parecidas a las presentadas en la primera parte del proyecto y la relación se define como correcta, las medidas son presentadas en el Anexo D.

#### 5.4.2. Medición de la concentración de espumante en muestras

Las muestras obtenidas en las pruebas de flotación de la columna son de la fase de solución en la zona de colección, las cuales son almacenadas en un contenedor plástico y llevadas de inmediato para su análisis en el sensor de prevención de coalescencia donde se realiza la medición de concentración de espumante.

Las muestras tienen un contenido de 5 litros y son homogeneizadas al interior del sensor, por medio de un mezclador durante dos minutos para asegurar la representatividad del resultado. Las mediciones se realizaron sobre las treinta muestras de las pruebas presentadas anteriormente (punto 5.3) y se obtienen con la metodología presentada en el punto 4.4.

### A) MIBC

Los dos primeros set de pruebas se realizaron con el espumante MIBC, las cuales se desarrollaron con las condiciones operacionales presentadas en el punto 5.3. Las lecturas de las muestras se exponen en la tabla 9.

Tabla 12 Mediciones de concentración de espumante MIBC con el Sensor PC.

Prueba	Concentración inicial [ppm]	Flujo [sccm]	Concentración medida [ppm]
		P1	
P 1.A	5	10,3	6,11
P 1.B	10	11,9	11,4
P 1.C	15	12,9	15,73
P 1.D	20	14,1	22
P 1.E	25	14,7	25,76
		P2	
P 2.A	15	12,9	15,73
P 2.B	15	13	18
P 2.C	15	12,9	15,73
P 2.D	15	12,9	15,73
P 2.E	15	12,9	15,73

Se aprecia que en la primera serie de pruebas (P1) ocurre que la concentración detectada por el sensor es un poco mayor que la inicial, lo cual no es un resultado esperado, ya que a pesar de que el MIBC no forme una espuma significativa, se espera que la concentración fuese igual o cercana a la inicial. Lo anterior puede ser debido a que la dinámica del proceso para este espumante genera una partición que favorece la acumulación en la zona de pulpa, lo cual se puede definir al contrastarlo con los resultados de análisis TOC.

Para la serie de pruebas P2, se observa un comportamiento parejo en las muestras, a excepción de la prueba P2B, la cual puede ser un outlier en la medición o deberse a la variabilidad de proceso explicada en el párrafo anterior. De los resultados se puede observar que, para este espumante, los aumentos de la velocidad superficial de flujo de aire no favorecen la partición de espumante en las condiciones probadas.

## B) BLEND

Las pruebas 3 y 4 se realizaron con el espumante BLEND, las cuales se desarrollaron con condiciones operacionales presentadas en el punto 5.3. Las lecturas de las muestras se exponen en la tabla 10.

Tabla 13 Mediciones de concentración de espumante BLEND con el Sensor PC.

Prueba	Concentración inicial [ppm]	Flujo [sccm]	Concentración medida [ppm]
		P3	
P 3.A	5	5,2	2
P 3.B	10	6,6	4,27
P 3.C	15	6,7	4,36
P 3.D	20	7,3	4,9
P 3.E	25	8,6	6,3
		P4	
P 4.A	15	11,4	16,33
P 4.B	15	11,2	15,28
P 4.C	15	11,3	15,73
P 4.D	15	11,4	16,33
P 4.E	15	11,3	15,73

Se aprecia que en la primera serie de pruebas de este espumante (P3) ocurre que la concentración detectada por el sensor es considerablemente menor que la inicial, lo cual tiene directa relación con la formación de una fase de espuma muy estable y de gran altura. Al ir incrementando la concentración inicial de espumante aumenta la altura de la espuma y también la partición.

Para la serie de pruebas P4, se observa un comportamiento parejo en las muestras, donde no se evidencia una partición significativa. En estas pruebas las alturas de la espuma disminuyen en comparación a las P3, este efecto se ha definido como una gran variabilidad de la composición del espumante y posiblemente la muestra de espumante obtenida para la realización de estas pruebas es principalmente compuesto por MIBC, ya que las pruebas P4 entregan resultados muy similares a las P2 (mismo tipo de pruebas, pero solo con MIBC). No se evidencia efecto del flujo de gas sobre la partición de espumante.

# C) Oreprep F549

Las pruebas 5 y 6 se realizaron con el espumante Oreprep F549, las cuales se desarrollaron con condiciones operacionales presentadas en el punto 5.3. Las lecturas de las muestras se exponen en la tabla 11.

Tabla 14 Mediciones de concentración de espumante Oreprep F549 con el Sensor PC.

Prueba	Concentración inicial [ppm]	Flujo [sccm]	Concentración medida [ppm]
		P5	
P 5.A	5	11	5,16
P 5.B	10	11,9	9,60
P 5.C	15	12,8	13,48
P 5.D	20	13,4	19
P 5.E	25	14,3	22,87
		P6	
P 6.A	15	12,8	13,48
P 6.B	15	12,9	14,6
P 6.C	15	12,7	12,74
P 6.D	15	12,8	13,48
P 6.E	15	12,7	12,74

Se aprecia que en la primera serie de pruebas de este espumante (P5) ocurre que la concentración detectada por el sensor es un poco menor que la inicial en la mayoría de los casos a excepción de la P5A que tiene un valor muy similar al inicial. Estos resultados indican que se tiene una partición considerable, lo cual ayuda a la formación de muestras de concentración desconocidas.

Para las pruebas de la serie P6, se observa un comportamiento bastante similar de partición conforme aumenta la velocidad superficial de flujo, es decir, se logra generar concentraciones desconocidas de espumante (partición), pero no se observa un efecto que lo relacione con los valores de flujo inyectado de aire.

# 5.5. Validación de la técnica de medición indirecta de espumante

Para validar la técnica de medición indirecta de espumante mediante el sensor PC, se plantea la comparación de sus resultados son los obtenidos por la detección de carbono orgánico total, la cual es una técnica cuantitativa del contenido que solo puede tener presencia de carbono debido al contenido de espumante.

Por lo anterior, en este capítulo se presenta una relación de los resultados expuestos en los apartados anteriores y se busca definir la precisión de la técnica de manera cuantitativa.

### 5.5.1. Validación para pruebas MIBC

Para las mediciones de concentración del MIBC por ambos métodos, se toman en cuenta las 10 pruebas realizadas (serie de pruebas P1 y P2).

En la figura 41 se presenta la comparación entre las medidas de concentración de espumante MIBC mediante el sensor PC y el análisis TOC, donde se ve una correlación de un 99,4% y se tiene la siguiente relación:

Concentración Sensor PC = 0.98 Concentración TOC (Ec. 15)

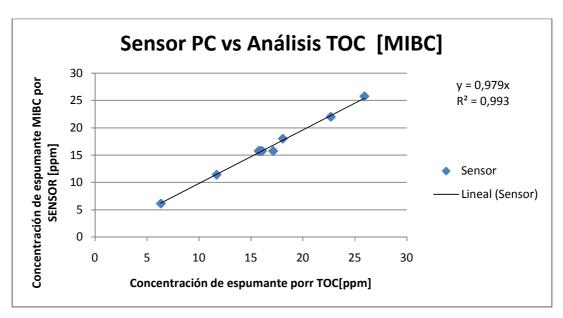


Figura 41 Validación de la técnica de medición de espumante MIBC.

# 5.5.2. Validación para pruebas BLEND

Para las mediciones de concentración del MIBC por ambos métodos, se toman en cuenta las 10 pruebas realizadas (serie de pruebas P3 y P4).

En la figura 42 se presenta la comparación entre las medidas de concentración de espumante BLEND mediante el sensor PC y el análisis TOC, donde se ve una correlación de un 99,9% y se tiene la siguiente relación:

Concentración Sensor PC = 0.99 Concentración TOC(Ec. 16)

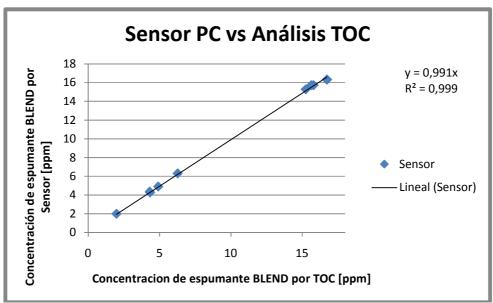


Figura 42 Validación de la técnica de medición de espumante BLEND.

# 5.5.3. Validación para pruebas Oreprep F549

Para las mediciones de concentración del MIBC por ambos métodos, se toman en cuenta las 10 pruebas realizadas (serie de pruebas P5 y P6).

En la figura 43 se presenta la comparación entre las medidas de concentración de espumante Oreprep F549 mediante el sensor PC y el análisis TOC, donde se ve una correlación de un 99,8% y se tiene la siguiente relación:

Concentración Sensor PC = Concentración TOC (Ec. 17)

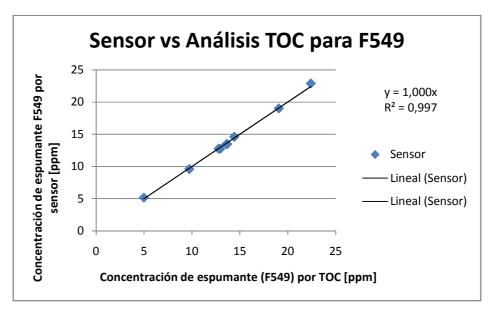


Figura 43 Validación de la técnica de medición de espumante Oreprep F549.

### 5.5.4. Validación global

En este apartado se comparan los resultados obtenidos para todas las muestras de las 30 pruebas realizadas, con los 3 espumantes usados.

En la figura 44 se presenta la comparación global entre las medidas de concentración de espumante mediante el sensor PC y el análisis TOC, donde se ve una correlación de un 99,7%. La técnica de medición de concentración de espumante de manera indirecta presenta una gran relación con la de análisis TOC y entre sus valores se observa un error cuadrático medio de tan solo 0,344 (ver anexo F).

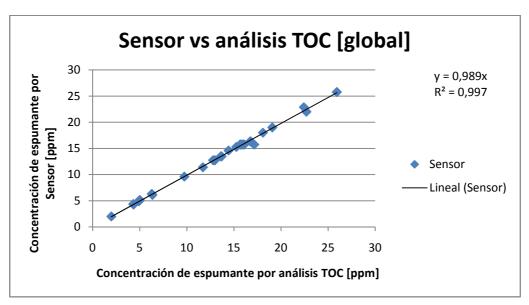


Figura 44 Validación global de la técnica de medición de concentración de espumante.

En base a los resultados de este apartado se observa que la técnica de medición es muy precisa para determinar la concentración de los espumantes estudiados, lo cual es respaldado por resultados de análisis de carbono orgánico total.

### 5.6. Comparación de aguas

Además de las pruebas ya presentadas, se realizó la Curva de calibración de dos tipos de aguas de diferente composición usando el sensor PC, y así determinar la respuesta del sensor frente a un tipo de agua de proceso (recirculada y por lo tanto con mayores concentraciones de sal y reactivo basal).

En primera instancia se envían muestras representativas de 800 ml del agua destilada y de agua de proceso a análisis químico, para poder determinar su composición y ver el efecto que tiene sobre el comportamiento del sensor PC.

En la tabla 15 se puede observar la diferencia significativa en la composición entre las aguas analizadas, presentándose una cantidad significativa de elementos salinos, los cuales según lo investigado en el área deberían tener un efecto considerable sobre la prevención de coalescencia [15, 70].

Tabla 15 Resultado de análisis químico de aguas

Muestra	Agua de proceso	Agua destilada	
Na-mg/L	315	0.130	
K-mg/L	218	0.066	
Ca-mg/L	640	2.5	
Mg-mg/L	28.0	0.50	
C1 (mg/L)	275	13	
SO4-g/L	2.29	0.120	
Fe-mg/L	0.16	0.08	
Cu-mg/L	0.05	< 0.01	
pH (20°C)	6.90	5.22	

A continuación se presentan los resultados de la curvas de calibración de dos espumantes (MIBC y BLEND) realizadas con agua destilada y agua de procesos de la red de recirculación de agua del espesador de relaves de la planta "Las Tórtolas".

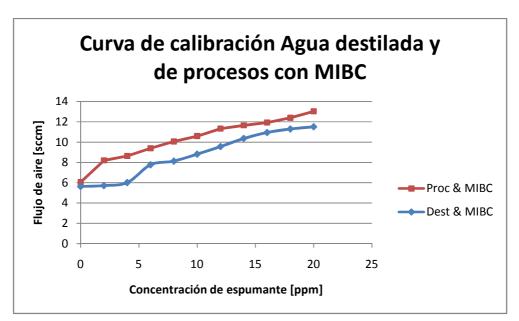


Figura 45 Curva de calibración de agua destilada y agua de procesos con adiciones de espumante MIBC

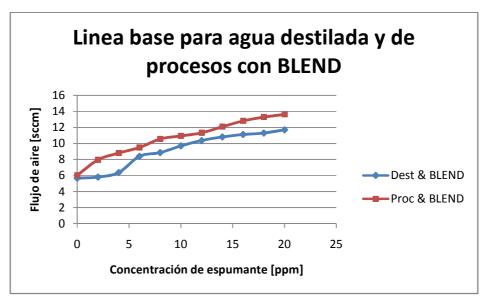


Figura 46 Curva de calibración de agua destilada y agua de procesos con adiciones de espumante BLEND

En las figuras 45 y 46 se puede apreciar claramente una cierta diferencia en las curvas de calibración, para las cuales se observan que los flujos mínimos a los cuales ocurre la coalescencia de las burbujas consecutivas son mayores para las aguas de procesos, lo cual se debe claramente a una mayor concentración de reactivo residual en su composición, en efecto, desde un comienzo se observa que el agua de proceso parte de un mayor valor de flujo.

Gracias a esta relación se puede inferir que el sensor PC es sensible al aumento de concentración de espumante, pero también a otros agente que previenen la coalescencia de burbujas, apoyando aun más la tesis de que la presencia de sales previenen la coalescencia [15,70].

Estas últimas 4 curvas de calibración fueron desarrolladas con el mismo capilar, para poder ver el efecto de los espumantes en la prevención de coalescencia, y observar sí los resultados del sensor son sensibles al tipo de espumante (para los resultados y reproducibilidad ver el Anexo D).

## 5.6.1. Reproducibilidad

Por reproducibilidad se entiende la propiedad de las mediciones de obtener el mismo resultado para condiciones iguales. La desviación estándar designa la desviación media entre varias mediciones por lo que es una buena herramienta y supone la confirmación estadística entre desviaciones de medición.

En el anexo D se puede ver la repetición de las pruebas, en donde se define que la desviación estándar relativa de toda una curva de calibración es de 1,66%. Para revisar la reproducibilidad de las pruebas se realizó la medición de una misma condición varias veces y además para el caso de los resultados del punto 5.6 se tomaron mediciones para varias pruebas en la misma condición inicial.

# 5.7. Resultados en presencia de colector

Dado los resultados anteriores en donde se presenta al sensor PC como un buen medidor de la concentración de espumantes, es importante poder definir la influencia de otros reactivos en su medición, por lo cual, se realizan pruebas con espumante y colector, en este caso Xantato ya que es uno de los más utilizados comercialmente.

La presencia de colector en las pruebas además de indicar si tiene incidencia sobre las mediciones, podrá identificar la contribución del colector Xantato a la prevención de coalescencia de burbujas consecutivas.

Se realizan 2 series de pruebas para ver su efecto, la primera en donde se fija una concentración de colector inicial y se va construyendo la curva de prevención de coalescencia con adiciones de espumante MIBC, y la segunda en donde se fija una concentración inicial de espumante MIBC y se va construyendo una curva de prevención de coalescencia con la incorporación de colector Xantato. Para ambas series de pruebas se utiliza el sensor PC con las condiciones descritas en el punto 4.2.

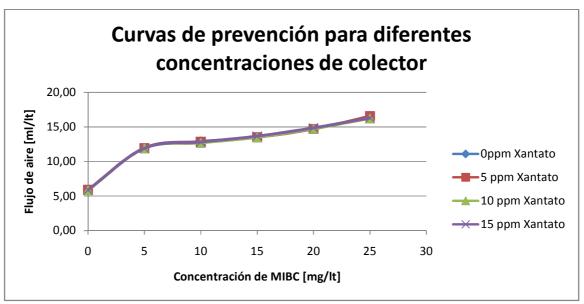


Figura 47 Curvas de prevención de coalescencia con colector Xantato

En la figura 47 se puede observar el comportamiento de las curvas de prevención de coalescencia para 4 condiciones testeadas a diferentes concentraciones de colector inicial y con adición de espumante (en la tabla 16 se presentan los datos de medición de las pruebas).

Tabla 16 Resultados curva de prevención de coalescencia con colector Xantato

Adición MIBC [mg/lt]	Oppm Xantato	5 ppm Xantato	10 ppm Xantato	15 ppm Xantato
0	5,88	5,90	5,83	5,87
5	11,97	11,93	11,90	11,90
10	12,90	12,87	12,68	12,80
15	13,55	13,50	13,50	13,67
20	14,77	14,70	14,73	14,87
25	16,30	16,57	16,23	16,30

Para la segunda condición de pruebas en donde se va adicionando colector para cada una de las mediciones se presentan los resultados en la figura 48.

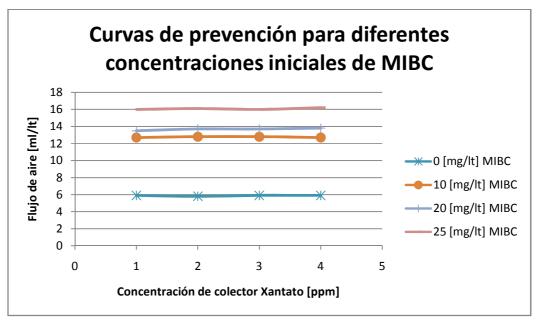


Figura 48 Curvas de prevención de coalescencia al adicionar colector Xantato

En la Figura 47 se puede apreciar que las 4 curvas de prevención de coalescencia tienen un comportamiento muy similar, por lo cual no se observa una incidencia de la adición de colector hacia la prevención de coalescencia de burbujas consecutivas generadas por el capilar en el sensor PC, al no haber un desplazamiento de las curvas a una mayor concentración inicial de colector, condición que queda claramente evidenciada en los resultados de la figura 48, en donde para cada concentración inicial de espumante el sensor sigue midiendo el mismo punto de coalescencia independiente de la adición de colector Xantato al sistema generando rectas horizontales.

### 5.8. Propuesta de Protocolo de medición.

Ya obtenida la curva de calibración, que caracterice a la planta según su agua y espumante utilizado, es necesario seguir un protocolo para obtener una buena medición (representativa) de la concentración de espumante y un resultado correcto (precisión). A continuación se detallan algunos pasos a seguir propuestos para cualquier planta de concentración por flotación que utilice el sensor PC.

- 1.- Para obtener la concentración de espumante del proceso es necesario obtener una muestra de 5 litros ya sea de la fase de pulpa, fase de espuma o de las colas que pasan entre las celdas.
- 2.- Es necesario que la muestra sea representativa del proceso y para no tener errores de delimitación en el muestreo se propone que la muestra sea tomada como un corte de unflujo homogéneo, como el caso de las colas, sin embargo, la muestra puede obtenerse desde cualquier zona que se desee estudiar.
- 3.- Luego de tener la muestra es necesario someterla a un proceso de filtrado de sólidos, el cual sea lo más rápido y menos turbulento posible, para así evitar pérdidas en la persistencia del espumante producto de evaporación al sistema.
- 4.- Luego del filtrado introducir la muestra (5 Lts) al sensor PC, el cual tiene que tener conectadas todas sus piezas y con un flujo inicial de 3 sccm para evitar la entrada de agua por el capilar.
- 5.- A continuación homogeneizar el sistema con un mezclador por un par de minutos.
- 6.- Por último comenzar a aumentar el flujo levemente hasta detectar eventos de coalescencia entre burbujas consecutivas.
- 7.- Con el valor del flujo se lee directamente desde la curva de calibración el valor de la concentración de espumante.

Este proceso al realizarlo de manera automática y si es posible automatizada no debería tardar más de 5 minutos en total, y con él se podría tener las mediciones de la concentración de espumante en varios puntos, lo cual podría mejorar la performance del proceso a un costo bastante bajo debido a la nueva tecnología.

Como ya se ha presentado el colector Xantato en concentraciones entre 0-15 ppm no afecta a la medición de espumante, ya que no favorece la prevención de coalescencia de burbujas consecutivas, por lo cual es de esperar que ocurra lo mismo con otros reactivos de la misma especie, sin embargo, sería necesario asegurarse realizando pruebas de prevención como las presentadas en el punto 5.7 considerando los reactivos específicos de cada planta de flotación.

## 6. CONCLUSIONES

El trabajo se desarrolló con normalidad siguiendo rigurosamente la metodología planteada en el capítulo 4, realizando las pruebas de columna que lograron generar las muestras de aguas con concentración de espumante desconocidas. Además, las condiciones en que se desarrollaron las mediciones de la concentración de espumante con el sensor PC y la toma de submuestras para envío a análisis fueron óptimas desde el punto de vista experimental y temporal.

A nivel de resultados en un comienzo se logran definir las curvas de calibración de los diferentes espumantes y tipo de aguas sin problema, pudiéndose observar la relación esperada de que al aumentar la concentración de espumante se podrá prevenir la coalescencia de burbujas consecutivas a un mayor flujo; el cual es proporcionado por el capilar de 254 micrones. Todas las curvas de calibración mostraron una relación directa entre la concentración de espumante y el flujo mínimo de aire al cual se produce la coalescencia de burbujas consecutivas, sin embargo, esta relación no es proporcional ni fácil de describir con una ecuación única, por lo que se describe con la mayor cantidad de punto posibles y generando una relación lineal entre puntos, lo que genera una seguidilla de rectas diferentes que describen a la curva en su totalidad.

Las muestras generadas en las pruebas de la columna de flotación cumplieron la finalidad de tener una concentración diferente a la inicial, lo que indica una partición del espumante entre la fase de espuma y la fase de pulpa, lo cual permite generar muestras de concentración de espumante desconocidas para poder medir con el sensor PC y contrarrestar con el análisis TOC.

Las curvas de calibración de los análisis TOC presentadas en el punto 5.3 presentan una relación directa entre el contenido de espumante y la medición de carbono orgánico total, con un comportamiento muy similar a una recta, presentada como ecuación para cada uno de los espumantes testeados. Lo anterior respalda el definir al análisis TOC como una forma de representación del concentración de espumante, dando un apoyo sólido para elegir esta técnica como capaz de validar las mediciones del sensor PC.

Con respecto a los resultados principales se analizó la concentración de espumante mediante el sensor PC desde las muestras obtenidas de las pruebas de flotación, midiéndose flujos que están dentro del rango esperado (proporcionado por la curva de calibración). Para las mediciones no se presentaron outliers ni problemas de medición, logrando obtener la concentración de espumante de todas las muestras en un tiempo menor a 5 minutos para cada caso. Para los resultados de

análisis TOC (carbono orgánico total) se logró con facilidad definir rectas de relación entre el contenido TOC y la concentración de espumante, los cuales permitieron obtener las concentraciones de espumante de las muestras.

Los resultados de la medición de concentración de espumante por el sensor PC y por análisis TOC fueron comparados lográndose observar una muy buena correlación entre los valores, la cual corresponde a un 99,7%. Estos indicadores permiten definir la validación de la técnica de medición indirecta de la concentración de espumante por medio del sensor PC, siguiendo el protocolo del punto 5.8. También se ve la reproducibilidad de la técnica midiendo la desviación estándar relativa de resultados para pruebas con iguales condiciones, en donde se define que la desviación estándar relativa de toda una curva de calibración es de 1,66%.

En base a los resultados de este trabajo se observa que la técnica de medición es muy precisa para determinar la concentración de los espumantes estudiados, lo cual es respaldado por resultados de análisis de carbono orgánico total.

Con respecto a la comparación de aguas, realizando las curvas de calibración de aguas destilada y de proceso, se observa que los flujos mínimos a los cuales ocurre la coalescencia de las burbujas consecutivas son mayores para las aguas de procesos, lo cual se debe a su mayor concentración de reactivo residual. Gracias a esta relación se puede inferir que el sensor PC es sensible al aumento de concentración de espumante, pero también a otros agentes que previenen la coalescencia de burbujas, apoyando aun más el tesis de que la presencia de sales previene la coalescencia [15,70]. Además se encontró una relación en el tipo de espumante y los flujos mínimos y la prevención de la coalescencia.

En las pruebas con colector Xantato, en donde se construyen curvas de prevención de coalescencia a diferentes concentraciones del reactivo se observa que no tiene influencia sobre la prevención de coalescencia, lo cual apoya aún más la técnica como método de medición de la concentración de espumante, ya que no afecta la presencia de este reactivo (muy común en los procesos de flotación) en las mediciones.

En el estudio de los métodos previos para la medición de espumante, se estableció de que no existe en la actualidad una técnica precisa que permita medir la concentración de espumante para bajas cantidades presentes, es decir, en el rango de operación actual de las plantas de flotación (0-20 ppm). Por lo anterior, el desarrollo de esta técnica significa una contribución significativa al análisis del proceso y para tener un control sobre la operación, además de permitir medir la

calidad de insumos adquiridos por la empresa, ya que es posible usar la habilidad de los espumantes de prevenir la coalescencia para generar un método de medición de la concentración de espumante en flotación.

# 7. TRABAJO FUTURO

Considerando el protocolo planteado en el capítulo 5.8 se ve necesario asegurar que otros agentes no afecten a la prevención de coalescencia, por lo que se propone generar curvas de calibración con la incorporación de otros reactivos como modificadores y colectores para representar de mejor manera las condiciones del proceso.

### 8. REFERENCIAS

- [1] Proyecto Fondecyt 1110173, 2011. "To study, both theoretically and experimentally, bubble coalescence in presence of frothers and other agents, e.g., mineral particles and salts".
- [2] Cochilco, "Procesamiento de minerales sulfurados", proyecto de educación y minería [en línea] <edumineria.cochilco.cl/material/textos/proceso/procesamiento.ppt.> [consulta 8 de octubre 2012]
- [3] Kracht, Willy. 2012. Apunte de concentración de minerales. Departamento de Minería, Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas, Universidad de Chile.
- [4] Codelco educa [en linea]. <a href="https://www.codelcoeduca.cl/proceso/flotacion/tprofundizacion.html">https://www.codelcoeduca.cl/proceso/flotacion/tprofundizacion.html</a>> [Consulta 8 de octubre 20012].
- [5] Hadler, k., Aktas, Z., Cilliers, J., 2005. The effects of frother and collector distribution on flotation performance. Minerals Engineering 18 (5), 171-177.
- [6] Pugh, R.J., 2001. Dynamic surface tension measurements in mineral flotation and de-inking flotation systems and the development of the on line dynamic surface tension detector (DSTD). Minerals Engineering 14 (9), 1019–1031.
- [7] Comley, B.A., Harris, P.J., Bradshaw, D.J., Harris, M.C., 2002. Frother characterisation using dynamic surface tension measurements. International Journal of Mineral Processing 64 (2–3), 81-100.
- [8] Cho, Y. S, and Laskowski, J. S., 2002. Effect of flotation frothers on bubble size and foam stability||, International Journal of Mineral Processing 64 (2-3) 69-80.
- [9] Azgomi, F., Gomez, C.O., and Finch, J.A., 2007b. "Correspondence of gas holdup and bubble size in presence of different frothers". International Journal of Mineral Processing 83, 1-11.
- [10] Moyo, P., Gómez, C.O., Finch, J.A., 2007. Characterization of frothers using water carrying rate. Canadian Metallurgical Quarterly, 429-442
- [11] Azgomi, F, Gomez, C.O., Finch, J.A., 2007. "Characterizing frothers using gas hold-up", Canadian Metallurgical Quarterly 46 (3), 237-242.
- [12] Zhang, W., Zhu, S., Finch, J., 2013. "Frother partitioning in dual-frother systems: Development of analytical technique". International Journal of Mineral Processing.
- [13] Metso Minerals CBT (Computer Based Training), 2002. Mill Operator Training Package. Flotaion Module. Formerly Brenda Process Technology CBT (Computer Based Training) (1996). Mill Operator Training Package. Flotation Module.

- [14] Kracht, W., Finch, F.A., 2009. Using sound to study bubble coalescence. Journal of Colloid and Interface Science 332, 237-245.
- [15] Andres Rebolledo, 2012, "Estudio de coalescencia de burbujas durante su formación en un tubo capilar en presencia de sales, espumante y sólidos mediante el uso de una técnica acústica". Memoria para optar al título de ingeniero civil de minas, Departamento de minería de la Universidad de Chile.
- [16] Gélinas, S., Finch, J.A., 2005. Colorimetric determination of common industrial frothers. Minerals Engineering 18, 263-266.
- [17] Gélinas, S., Finch, J.A., 2007. Frother analysis: Some plant experiences. Minerals Engineering 20, 1303-1308.
- [18] Azgomi, F., 2006. Characterizing frothers by their bubble size control properties. Tesis (Máster en Ingeniería). Montreal, Canadá. McGill University, Departamento de Minería e Ingeniería de Metales y Materiales.
- [19] Crabtree EH, Vincent JD. In: Fuerstenau DW, editor. Froth flotation: 50<sup>th</sup> anniversary volume. New York: The American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers; 1962.
- [20] Osvaldo, Pavez. 2009. Apunteconcentración de minerales I. Departamento de Metalurgia, Facultad de ingeniería, Universidad de Atacama.
- [21] Zhang, Weing., 2006 Water overflow rate and bubble surface area flux in flotation. Tesis (Máster en Ingeniería). Montreal, Canadá. McGill University, Departamento de Minería e Ingeniería de Materiales.
- [22] Moyo, P., Gomez C.O., and Finch, J.A., 2007. Characterizing Frothers using water carrying rate. Department of Mining, Metals and Materials Engineering, McGill University, Canadian Metallurgical Quarterly 46 (3), 215-220.
- [23] Barbian, N., Cilliers, J.J., Morar, S.H., and Bradshaw, D.J., 2007. "Froth Imaging, Air Recovery and Bubble Loading to Describe Flotation Bank Performance". International Journal of Mineral Processing 84 (1-4), 81-88.
- [24] Smith, P.G., and Warren, L.J., 1989. "Entrainment of Particles into Flotation Froths", In: J.S. Laskowski, Editor, Frothing in Flotation, Gordon and Breach, New York, USA, 123-145.
- [25] Schwarz, S., Alexander, D., 2006. Gas dispersion measurements in industrial flotationcells. Minerals Engineering 19 (6-8), 554-560.
- [26] Gomez, C.O., Finch, J.A., 2007. Gas dispersion measurements in flotation cells. International Journal of Mineral Processing 84 (1-4). 51-58.

- [27] Gorain, B.K., Napier-Munn, T.J., Franzidis, J.P, Manlapig, E.V., 1998. Studies on impeller type, impeller speed and air flow rate in an industrial scale flotation cell, Part 5: Validation of k-Sb relationship and effect of froth depth. Minerals Engineering 11 (7), 615-626.
- [28] Finch J. A. and Dobby G. S., 1990. "Column Flotation", Pergamon Press, New York.
- [29] Dahlke R., Scott D., Leroux D., Gomez C.O. and Finch J. A., 2001. "Trouble Shooting Flotation Cell Operation Using Gas Velocity Measurements", In: Proceedings-33rd Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors (division of CIM), January 23–25, 359–370.
- [30] Prince M.J., Blanch H.W., 1990. "Bubble Coalescence and Break-Up in Air-Sparged Bubble Columns". American Institute of Chemical Engineers (AIChE Journal) 36, 1485-1499.
- [31] Nesset J.E., Hemandez-Aguilar J.R, Acuna C., Gómez C.O. and Finch J.A., 2005. "Some gas Dispersion Characteristics of Mechanical Flotation Machines", Proceedings of International Conference SME-IMM, Centenary of Flotation, Edited by Jarneson O., Yoon R.-H. Brisbane, Australia, 243-250.
- [32] Gómez, C.O., 2012, "Espumante en flotación: roles y efectos", Department of Mining, Metals and Materials Engineering, McGill University.
- [33] Hernandez-Aguilar, J.R., Gomez, C.O., Finch, J.A., 2002. A technique for the direct measurement of bubble size distribution in industrial flotation cells. Proceedings 34th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors. CIM, 389–402.
- [34] Rodrigues, R.T., Rubio, J., 2003. New basis for measuring the size distribution of bubbles. Minerals Engineering 16, 757–765.
- [35] Xu, M., Finch, J.A., and Uribe-Salas, A., 1991. "Maximum Gas and Bubble Surface Area Rates in Flotation Columns", International Journal of Mineral Processing 32, 233-250.
- [36] Gorain, B.K., Franzidis, J.P., and Manlapig, E.V., 1997. "Studies on Impeller Type, Impeller Speed and Air Flow Rate in an Industrial Scale Flotation Cell. Part 4: Effect of Bubble Surface Area Flux on Flotation Performance", Minerals Engineering 10, 367-379.
- [37] Luttrell, G., and Yoon, R., 1992. "A Hydrodynamic Model for Bubble Particle Attachment". Journal of Colloid and Interface Science 154 (1), 129-137.
- [38] Finch, J.A., Gomez C.O., Hardie, C., Leichtle, G., Filippone, R. and Leroux, D., 1999. "Bubble Surface Area Flux: a Parameter to Characterise Flotation Cells", in Proceedings of the 31 st Canadian Mineral Processors Conference, Ottawa, 199-210
- [39] Gomez, C.O., Finch J.A., 2002. "Gas Dispersions in Flotation Machines", CIM Bulletin 95, 73-78.
- [40] Hemandez H., Gomez C.Q. and Finch J.A., 2001. "A Test of the Flotation Rate vs. Bubble Surface Area Flux Relationship", Preceding 4th UBC-McGill Symposium on

- Fundamentals in Mineral Processing, Edited by Finch J.A., Rao S.R. and Huang L., Met. Soc. CIM, Toronto, 59-74.
- [41] Finch J.A., Xiao J., Hardie C. and Gomez, C.O.,2000. "Gas Dispersion Properties: Bubble Surface Area Flux and Gas Holdup", Minerals Engineering 13 (4), 365-372.
- [42] Neethling, S.J., J.J. Cilliers, 2003. "Modelling flotation froths", International Journal of Mineral Processing 72, 267–287.
- [43] Brakke, K., "Surface Evolver", University of Minnesota: Geometry Centre, http://www.geom.umn.edu.
- [44] Finch, J.A., Acuna, C., Nesset, J.E., 2008. "Role of frother on bubble production and behaviour in flotation", Minerals Engineering 21, 949–957.
- [45] Pugh, R.J., 2007. The physics and chemistry of frothers. In: Fuerstenau, M.C., Jameson, G., Yoon, R.H. (Eds.), Froth Flotation: A Century of Innovation. SME, 259–282.
- [46] Laskowski, J.S., 2003. Fundamental properties of flotation frothers. In: Lorenzen, L., Bradshaw, D.J. (Eds.), Proceedings XXIInd International Mineral Processing Congress. S. African IMM, 788–797.
- [47] Nesset, J.E., Finch, J.A., Gomez, C.O., 2007. Operating variables affecting the bubble size in forced-air mechanical flotation machines. In: Proceedings AusIMM 9<sup>th</sup> Mill Operators' Conference, Fremantle, Australia, 66–75.
- [48] American Cyanamid Company, "Mining Chemicals Handbook", USA, 1986.
- [49] Klimpel R.R., Hansen R.D., 1998. "Reagents in Mineral Technology", Surfactant Science Series 27, 385-409.
- [50] Smith, P.G. and Warren, L.J., 1989. Entrainment of particles into flotation froths, Frothing in flotation I: Edited by Laskowski, J.S., 123-145.
- [51] Finch, J.A., Gélinas, S., Moyo, P., 2006. "Frother-related research at McGill University", Minerals Engineering 19, 726-633.
- [52] Tsatouhas, G., Grano, S.R., Vera, M., 2005. Case studies on the performance and characterization of the froth phase in industrial flotation circuits. In: Jameson, G., Yoon, R.-H. (Eds.), Centenary of Flotation. Proceedings of International Conference. SME-AusIMM, Brisbane, 377–384.
- [53] Weber, T., Gomez, C.O., Finch, J.A., 2003. A frother concentration meter, In: Proceedings of the 35th Annual Meeting of the Canadian Mineral Processors (division of CIM), Jan 21–23, 639–652.

- [54] Parkhomovski, V.L., Petrunyak, D.G., Paas, L., 1976. Determination of methylisobutylcarbinol in waste waters of concentration plants. Obogashchenie Rud 21 (2), 44 45.
- [55] Coles, H.W., Tournay, W.E., 1942. The Komarowsky color reaction for aliphatic alcohols. Ind. Eng. Chem. Anal. Ed. 14 (1), 20–22.
- [56] Sweet, C., Van Hoogstraten, J., Harris M. and Laskowski, J.S., 1997. "The Effect of Frothers on Bubble Size and Frothability of Aqueous Solutions", Proceedings of the Second UBC-McGill Bi-annual International Symposium of Fundamentals of Mineral Processing, August 17-19, Finch, J.A., Rao, S.R. and Holubec, I. eds., Sudbury, Ontario, 235-245.
- [57] Cappuccitti, F., Finch, J.A., 2008. Development of new frothers through hydrodynamic characterization. Minerals Engineering 21, 944–948.
- [58] Zanin, M., Grano, S.R., 2006. Selecting frothers for the flotation of specific ores by means of batch scale foaming tests. In: MetPlant06, Perth, WA 18–19 September, 339–349.
- [59] Cytec, 2002. Mining Chemicals Handbook, revised ed., 121–123.
- [60] Azgomi, F., Gomez, C.O., Finch, J.A., 2009. "Frother persistence: A measure using gas holdup", Minerals Engineering 22, 874–878
- [61] Tan, Su Nee, Pugh, R.J., Fornasiero, D., Sedev, R., and Ralston, J., 2005. Foaming of polypropylene glycols and glycol/MIBC mixtures, Minerals Engineering 18, 179–188.
- [62] Klimpel, R., Isherwood, S., 1991. Some industrial implications of changing frother chemical structure. International Journal of Mineral Processing 33, 369–381.
- [63] Elmahdy, A.M., Finch, J.A., 2009. Effect of frother blends on hydrodynamic properties. In: Gomez, C.O., Nesset, J.E., Rao, S.R. (Eds.), Proceedings of 48th Annual Conference of Metallurgists of CIM, Advances in Mineral Processing Science and Technology. CIM, Canadian Mining and Metallurgical Society, Sudbury, Ontario, August 23–26, 125–133.
- [64] Ahmed, M., 2011. Frother Blends in Flotation: Polyglycols and Alcohols. Department of Mining and Materials Engineering, McGill University.
- [65] Knuutila, D., 2007. Master Thesis, McGill University.
- [66] Laskowski, J. S, Tlhone, T., Williams, P., and Ding, K., 2003. Fundamental properties of polyoxypropylene Alkyl ether flotation frothers, International Journal of Mineral Processing 72, 289-299.
- [67] Albijanic, B., Ozdemir, O., Nguyen, A. V., and Bradshaw D., 2010. "A review of induction and attachment times of wetting thin films between air bubbles and particles and its relevance in the separation of particles by flotation", Advances in Colloid and Interface Science, 159 (1), 1-21.

- [68] Lehr, F., Millies, M., and Mewes, D., 2002. "Bubble-Size distributions and flow fields in bubble columns", AIChE Journal 48 (11), 2426-2443.
- [69] Marrucci, G., 1969. "A theory of coalescence", Chemical Engineering Science 24 (6), 975-985.
- [70] Craig, V.S.J., 2004. "Bubble coalescence and specific-ion effects", Current Opinion in Colloid & Interface Science 9 (1-2), 178-184.
- [71] Rao, S.R., and Leja, J., 2004. Surface chemistry of froth flotation, Second edition, Kluwer Academic, New York.
- [72] Grau, R.A., Laskowski, J.S., 2006. Role of frothers in bubble generation and coalescence in a mechanical flotation cell. The Canadian Journal of Chemical Engineering 84. 170-182.
- [73] Drogaris, G., Weiland, P., 1983. Coalescence behaviour of gas bubbles in aqueous solutions of n-alcohols and fatty acids. Chemical Engineering Science 38 (9), 1501-1506.
- [74] Kim, J.W., Lee, W.K., 1988. Coalescence behavior of two bubbles growing side-by-side. Journal of Colloid and Interface Science 123 (1), 303-305.
- [75] Quinn, J.J., Kracht, W., Gomez, C.O., Gagnon, C., Finch, J.A., 2007. Comparing the effect of salts and frother (MIBC) on gas dispersion and froth properties. Minerals Engineering 20, 1296-1302.
- [76] Keitel, G., Onken, U., 1982. Inhibition of bubble coalescence by solutes in air/water dispersions. Chemical Engineering Science 37 (11), 1635-1638.
- [77] Van der Zon, M., Hamersma, P.J., Poels, E.K., Bliek, A., 2002. Coalescence of freely moving bubbles in water by the action of suspended hydrophobic particles. Chemical Engineering Science 57, 4845-4853.
- [78] Prosperetti, A. and Oguz, H., 1993. The impact of drops on liquid surfaces and the underwater noise of rain, Ann. Rev. Fluid Mech. 25, 577–602.
- [79] Minnaert, M., 1933. On musical air bubbles and the sound of running water, Phil. Mag. 16, 235–248.
- [80] Boyd, J.W.R. and Varley, J., 2001. The uses of passive measurement of acoustic emissions from chemical engineering processes, Chemical Engineering Science 56, 1749–1767.
- [81] Prosperetti, A. and Oguz, H., 1993. The impact of drops on liquid surfaces and the underwater noise of rain, Ann. Rev. Fluid Mech. 25, 577–602
- [82] P. Dawson, Eur. J. Radiol. 41 (2002) 176–178.
- [83] T.G. Leighton, A. Walton, Eur. J. Phys. 8 (1987) 98–104.

## ANEXO A. DENSIDAD DE ESPUMANTES.

Para la densidad de espumantes se mide la masa de un volumen de control y por relación directa se determina su densidad con la siguiente ecuación.

$$\rho \ \left[ \frac{gr}{ml} \right] = \frac{M[gr]}{V[ml]}$$

A continuación se muestran las mediciones y el resultado estadístico para cada uno de los espumantes.

Tabla 17 Medidas de densidad para MIBC

MIBC					
Volumen [ml] Masa [gr] Densidad [gr/ml]					
1	0,8050	0,8050			
1	0,801	0,801			
1	0,81	0,81			
1	0,801	0,801			
1	0,811	0,811			
1	0,803	0,803			
Promedio	0,805	0,805			

Tabla 18 medición de densidad para BLEND

BLEND				
Volumen [ml] Masa [gr] Densidad [gr/ml				
25	20,891	0,8356		
25	20,919	0,8367		
25	20,911	0,8364		
25	20,898	0,8359		
25	20,889	0,8355		
<b>25</b> 20,895 0,8358				
Promedio	20,900	0,836		

Tabla 19 Medición de densidad para Oreprep F549

Oreprep F549				
Volumen [ml] Masa [gr] Densidad [gr/ml]				
10	9,987	0,9987		
<b>10</b> 9,564		0,9564		
10	9,664	0,9664		
10	9,521	0,9521		
10	9,563	0,9563		
<b>10</b> 9,450 0,945				
<b>Promedio</b> 9,625 0,9624				

### ANEXO B. FLUJO DEL ROTAMETRO

Para calibrar el rotámetro que se usa para manipular la dosificación de aire a la celda de flotación se realiza la técnica de la probeta invertida, fijando un volumen de 600 ml a llenar con aire y se miden sus tiempo para determinar el flujo.

La columna tiene un área transversal de 43,0 cm², valor que se usa para definir la velocidad superficial de gas. El rotámetro está separado con los valores de 1 a 10 y en la siguiente tabla se indica su relación real con el flujo que regula.

Tabla 20 Calibración de rotámetro

[SCFH]	Tiempo [seg]	[SCCH]	[SCCM]
10	8,46	255.319	4.255,3
9.5	9,1	237.363	3.956,0
9	9,72	222.222	3.703,7
8.5	10,22	211.350	3.522,5
8	10,71	201.681	3.361,3
7.5	11,41	189.308	3.155,1
7	12,22	176.759	2.946,0
6.5	13,19	163.760	2.729,3
6	14,09	153.300	2.555,0
5.5	15,22	141.919	2.365,3
5	16,66	129.652	2.160,9
4.5	17,88	120.805	2.013,4
4	20,78	103.946	1.732,4
3.5	23,72	91.062	1.517,7
3	28	77.143	1.285,7
2.5	33,03	65.395	1.089,9
2	40,16	53.785	896,4
1.5	49,34	43.778	729,6
1	71,72	30.117	502,0
0.5	N/I	N/I	N/I
0	0	0	0

A continuación se muestra la relación del flujo con la velocidad superficial

Tabla 21 Flujos y velocidad superficial de flujo.

Jg [cm/s]	Qg [cc/s]	Qg[cc/min]
0	0	0.0
0.25	10,75	645,1
0.5	21,50	1.290,3

0.75	32,25	1.935,4
1	43,00	2.580,5
1.25	53,76	3.225,6
1.5	64,51	3.870,8
1.75	75,26	4.515,9
2	86,01	5.161,0

# ANEXO C. VOLUMENES DE ADICIÓN

Tabla 22 Volúmenes de adiciones de espumantes para curvas de calibración

Concentración	Adiciones		
[ppm]	MIBC [μl]	BLEND [μl]	F549 [μl]
1	6.2	6.0	5.2
2	12.4	12.0	10.4
3	18.6	17.9	15.6
4	24.8	23.9	20.8
5	31.1	29.9	26.0
6	37.3	35.9	31.2
7	43.5	41.9	36.4
8	49.7	47.8	41.6
9	55.9	53.8	46.8
10	62.1	59.8	52.0
11	68.3	65.8	57.2
12	74.5	71.8	62.4
13	80.7	77.8	67.6
14	87.0	83.7	72.8
15	93.2	89.7	78.0
16	99.4	95.7	83.2
<b>17</b>	105.6	101.7	88.4
18	111.8	107.7	93.6
19	118.0	113.6	98.8
20	124.2	119.6	104.0
21	130.4	125.6	109.1
22	136.6	131.6	114.3
23	142.9	137.6	119.5
24	149.1	143.5	124.7
25	155.3	149.5	129.9

# ANEXO D. CURVAS DE CALIBRACIÓN

Las curvas de calibración son construidas con el mínimo flujo al cual ocurre la coalescencia, y son la unión de puntos contiguos que marcan el flujo y la concentración de espumante.

Tabla 23 Curva de calibración de agua potable & MIBC

MIBC			
Concentración [ppm]	Flujo de aire [sccm]		
0	6,1		
2	6,23		
4	9,58		
6	10,27		
8	10,8		
10	11,62		
12	12,02		
14	12,77		
16	12,92		
18	13		
20	13,27		
22	14,1		
24	14,47		
25	14,6		

Tabla 24 Curva de calibración de agua potable con BLEND

BLEND			
Concentración [ppm]	Flujo de aire [sccm]		
0	5,1		
2	5,2		
4	6,3		
6	8,5		
8	9,15		
10	9,7		
12	10,21		
14	10,91		
16	11,36		
18	11,6		
20	12,1		
22	12,3		
24	12,6		
25	12,91		

Tabla 25 Curva de calibración de agua potable & Oreprep F549

Oreprep F549			
Concentración [ppm]	Flujo de aire [sccm]		
0	6		
2	6,2		
4	10,68		
6	11,23		
8	11,57		
10	11,98		
12	12,6		
14	12,87		
<b>16</b> 12,97			
18	13,27		
20	13,53		
22	14,13		
24	14,52		
25	14,65		

Tabla 26 Curva de calibración de comparación de aguas

[ppm]	Dest & BLEND	Proc & BLEND	Dest & MIBC	Proc & MIBC
	[sccm]	[sccm]	[sccm]	[sccm]
0	5,68	6,03	5,63	6,06
2	5,81	7,96	5,71	8,2
4	6,38	8,81	6,01	8,63
6	8,4	9,50	7,76	9,4
8	8,86	10,56	8,13	10,06
10	9,7	10,95	8,81	10,6
12	10,36	11,33	9,56	11,33
14	10,81	12,10	10,36	11,65
16	11,11	12,81	10,95	11,93
18	11,3	13,30	11,3	12,4
20	11,7	13,63	11,51	13,03

Tabla 27 Reproducibilidad de Curva de calibración Destilada & BLEND

Reprod	ucibilidad			
D&B	D&B 2	Promedio	Desv. Estándar	Desv Estándar Relativa
[sccm]	[sccm]	[sccm]		
5,68	5,6	5,64	0,05892	0,0104
5,82	5,63	5,72	0,12963	0,0226
6,38	5,8	6,09	0,41247	0,0677
8,40	8,78	8,59	0,27105	0,0315
8,87	9,2	9,03	0,23570	0,0260
9,70	9,83	9,76	0,09428	0,0096
10,37	10,4	10,38	0,02357	0,0022
10,82	10,85	10,83	0,02357	0,0021
11,12	11,11	11,11	0	0
11,30	11,41	11,35	0,08249	0,0072
11,70	11,75	11,72	0,03535	0,0030
Promedio de desviación estándar relativa [%]			1,6619	

## ANEXO E. MEDICIONES TOC

En este apartado se indican los resultados de análisis de carbono orgánico total de las muestras de concentración conocida con su recta respectiva y de las submuestras desconocidas que permiten definir su concentración de espumante y validar la técnica de medición con el sensor PC. Las muestras de agua sin adición de espumante marcaron un valor de 0,17 [mgr/Lt], el cual es utilizado para corregir los resultados.

Tabla 28 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para MIBC

TOC medido [mg/Lt]	MIBC	TOC corregido [mg/Lt]
0,99	1	0,818
2,38	2.5	2,208
3,4	5	3,228
3,5	7.5	3,328
4,8	10	4,628
5,15	12.5	4,978
7,16	15	6,988
8,54	20	8,368
10,8	25	10,628

Tabla 29 Parámetros recta para TOC vs MIBC

Coef Posición	0,795
Pendiente	0,386

Tabla 30 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para BLEND

TOC medido [mg/Lt]	Blend [ppm]	TOC corregido [mg/Lt]
0,83	1	0,66
1,27	2,5	1,10
2,18	5	2,01
3,31	7,5	3,14
4,31	10	4,14
5,8	12,5	5,63
6,08	15	5,91
8,7	20	8,53
10,2	25	10,03

Tabla 31 Parámetros recta para TOC vs BLEND

Coef Posición	0,156
Pendiente	0,403

Tabla 32 Medición TOC y su corrección de muestras de concentración conocida para Oreprep F549

TOC medido [mg/Lt]	Oreprep F549	TOC Corregido [mg/Lt]
0,89	1	0,718
1,88	2,5	1,708
4,04	5	3,868
4,81	7,5	4,638
6,12	10	5,948
7,68	12,5	7,508
9,68	15	9,508
13,2	20	13,028
16,9	25	16,728

Tabla 33 Parámetros recta para TOC vs Oreprep F549

Coef Posición	-0.06
Pendiente	0.652

ANEXO F. COMPARACIÓN RESULTADOS TOC Y SENSOR PC

Prueba	TOC	Sensor PC	Promedio	Error cuadrático medio
P1A	6,33	6,11	6,22	0,0488
P1B	11,70	11,40	11,55	0,0881
P1C	17,14	15,73	16,44	1,9712
P1D	22,68	22,00	22,34	0,4642
P1E	25,92	25,76	25,84	0,0255
P2A	15,74	15,73	15,74	0,0000
P2B	18,07	18,00	18,03	0,0049
P2C	15,82	15,73	15,77	0,0068
P2D	15,97	15,73	15,85	0,0567
P2E	16,08	15,73	15,90	0,1168
P3A	1,97	2,00	1,99	0,0009
<b>P3B</b>	4,33	4,27	4,30	0,0030
P3C	4,30	4,36	4,33	0,0037
P3D	4,90	4,91	4,90	0,0001
<b>P3E</b>	6,26	6,31	6,29	0,0020
P4A	16,73	16,33	16,53	0,1610
P4B	15,25	15,29	15,27	0,0019
P4C	15,79	15,73	15,76	0,0034
P4D	16,73	16,33	16,53	0,1610
P4E	15,64	15,73	15,69	0,0082
P5A	4,98	5,16	5,07	0,0320
P5B	9,72	9,61	9,67	0,0130
P5C	13,63	13,48	13,56	0,0236
P5D	19,06	19,00	19,03	0,0041
P5E	22,41	22,87	22,64	0,2150
P6A	13,68	13,48	13,58	0,0398
P6B	14,42	14,60	14,51	0,0334
P6C	12,96	12,74	12,85	0,0481
P6D	13,60	13,48	13,54	0,0151
<b>P6E</b>	12,78	12,74	12,76	0,0013
	Suma del error cuadrático medio		0,3442	