

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA
FACULTAD DE INGENIERIA GEOLOGICA MINERA Y METALURGICA
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA METALURGICA



**EVALUACIÓN DE VARIABLES SIGNIFICATIVAS EN LA
FLOTACIÓN DE RELAVES MAGNÉTICOS**

**INFORME DE SUFICIENCIA
PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE INGENIERO
METALURGISTA**

PRESENTADO POR:

RICKY FERNANDO TAPIA ZAVALA

ASESOR:

ING. MARÍA FLOR SUAREZ SANCHEZ

LIMA – PERU

2013

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado a mis padres a mi Madre por ser la constante motivación en todos mis días y a mí Padre por darme siempre el apoyo en todas mis decisiones. A ellos les debo mis logros.

RESUMEN

El presente informe desarrolla el tema de flotación de minerales de relaves magnéticos, lo cual se encuentra desarrollado en cinco capítulos, en el primer capítulo se plantea las consideraciones que se han tomado para realizar el presente estudio y se determinan los objetivos a alcanzar, el segundo capítulo se caracteriza la muestra de relaves magnéticos a tratar por flotación por espumas; en el tercer capítulo se plantea la parte experimental y los procedimientos llevados a cabo para obtener los datos necesarios para aplicar el diseño experimental que nos permitirá determinar las variables significativas que afectan la flotación para este caso; el cuarto capítulo plantea el diseño experimental y se procede a los cálculos de efectos y varianzas que nos llevarán a determinar un modelo matemático codificado que posteriormente será decodificado para obtener un modelo a escala natural en el que se construirán las superficies de respuesta de las variables significativas que nos permitirá predecir los resultados que se obtendrán al flotar dichos relaves magnéticos. En el capítulo cinco se discutirán y analizarán los resultados obtenidos que dan respuesta a los objetivos planteados.

Este estudio se planteó pensando en obtener un mayor beneficio, al tratar los relaves magnéticos que poseen alto contenido plata cobre y plomo, que actualmente no se tratan y se dan a terceros.

El trabajo se planteó aplicando diseño experimental para justificar de una manera correcta el trabajo realizado y no caer en presunciones empíricas que llevarían a cometer errores perjudiciales para el proceso.

ABSTRACT

This report develops the theme of flotation of tailings magnetic minerals, which is developed in five chapters. The first chapter presents the considerations that have been taken to carry out this study and determine the objectives to be achieved. Then, the second chapter gives a scope of material to be treated by flotation in this case are the tailings from magnetic concentrates. The experimental part and the procedures carried out to obtain the data necessary to apply the experimental design that allow us to determine the significant variables which affect the flotation in this case are developed in the third chapter. Moreover, the fourth chapter presents the experimental design and proceeds to the calculations of effects and variances to be taken to determine an encoded mathematical model which will then be decoded to obtain a full-scale model that which made the response surfaces of significant variables that let us to predict the results to be obtained by floating these magnetic tailings. Finally, the chapter five gives the conclusions comprising results that respond to the objectives.

This study set out planning to get a greater benefit, treat magnetic tailings that have high content of minerals such as silver, copper and lead, which are currently not treated and given to third parties for this procedure.

INDICE

	Pág.
INTRODUCCIÓN	10
CAPITULO I	
PLANTEAMIENTO Y OBJETIVOS	12
1.1. Planteamiento de los estudios	12
1.1. Objetivos	13
1.2.1. Generales	13
1.2.2. Específicos	13
1.2. Hipótesis	13
1.3. Variables	14
1.3.1. Independientes Controlables	14
1.3.2. Dependientes	14
1.4. Justificación del estudio	14
CAPITULO II	
CARACTERÍSTICAS DE LOS RELAVES MAGNÉTICOS	15
2.1. Procedencia	15
2.2. Análisis mineralógico por microscopía óptica	16
2.3. Minerales presentes en relaves Magnéticos	18
2.4. Características generales de relaves magnéticos	18
CAPITULO III	
PARTE EXPERIMENTAL	18
3.1. Concepto de Optimización por Diseño Experimental	18
3.2. Elección de variables para el diseño experimental	21
3.2.1. Clasificación de variables	21
3.2.2. Efectos de las variables seleccionadas	23

3.3. Metodología del Trabajo	24
3.3.1. Preparación de la Muestra	24
3.3.2. Determinación del Peso Específico del Mineral	26
3.3.3. Determinación de la Curva de Cinética de Molienda	28
3.4. Prueba de Cinética de Flotación	30
3.5. Pruebas de flotación para diseño experimental	37
3.5.1. Condiciones de Operación Etapa de Molienda	38
3.5.2. Resultados Obtenidos	43
CAPITULO IV	
OPTIMIZACIÓN POR DISEÑO EXPERIMENTAL	47
4.1. Introducción	47
4.2. Diseño experimental con dos o más factores	47
4.2.1. Diseño Factorial 2^k	47
4.2.2. Diseño 2^k para $k = 3$ factores	49
4.3. Diseño Factorial 2^k con Réplica en el Punto Central del Diseño	50
4.4. Selección de Variables	51
4.5. Cálculo de Efectos	52
4.6. Análisis de Varianza	56
4.7. Modelo Matemático	59
4.8. Análisis de Residuos	60
4.9. Decodificación del modelo a escala natural	62
CONCLUSIONES	67
BIBLIOGRAFIA	68
ANEXOS	

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 2.1: Esquema de proceso de concentración de mineral Magnético	16
Figura 3.1: Sistemas Experimental en Flotación	19
Figura 3.2: Relave magnético acopiado para su muestreo	24
Figura 3.3: Obtención de muestras por Cúmulos mediante paleo Fraccionado	25
Figura 3.4: Partidor Jones estacionario	26
Figura 3.5 Molino de Laboratorio Experimental	28
Figura 3.6 Cinética de Molienda	30
Figura 3.7: Cinética de Flotación de Ag Ajustada	35
Figura 3.8: Cinética de Flotación de Cu Ajustada	36
Figura 3.9: Cinética de Flotación de Pb Ajustada	36
Figura 4.1 Representación espacial de un diseño factorial 2^3	50
Figura 4.2: Representación Espacial de un Diseño Factorial 2^3 con Replica en el Punto Central	51
Figura 4.3: Superficie de Respuesta %Sólido vs pH	65
Figura 4.4: Superficie de Respuesta pH vs %Sólido	66

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 2.1: Minerales no asociados en Relave Magnético	18
Tabla 2.2: Características Generales de Relave Magnético	18
Tabla 3.1: Elementos del Sistema Experimental en Flotación	19
Tabla 3.2: Resultado de la Gravedad Especifica	27
Tabla 3.3 Distribución de tamaños de bolas en la carga del Molino	29
Tabla 3.4 Porcentaje pasante acumulado para las pruebas de Molienda	29
Tabla 3.5: Condiciones de Operación y Dosificación de reactivos para Prueba de Cinética de Flotación	31
Tabla 3.6: Pruebas de Cinética de Flotación	31
Tabla 3.7: Cálculos de lineación	33
Tabla 3.8: Condiciones de Etapa de Molienda	37
Tabla 3.9: Condiciones de Operación (Prueba N° 1)	38
Tabla 3.10: Condiciones de Operación (Prueba N° 2)	38
Tabla 3.11: Condiciones de Operación (Prueba N°3)	39
Tabla 3.12: Condiciones de Operación (Prueba N°4)	39
Tabla 3.13: Condiciones de Operación (Prueba N°5)	40
Tabla 3.14. Condiciones de Operación (Prueba N°6)	40
Tabla 3.15: Condiciones de Operación (Prueba N° 7)	41
Tabla 3.16: Condiciones de Operación (Prueba N° 8)	41
Tabla 3.17: Condiciones de Operación (Prueba N°9)	42
Tabla 3.18: Condiciones de Operación (Prueba N° 10)	42
Tabla 3.19: Condiciones de Operación (Prueba N° 11)	43
Tabla 3.20: Balance Metalúrgico Prueba N° 1	43
Tabla 3.21: Balance Metalúrgico Prueba N° 2	43
Tabla 3.22: Balance Metalúrgico Prueba N°3	43
Tabla 3.23: Balance Metalúrgico Prueba N° 4	44
Tabla 3.24: Balance Metalúrgico Prueba N° 5	44
Tabla 3.25: Balance Metalúrgico Prueba N° 6	44
Tabla 3.26: Balance Metalúrgico Prueba N° 7	45

Tabla 3.27: Balance Metalúrgico Prueba N° 8	45
Tabla 3.28: Balance Metalúrgico Prueba N° 9	45
Tabla 3.29: Balance Metalúrgico Prueba N° 10	46
Tabla 3.30: Balance Metalúrgico Prueba N° 11	46
Tabla 4.1: Niveles de las Variables	51
Tabla 4.2: Réplicas Centrales (Y^0)	52
Tabla 4.3: Variables en Escala Natural y Codificadas con Réplicas en el Centro	52
Tabla 4.4: Matriz del Diseño Factorial y Respuestas Experimentales	54
Tabla 4.5: Calculo de Efectos	55
Tabla 4.6: Análisis de Varianza	58
Tabla 4.7: Análisis de Residuales	60
Tabla 4.8: Valores para la Decodificación del Modelo	64
Tabla 4.9: Tabulación de la Ec. (4.22) despejando el pH (Z_3)	65
Tabla 4.10: Tabulación de la Ec. (4.22) despejando el % Sólidos (Z_1)	66

NOMENCLATURA

UNIDAD	SIMBOLO
Metro	m
Centímetro	cm
Milímetro	mm
Micras	μm
Pies	ft
Tonelada métrica	T
Tonelada corta	TC
Kilogramo	kg
Gramo	g
Día	d
Hora	h
Minutos	min
Segundo	s
Litro	L
Kilowatt	Kw
Porcentaje	%

INTRODUCCIÓN

El Perú por ser un país eminentemente minero y uno de los principales productores de concentrados polimetálicos a nivel de Latinoamérica, posee grandes yacimientos de estos minerales, asociados con otros minerales tales como los que poseen contenido de wolframio. De este modo el Perú cuenta con varios centros minero-metalúrgicos que se ocupan de la explotación de minerales metálicos y no metálicos, dejando de lado los sub-productos como los relaves que tienen algún contenido polimetálico valioso.

La Región de Ancash cuenta con formaciones geológicas que tienen minerales metálicos y no metálicos que son de gran potencial económico. Así se cuenta con la existencia de varios yacimientos donde se explota wolframita como mineral principal y no se considera el tratamiento los relaves magnéticos provenientes de los procesos de concentración que tiene alto contenido de minerales polimetálicos que son materia del presente estudio.

Para ello se plantea concentrar los minerales que generan los relaves magnéticos por medio del proceso de flotación, lo cual con lleva establecer las relaciones entre las variables independientes y dependientes. A su vez determinar cuáles son las variables que afectan la recuperación (variable dependiente) de manera significativa durante el proceso.

Dado que es muy importante tener una base estricta de trabajo para evitar caer en suposiciones empíricas, se optó por determinar dicho comportamiento mediante

Diseño de Experimento eligiendo para ello el diseño Factorial 2^k con réplica en el punto central.

El relave proveniente del proceso de concentración magnética, no ha tenido un cambio mineralógico más que la extracción del mineral de wolframio, que fue concentrado por concentración gravimétrica y por separación magnética, y no química, por lo cual no se tendrá reactivos residuales que afecten el proceso de flotación.

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO Y OBJETIVOS

1.1. Planteamiento de los estudios

En la región Ancash debido a su ubicación geográfica, cuenta con yacimientos minerales de diferentes especies que presenta contenido de wolframita, ferberita y sulfuros asociados, que han sido objeto de explotación por parte de pobladores e inversionistas, que se dedican en la última década a la inversión en minería de concentrados magnéticos cuyo principal mineral es la wolframita y la ferberita.

Estos no cuentan con una adecuada información técnica en el campo minero-metalúrgico para alcanzar recuperaciones de alta rentabilidad de los minerales que se encuentran en estos yacimientos.

Esta falta de información provoca la generación de relaves magnéticos que poseen alto contenido de minerales polimetálicos sulfurados como la galena, esfalerita, cobres grises, etc. que no son recuperados y pueden ser tratados con las diferentes tecnologías de concentración como flotación, lixiviación, extracción por solventes etc. Evitando así que esta cantidad de contenido metálico sea emitido al ambiente y lográndose alcanzar una mayor rentabilidad de los procesos extractivos que se realizan. Por lo que se propone en este estudio la recuperación por medio del proceso flotación por espumas. De todos estos aspectos nace la siguiente interrogante: ¿Se lograra una recuperación adecuada de los minerales polimetálicos presentes en los relaves magnéticos, al aplicar el proceso de flotación?

1.1. Objetivos

1.2.1. Generales

Lograr la recuperación adecuada y óptima de los sulfuros polimetálicos presentes en los relaves magnéticos, obtenidos del proceso de la concentración gravimétrica y por separación magnética de wolframita, utilizando la flotación por espumas.

1.2.2. Específicos

- Evaluar la granulometría del relave a flotar, la dosificación de reactivos como colectores, espumantes y el control del pH para obtener una recuperación adecuada y óptima del mineral polimetálico.
- Encontrar las variables y parámetros adecuados del proceso de flotación.
- Identificar las variables más significativas del proceso de flotación, para el desarrollo del diseño experimental.
- Optimizar la recuperación por diseño experimental.

1.2. Hipótesis

Los minerales sulfurados polimetálicos provenientes de los relaves magnéticos obtenidos por concentración gravimétrica y separación magnética, de la zona de Ancash, por sus características físicas, químicas y mineralógicas, se pueden procesar por el método de flotación por espumas.

Para ello se requiere determinar las variables independientes y dependientes significativas, que afectan el proceso de flotación, estableciendo sus rangos óptimos. Por lo cual se consideró aquellas que son controladas diariamente durante el proceso

1.3. Variables

Se presentan las variables controlables que se evaluarán para establecer su significancia.

1.3.1. Independientes Controlables

- Tamaño de partícula.
- Porcentaje de Sólidos
- Concentración de Colector.
- Tiempo de flotación.
- pH.

1.3.2. Dependientes

- Recuperación bulk de los minerales polimetálicos.

1.4. Justificación del estudio

El presente estudio se justifica en la necesidad de tratar la gran cantidad de relaves magnéticos provenientes de la concentración gravimétrica y de separación magnética de wolframita en la zona de Ancash, el cual contiene un alto contenido de sulfuros polimetálicos, que al no darle un tratamiento adecuado es depositado como relave, desperdiciando el valor que se puede obtener con su concentración y provocando a su vez emisiones al ambiente con alto contenido de los mismos.

Tecnológicamente existen varios procesos metalúrgicos para recuperar estos minerales polimetálicos con altos valores de rentabilidad en el concentrado bulk, siendo uno de los procedimientos más efectivos la flotación por espumas, proceso que implica tener altos porcentajes de recuperación a bajos costos de operación.

Por lo que se elige este proceso para estudiarlo con el fin de determinar los intervalos óptimos para obtener un concentrado bulk de alta ley.

CAPITULO II

CARACTERÍSTICAS DE LOS RELAVES MAGNÉTICOS

2.1. Procedencia

Los relaves magnéticos se generan tras el proceso de concentración del tipo gravimétrica y por separación magnética para la obtención de un concentrado de wolframita (Fe, Mn) (WO₄) y ferberita (Fe, WO₄) principalmente.

Para la concentración gravimétrica se hace uso principalmente equipos tales como gibs, canaletas inclinadas, conos, espirales, mesas vibratorias, etc. las cuales requieren que el mineral para este proceso se encuentre debidamente procesado y clasificado de tal manera que se alimente a los equipos gravímetros de acuerdo a sus requerimientos, este proceso es muy sensible a la presencia de lamas por consiguiente se debe evitar la posible generación de finos (lamas).

Para la separación magnética se hace uso de las fuerzas magnéticas, gravedad, centrífuga, hidrodinámica e inter particulares (atracción y repulsión) con lo cual se obtiene la concentración del mineral, en este caso wolframita y ferberita que es atraída mientras que el resto de minerales en este caso sulfuros polimetálicos es acumulado como relave.

Los relaves magnéticos son entonces acopiados en explanadas, si estas provienen de la separación magnética (medio seco) o en relaveras si provienen de la separación gravimétrica (medio húmedo), Generándose una gran cantidad de las mismas aproximadamente 12 toneladas diarias por unidad minera que procesa y concentra este

tipo de mineral por lo que se plantea la obtención de concentrados bulk del relave que este genera.

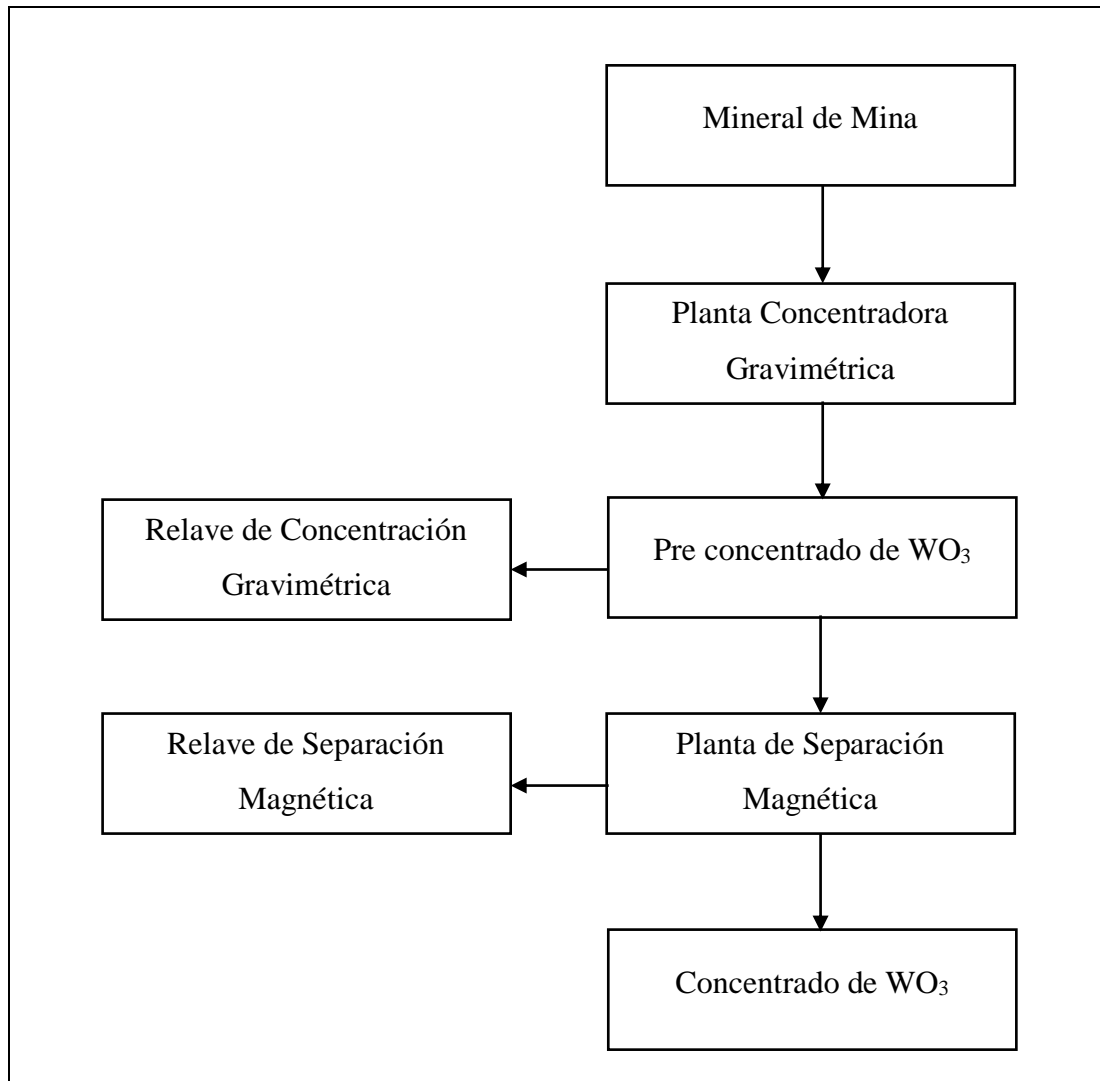


Figura 2.1: Esquema de proceso de concentración de mineral Magnético

2.2. Análisis mineralógico por microscopía óptica

Se realizó el análisis mineralógico por microscopía óptica de la muestra de los relaves dividiéndolo en cuatro tamices malla +100, malla +200, malla +325, malla -325, indicando en cada uno los minerales presente, las asociaciones predominantes si existen inter crecimiento, si los minerales se encuentran libres y si existe presencia de minerales magnéticos (wolframita y ferberita principalmente).

Malla+100

Las partículas de goethita y wolframita se encuentran libres y sin inter crecimiento, los cobres grises como la calcopirita y enargita ocurren con mayor grado de liberación, los principales inter crecimientos se dan con la pirita, esfalerita, cobre grises y galena.

Malla+200

Las partículas de goethita, wolframio, pirrotita y arsenopirita se encuentran libres y sin inter crecimiento. Las partículas de cobres grises, pirita y galena ocurren con mayor grado de liberación. Los principales inter crecimientos se dan con la galena, pirita, esfalerita y cobres grises.

Malla +325

Las partículas minerales de wolframita y arsenopirita se encuentran también libres y sin inter crecimiento. Las partículas de cobres grises, pirita, galena y esfalerita ocurren con mayor grado de liberación. Los principales inter crecimientos se dan con la pirita, galena, calcopirita y esfalerita.

Malla -325

Las partículas de wolframita, calcosita, rutilo y arsenopirita se encuentran libres y sin inter crecimiento; las partículas minerales como arsenopirita, pirita y enargita, ocurren con mayor grado de liberación y los principales inter crecimientos ocurren con los cobres grises y galena.

Como se tenía contemplado aún existe presencia de mineral magnético (wolframita) en los relaves donde se obtuvo la muestra, y de acuerdo al análisis por microscopia óptica, este se encuentra en la malla -325, es decir partículas finas que se comportaron como lamas al momento de su concentración por gravimetría y por separación magnéticas.

2.3. Minerales presentes en relaves Magnéticos

Por microscopía óptica se obtiene los minerales no asociados en la muestra de relave magnético, presentados en la Tabla 2.1

Tabla 2.1: Minerales en Relave Magnético

MINERALES	FORMULA
Tetraedrita	$\text{Cu}_{12}\text{Sb}_4\text{S}_{13}$
Pirita	FeS_2
Esfalerita	ZnS
Galena	PbS
Moscovita	$\text{KAl}_2[(\text{OH})_2/\text{AlSi}_3\text{O}_{10}]$
Cuarzo	SiO_2
Wolframita	$(\text{Fe. Mn})\text{WO}_4$
Ferberita	FeWO_4
Schelita	CaWO_4

De los minerales presentados tenemos a la esfalerita y galena que son los que se pretenden recuperar en el concentrado bulk.

2.4. Características generales de relaves magnéticos

Tabla 2.2: Características Generales de Relave Magnético

PROPIEDADES	DESCRIPCIÓN
100% Pasante	0.840 mm (malla20)
Densidad Aparente	2.84 gr/cm ³
% Humedad	0.82%

El método de muestreo, homogenización de muestra y cálculo de la densidad específica, serán descritos y calculados en el capítulo III con mayor detalle.

CAPITULO III

PARTE EXPERIMENTAL

3.1. Concepto de Optimización por Diseño Experimental

El propósito de este capítulo no es tratar el tema de diseños factoriales en detalle, sino de brindar una visión general del tema, ya que las dilucidaciones y fórmulas matemáticas y estadísticas requeridas para el presente estudio son detalladas en el capítulo IV.

El proceso de flotación ha sido usado e investigado extensivamente por más de 100 años; sin embargo, algunos aspectos todavía permanecen en gran misterio. Mientras que la mayoría de las investigaciones en el pasado se han enfocado en estudios de modelos fenomenológicos y empíricos propios de flotación, recién en los últimos 30 años se ha realizado la importancia de los diseños experimentales en el proceso de flotación.

Este estudio enfoca la optimización de la recuperación de concentrado bulk a nivel de laboratorio mediante diseño experimental del mineral.

Para realizar un diseño factorial, el investigador selecciona un número fijo de “niveles” para cada conjunto de variables (factores) y luego hace experimentos con todas las combinaciones posibles. Por ejemplo para determinar el número de experimentos en el caso de que se determinen 2 niveles (bajo y alto), para cada k factores, se tendrá entonces $2 \times 2 \times 2 \times \dots \times 2_k$ experimentos es decir el número de experimentos quedara determinado por 2^k .

La interpretación de las observaciones producidas por estos diseños se puede realizar analizando el proceso y su comportamiento en toda su extensión del mismo.

Se entiende por diseño experimental, a la realización de una serie de pruebas experimentales previamente diseñadas en el que se varían los niveles de las variables de entrada de un proceso y se miden los valores de la respuesta de salida.

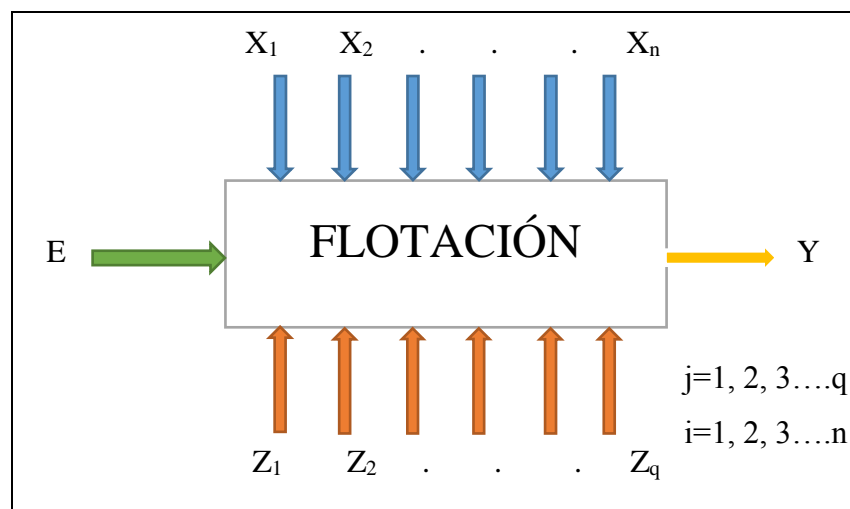


Figura 3.1: Sistemas Experimental en Flotación

Si suponemos que en la Figura 3.1 se tiene un proceso de flotación de un mineral donde E (entrada) es el relave preparado para el proceso de flotación; X_1, X_2, \dots, X_n son las variables con que se va a trabajar en el diseño de experimentos; Z_1, Z_2, \dots, Z_q son los factores no controlables no consideradas como variables para el experimento e Y es la variable de respuesta de salida que se estudia (recuperación del mineral).

Tabla 3.1: Elementos del Sistema Experimental en Flotación

ELEMENTOS DEL SISTEMA	DESCRIPCIÓN
E	Muestra
X_i y Z_j	Variables Químicas Variables de Equipamiento Variables Operacionales
Y	Recuperación del mineral

El diseño experimental es utilizado ampliamente para la mejora de rendimiento de los procesos industriales, como para el desarrollo de nuevos procesos obteniendo ahorros en tiempo y costos. Aporta además al conocimiento profundo de los procesos, generando herramientas eficaces de manejo de los mismos.

Para tener un programa de diseño de experimentos, es necesario previamente comprender el proceso de flotación que se desea estudiar, elegir las variables más apropiadas y sus niveles de uso, elegir la o las salidas de respuesta a evaluar, el modelo de diseño experimental a utilizar, realizar el experimento, analizar los datos y obtener las conclusiones correspondientes.

Existen una gran variedad de modelos de diseño experimental a utilizar, desarrollados en base al uso de las técnicas estadísticas y su aplicación de cálculos en forma manual o histórica como se puede observar en la siguiente lista:

- Diseño factorial 2^k
- Diseño factorial fraccionado 2^{k-p}
- Diseño factorial con réplica en el punto central del diseño.
- Método de pendientes ascendentes o descendientes.
- Diseño rotatable hexagonal.(Diseño de segundo Orden)

El método que usaremos en este caso será el diseño factorial con réplica en el punto central que consiste en la adición de puntos centrales al diseño 2^k o 2^{k-1} para dar una estimación del efecto de la curvatura. Esto se aplica cuando no es cierta la suposición que la relación entre las variables de entrada y la variable respuesta es representada por un modelo matemático lineal.

El adicionar réplicas en el punto central sirve también para estimar el error experimental, de manera que se pueda realizar un mejor análisis de las superficies de contorno obtenidas que nos determinan los rangos óptimos para las variables elegidas para el diseño.

3.2. Elección de variables para el diseño experimental

Para la determinación de variables a utilizar en el diseño experimental, es de gran importancia la experiencia previa del experimentador así como su nivel de conocimientos tecnológicos específicos. La elección inapropiada de los niveles (bajo y alto) de las variables se traduce en la obtención de respuestas fuera de los rangos esperados. Por ejemplo, la elección de niveles inapropiados del colector en flotación de un mineral sulfurado dará resultados de recuperación muy por debajo del rango esperado.

3.2.1. Clasificación de variables

Para la flotación podemos utilizar la clasificación de variables desarrollada por Southerland y Wark que dividen las variables en tres grandes grupos:

Grupo 1-VARIABLES que dependen de los componentes químicos tales como:

- Dosificación y potencia de los reactivos
 - Colectores
 - Espumantes
 - Modificadores (Activadores, Depresores, Modificadores de pH)
- pH

Es decir todo lo que concierne al comportamiento físico químico para lograr la hidrofobización del mineral valioso dentro del ambiente de la celda.

Grupo 2-VARIABLES que dependen de los componentes de equipamiento

- Diseño de la celda convencional.
- Diseño de la celda columna.
- Agitación de la pulpa RPM.

- Configuración del banco de celdas.
- Remoción de espumas.

Es decir todo lo que concierne al comportamiento hidrodinámico que involucra el movimiento partícula-burbuja-fluido dentro del ambiente de la celda de flotación de espumas.

Grupo 3-VARIABLES QUE DEPENDEN DEL COMPONENTE DE OPERACIÓN

- Velocidad de alimentación
- Tiempo de retención
- Mineralogía y ley de la mena
- Tamaño de partículas (% sólidos y forma)
- Grado de liberación
- Grado de oxidación
- pH Natural de mineral
- Temperatura
- Flujo de aire
- Remoción de espumas

De las variables mencionadas se eligen tres variables (Factores) para nuestro diseño experimental dicha elección radica a experiencia, la utilidad que presentan y su facilidad de medición en la operación de flotación. Estas variables son y están representadas por:

X1 = pH de la pulpa

X2 = % de sólidos en la pulpa (-malla Tyler 100)

X3 = Dosificación de colector (gr/TM de relave)

Para estas variables se determinarán la relevancia de las mismas en el proceso.

3.2.2. Efectos de las variables seleccionadas

- Efectos del pH: pueden ser muy notorios y marcados en algunos casos, mientras que en otros sistemas no se nota tendencias. Sin embargo, hay muy pocos minerales que puedan ser completamente beneficiados por medio de la flotación con el agua que se encuentra alrededor de la planta de beneficio. Por lo tanto tiene que ser siempre incluido en la agenda de investigación. Los cambios de las condiciones ácidas a básicas o en sentido contrario, particularmente con algunos minerales altamente sulfurosos y en los circuitos de separación diferencial, pueden ser necesarios para obtener los resultados metalúrgicos deseados.
- Efecto del porcentaje de sólidos: El porcentaje de sólidos tiene un gran efecto en la flotación. Cuando se incrementa la densidad de pulpa, el tiempo de retención en la celda de flotación y la concentración volumétrica de reactivos se incrementan. Esto, que podría parecer que el mejor resultado puede ser obtenido a la máxima densidad de pulpa, no es así, ya que un excesivo porcentaje de sólidos nos llevará a obtener resultados adversos tales como la flotación de minerales finos de la ganga, demasiada aireación de la pulpa y la reducción de la calidad del concentrado. El porcentaje de sólido usado en la práctica varía de 15 a 40% de sólidos.
- Dosificación de colectores: La transformación de la superficie hidrofílica en hidrofóbica por la absorción en la interface sólido/liquido del colector es una variable que aumentará la selectividad logrando concentrados de flotación de calidad.

En resumen, se establecerá la variación de la recuperación del mineral en función a las variables X_1 , X_2 y X_3 , determinando sus rangos óptimos, discriminándolas de acuerdo a la relevancia que obtengan de los resultados del diseño experimental y proceder a obtener las superficies de respuestas para las diferentes recuperaciones.

3.3. Metodología del Trabajo

Para el cumplimiento de los objetivos trazados se debe realizar un plan de trabajo que involucre la preparación de muestras que consiste en la homogenización y partición de muestras, determinación de las curvas de cinética de molienda y pruebas de flotación. Para la etapa de preparación de muestras se emplearon un total de 70 Kg de relave magnético.



Figura 3.2: Relave magnético acopiado para su muestreo

3.3.1. Preparación de la Muestra

La muestra en estudio proviene de los relaves magnéticos del proceso de concentración de la wolframita y ferberita principalmente; por lo tanto la muestra se tiene 100% por debajo de la malla 20 (0.840 mm) Figura 3.2; por lo tanto la preparación de muestras constara de un solo bloque, de zarandeo, homogenización y partición de muestras.

Mediante etapas sucesivas de zarandeo (clasificación) se obtendrá una muestra 100 % - malla 20 Tyler.

3.3.1.1. Homogenización y Partición de Muestra

Una vez obtenido los 70 Kg de la muestra total fueron sometidos a homogenización mediante paleo manual; luego se obtuvo 6 cúmulos de igual volumen en forma radial mediante paleo fraccionado verdadero y posteriormente cada uno de estos cúmulos fueron sometidos a una partición mecánica mediante divisores sectoriales para obtener sub muestras de 1000 gr aproximadamente cada una.

Muestreo por paleo fraccionado, consiste en extraer porciones del total de la muestra mediante una pala y depositar en la parte superior de los cúmulos (ubicados a su alrededor). En el presente trabajo se eligió 6 cúmulos. Cuando fue distribuido el total de la muestra se obtuvo 6 cúmulos de igual volumen. Figura 3.3 muestra las fracciones obtenidas por el paleo fraccionado.

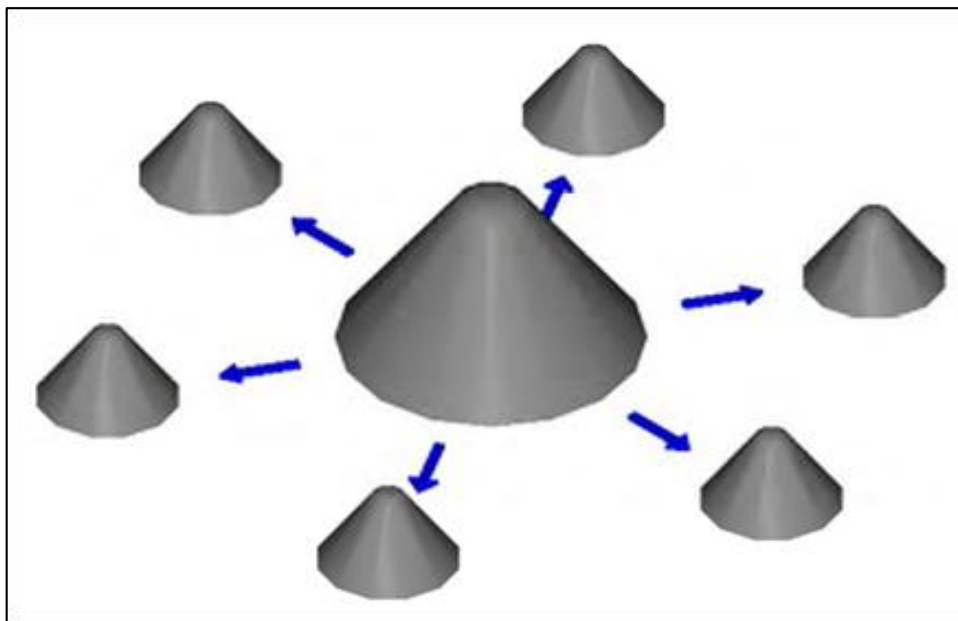


Figura 3.3: Obtención de muestras por Cúmulos mediante paleo Fraccionado

Partición mecánica mediante divisores sectoriales, mediante el empleo del partidor de recipientes y alimentador estacionario se obtuvo muestras de aproximadamente 1000 gr cada una, desde la muestra total. La Figura 3.4 muestra un partidor de rifles estacionario.



Figura 3.4: Partidor Jones estacionario

3.3.2. Determinación del Peso Específico del Mineral

Una de las propiedades más importantes, es el peso específico del mineral. Para determinar dicho peso específico se utilizó el método de la fiola, para lo cual se obtuvo una muestra representativa de mineral aproximadamente 100 gramos, cuya granulometría es de 100% -100 mallas.

3.3.2.1. Materiales y Equipos

- Muestra de relaves magnéticos (3 gramos para cada prueba).
- Agua destilada.
- Fiola de capacidad de 100 cm³.
- Pizeta.
- Balanza de precisión.
- Mufla.

3.3.2.2. Procedimientos

- Secar previamente el mineral, con la finalidad de eliminar la humedad del mineral.
- Pesarse 3 gramos de mineral para realizar las pruebas.
- Pesarse la fiola vacía y tomar nota.

- La misma fiola, enrasar con agua hasta los 100cm³, procediendo luego a pesarla.
- El mineral pesado (3g), introducir en la fiola para luego enrasar con agua, tratando de que no se hayan adherido partículas de mineral en las paredes de la fiola, luego, pesar la fiola mas el mineral y el agua.
- Con los datos obtenidos, proceder a calcular la gravedad específica del mineral utilizando la siguiente fórmula:

$$G.E. = \frac{M}{(FA - F) \times [(FAM - FA)]} \quad (3.1)$$

donde:

G.E. = Gravedad Especifica

M = Peso del Mineral

F = Peso de la Fiola

FA = Peso de la Fiola + Agua

FAM = Peso de la fiola + Agua + Peso del Mineral

Este procedimiento se realizó 4 veces, logrando obtener los siguientes resultados que se muestran en la Tabla 3.2

Tabla 3.2: Resultado de la Gravedad Especifica

PRUEBA N° (n)	G.E. (X) g/cm ³
1	2.86
2	2.95
3	2.86
4	2.81

Con estos resultados se procede a calcular la gravedad específica promedio el cual resulta 2.87 g/cm³.

3.3.3. Determinación de la Curva de Cinética de Molienda

Se realizó diversas pruebas de molienda para determinar las curvas de cinética de molienda. Estas curvas permiten estimar los tiempos a los que deben estar sometidas las partículas dentro del molino para alcanzar una granulometría requerida. **Figura 3.5** muestra el molino utilizado durante el experimento.

Se empleó un molino de $5\ 130\ \text{cm}^3$ ($17.0\ \text{cm}\ \varnothing$, $22.6\ \text{cm}$), estándar para el laboratorio experimental, cuya carga de bolas fue determinada mediante la siguiente fórmula de masa de bolas:

$$M_{bolas} = J \times V_{molino} \times (1 - \varepsilon) \times \delta_b \quad (3.2)$$

donde:

M_{bolas} = Masa de bolas

J = Fracción de llenado del molino

V_{molino} = Volumen del molino

ε = Porosidad del lecho

δ_b = densidad de bolas



Figura 3.5 Molino de Laboratorio Experimental

Considerando $J = 0.4$, $V_{\text{molino}} = 5\,130\text{ cm}^3$, $\varepsilon = 0.4$, y $\delta_b = 7.85\text{ gr/cm}^3$ en la Ec. (3.2). La masa de las bolas resulta en 9664.92 gramos (peso teórico) distribuidos de acuerdo a la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Distribución de tamaños de bolas en la carga del Molino

Nº BOLAS	DIÁMETRO (pulgadas)	PESO TOTAL (gramos)	% BOLAS
8	1½"	1966.10	20
69	1"	4893.60	50
69	¾"	2962.90	30
146	-	9822.60	100

Las muestras provenientes del partidor de recipientes giratorios (1000 gr aproximadamente) fueron diluídas hasta 65 % de sólidos para moler a 77.5 rpm (70 % velocidad crítica). Los tiempos de molienda empleados para la serie de pruebas fueron 5, 10, 15 y 20 minutos.

Se ensayó el análisis granulométrico, empleando mallas Tyler 65, 100 y 200 con los productos de molienda y la muestra inicial, para determinar el porcentaje pasante acumulado que se muestra en la Tabla 3.4 y las curvas de cinética de molienda son mostrados en la Figura 3.6

Tabla 3.4 Porcentaje pasante acumulado para las pruebas de Molienda

Tiempo (min.)	Malla Tyler	Malla 65 (0.210 mm)	Malla 100 (0.149 mm)	Malla 200 (0.074 mm)
	0		21.81%	30.83%
5		41.12%	58.32%	68.15%
10		55.11%	78.18%	88.84%
15		67.26%	90.97%	97.24%
20		76.85%	96.55%	99.33%

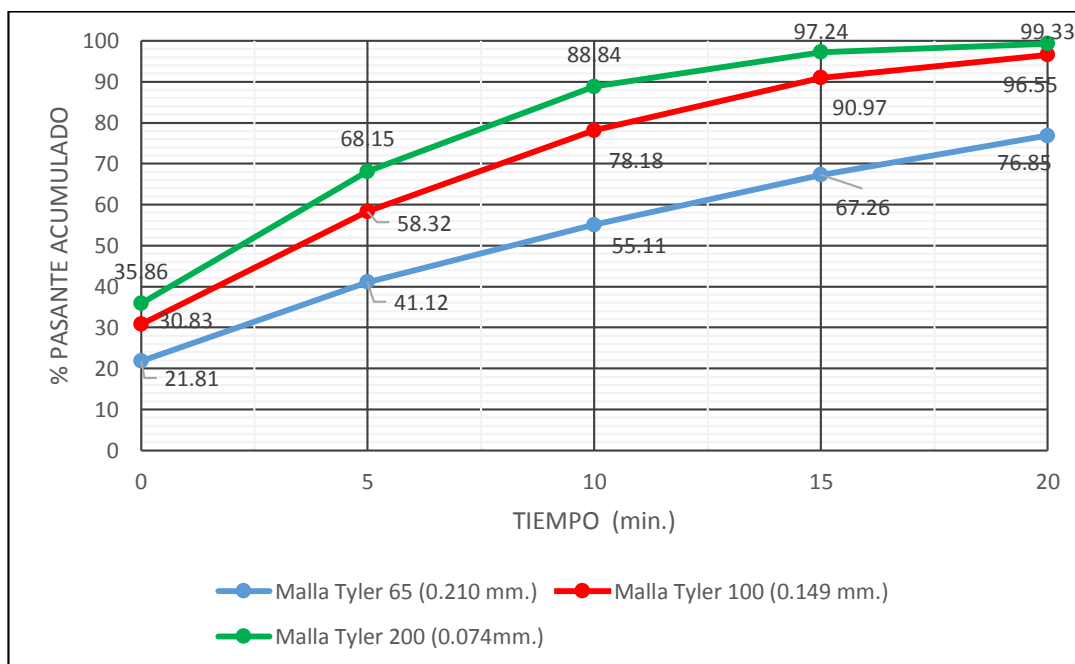


Figura 3.6 Cinética de Molienda

En la Figura 3.6 se aprecia las curvas que nos permiten determinar tiempo requerido para obtener el porcentaje acumulado pasante para las mallas 65 (0.210 mm), 100 (0.149 mm) y 200 (0.074 mm), lo cual será de utilidad para dar la condiciones de molienda que se usaran para las pruebas que determinaran la cinética de flotación.

3.4. Prueba de Cinética de Flotación

Siendo esta variable muy importante en el desarrollo de un trabajo de investigación, se realizó una prueba de flotación obteniéndose cuatro concentrados, para tal efecto, las espumas serán separadas en diferentes recipientes al transcurrir los siguientes tiempos: 2 min, 4 min, 8 min y 16 min, con el propósito de determinar la ecuación cinética de flotación del mineral en estudio, y así conocer el tiempo adecuado para la recuperación de especies minerales valiosas en la espuma.

Las condiciones de operación y dosificación de reactivos se presentan en el Tabla 3.5 se utiliza la Figura 3.6 para determinar el tiempo de molienda para obtener un porcentaje pasante del 70% -200 malla.

Tabla 3.5: Condiciones de Operación y Dosificación de reactivos para Prueba de Cinética de Flotación

ETAPA DE MOLIENDA	
Densidad de pulpa	1639.34 g/l
% de humedad de la muestra	1.20%
% sólidos	60.00%
Peso de muestra húmedo	1508.61 g
Peso de muestra seco	1490.72 g
Agua fresca a molienda	993.81 cc
Tiempo de molienda	5.5 min(70% -200 malla)
R.P.M.	77.50
ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1242.24 g/l
Celda	4000.00 cc
Agua fresca a la celda	2784.43 cc
R.P.M.	1800.00
% de sólidos	30.00%
pH	7.5
Tiempo de flotación	16.00 min
Colector Z-11	14.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

En la Tabla 3.6 se observa que la mayor recuperación de Ag, Cu y Pb se da a los 2 y 4 minutos de la flotación obteniéndose un porcentaje acumulado para la plata Ag de 67.93%, para el Cu 66.83% y para el Pb de 63.97%.

Se observa a su vez que es la plata la que tiene una mayor recuperación parcial y acumulada para estos tiempos, seguida del cobre.

Tabla 3.6: Pruebas de Cinética de Flotación

PRUEBA DE CINETICA DE FLOTACION													
Tiempo	Peso (gr)	Leyes			Contenido Metálico			Recuperación Parcial			Recuperación Acumulativa		
		Ag (gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	%Ag	%Cu	%Pb
2	175.30	2875.40	21.30	25.17	504057.62	37.34	44.12	38.72	37.51	36.51	38.72	37.51	36.51
4	142.70	2664.30	20.45	23.25	380195.61	29.18	33.18	29.21	29.32	27.46	67.93	66.83	63.97
8	51.55	2254.20	17.56	20.00	116204.01	9.05	10.31	8.93	9.09	8.53	76.85	75.92	72.50
16	40.40	1626.13	10.56	15.56	65695.65	4.27	6.29	5.05	4.29	5.20	81.90	80.21	77.71

Con los resultados obtenidos Tabla 3.6 se obtiene los Figura 3.7, Figura 3.8 y Figura 3.9 se procede a determinar la ecuación de cinética de flotación por el método semi-empírico, esto consiste en utilizar una ecuación diferencial, que integrada entre ciertos límites origina una ecuación que representa los resultados experimentales, como la propuesta por Humberto García Zúñiga, quien dedujo que la recuperación en el proceso de flotación es una función exponencial del tiempo, que está dada por la siguiente expresión:

$$R_t = R_\alpha(1 - e^{-kt}) \quad (3.3)$$

donde:

R_t = Recuperación acumulativa en el tiempo t

R_α = Recuperación que es asintótica (línea recta que se acerca indefinidamente a una curva), cuando tiende al infinito.

k = Constante de velocidad de los reactivos y otras variables.

t = Tiempo acumulado de Flotación (minutos).

Se considera para este caso (ver anexo 1):

$$R_{\alpha Ag} = 81.98, R_{\alpha Cu} = 80.28, R_{\alpha Pb} = 77.76$$

Linealizando la Ec. (3.3) se obtiene la siguiente expresión:

$$\ln \left[\frac{(R_\alpha - R_t)}{R_\alpha} \right] = -kt \quad (3.4)$$

$$Y = bX \quad (3.5)$$

En la Ec. (3.4) se aplica la operación de mínimos cuadrados Ec. (3.6) para determinar el valor de la constante de velocidad (k), para esto se construye la Tabla 3.7.

$$-k = b = \frac{N \sum xy - \sum x \sum y}{N \sum x^2 - (\sum x)^2} \quad (3.6)$$

Tabla 3.7: Cálculos de lineación

N°	TIEMPO (min.) X	REC. ACUMULATIVA (Rt)			$\ln \left[\frac{R_\infty - R_T}{R_\infty} \right] = Y$			XY			X ²
		% Ag	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	Ag	Cu	Pb	
1	2	38.72	37.51	36.51	-0.64	-0.63	-0.63	-1.28	-1.26	-1.27	4.00
2	4	67.93	66.83	63.97	-1.76	-1.79	-1.73	-7.05	-7.15	-6.92	16.00
3	8	76.85	75.92	72.50	-2.77	-2.91	-2.69	-22.18	-23.31	-21.56	64.00
4	16	81.90	80.21	77.71	-6.93	-7.04	-7.35	-110.92	-112.72	-117.59	256.00
Σ	30				-12.11	-12.37	-12.41	-144.43	-144.43	-147.34	340.00

Se determina con ello la constante de velocidad (k)

$$-k_{Ag} = b = \frac{[4(-141.42) - 30(-12.11)]}{[4(340) - (30)^2]} = -0.44$$

$$-k_{Cu} = b = \frac{[4(-141.43) - 30(-12.41)]}{[4(340) - (30)^2]} = -0.45$$

$$-k_{Ag} = b = \frac{[4(-147.34) - 30(-12.41)]}{[4(340) - (30)^2]} = -0.47$$

Reemplazando en la Ec. (3.3) se obtiene la expresión final para cada metal (Ag, Cu y Pb):

$$R_{tAg} = 81.98(1 - e^{-0.44t})$$

$$R_{tCu} = 80.28(1 - e^{-0.45t})$$

$$R_{tPb} = 77.76(1 - e^{-0.47t})$$

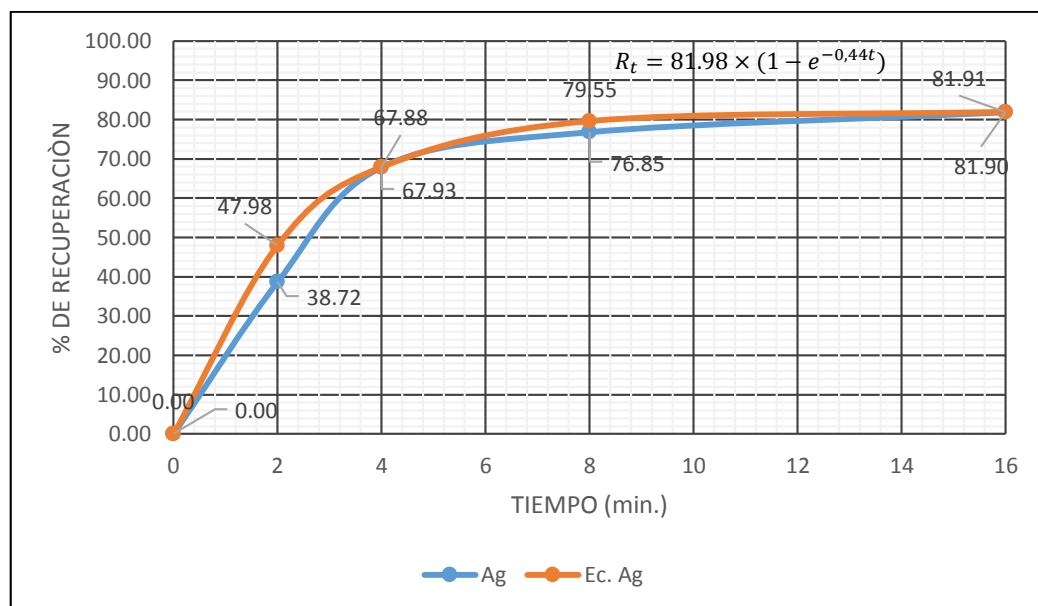


Figura 3.7: Cinética de Flotación de Ag Ajustada

De la Figura 3.7 se observa que la mayor recuperación de Ag posible es de 81.91%, se logra con un tiempo de flotación de 16 min.

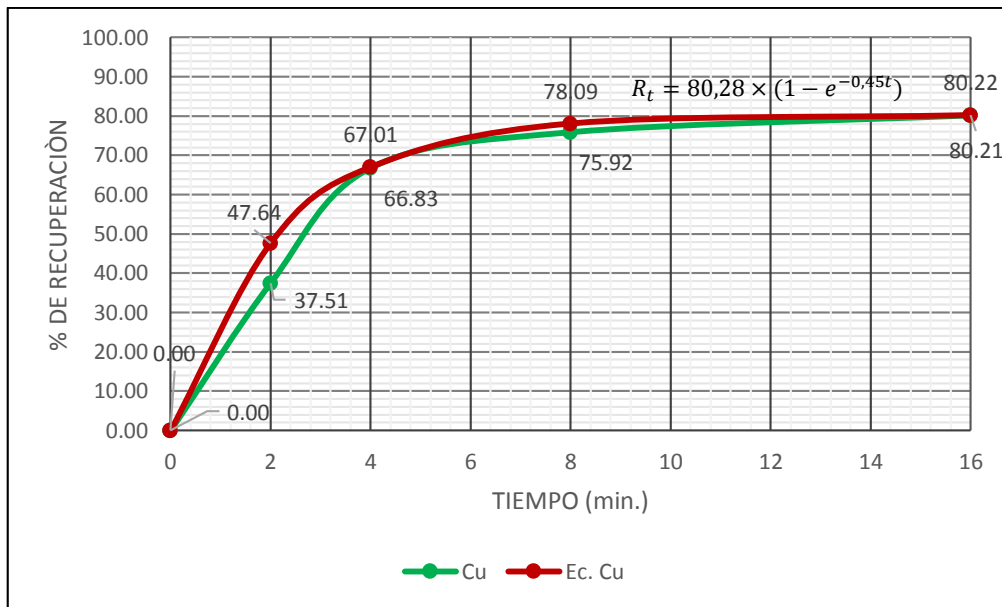


Figura 3.8: Cinética de Flotación de Cu Ajustada

De la Figura 3.8 se observa que la mayor recuperación de Cu posible es de 80.20%, se logra con un tiempo de flotación de 16 min.

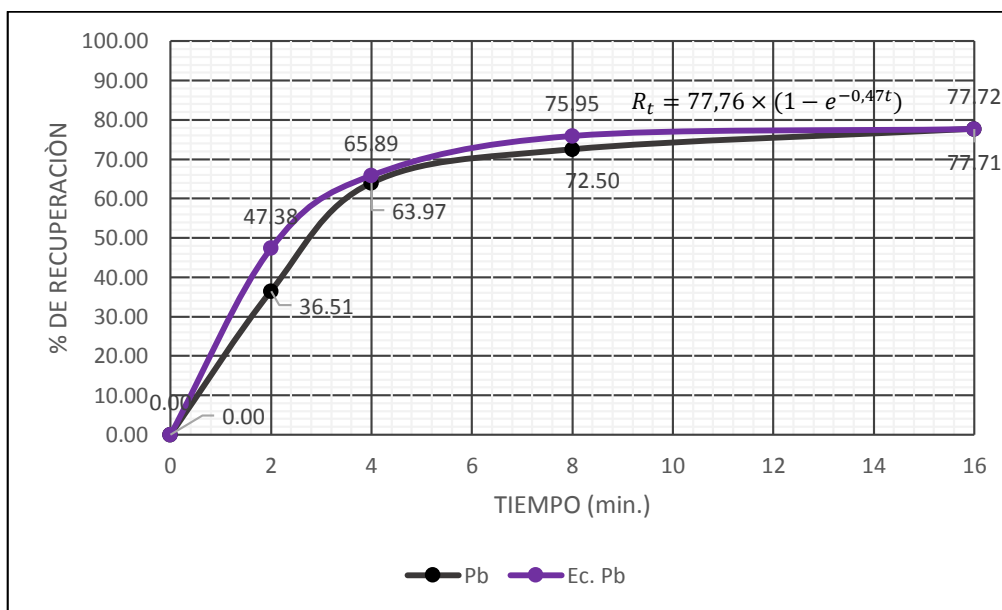


Figura 3.9: Cinética de Flotación de Pb Ajustada

De la Figura 3.9 se observa que la mayor recuperación de Pb posible es de 77.72%, se logra con un tiempo de flotación de 16 min.

3.5. Pruebas de flotación para diseño experimental

Las pruebas de flotación previas a estas sirvieron para reconocer las principales variables del proceso y con las condiciones obtenidas en dichas pruebas se procedió al desarrollo de las pruebas para el diseño experimental.

De las variables que intervienen en el proceso de flotación, para los propósitos de este trabajo de investigación se seleccionó las siguientes variables: Dosificación de colector, % de sólidos y pH; se considera que estas variables son las más relevantes en la recuperación del mineral valioso y las mismas poseen un efecto significativo, debido a esto se necesita confirmar con algunos datos experimentales, para lo cual se realizó ocho pruebas para el diseño experimental más 3 réplicas en el punto central.

Se considerará para todas las pruebas de flotación las siguientes condiciones de Molienda:

Tabla 3.8: Condiciones de Etapa de Molienda

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE MOLIENDA	
Densidad de pulpa	1731.60 g/l
% de humedad de la muestra	1.20%
% sólidos	65.00%
Peso de muestra húmedo	604.18 g
Peso de muestra seco	597.02 g
Agua fresca a molienda	321.47 cc
Tiempo de molienda	5.50 min (70% -200 malla)
R.P.M.	71.00

3.5.1. Condiciones de Operación Etapa de Molienda

- Prueba N° 1

Tabla 3.9: Condiciones de Operación (Prueba N° 1)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1242.24 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	30.00%
<i>pH</i>	7.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	20.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 2

Tabla 3.10: Condiciones de Operación (Prueba N° 2)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1413.43 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	45.00%
<i>pH</i>	7.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	20.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 3

Tabla 3.11: Condiciones de Operación (Prueba N°3)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1242.24 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	30.00%
<i>pH</i>	7.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	50.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 4

Tabla 3.12: Condiciones de Operación (Prueba N°4)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1413.43 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	30.00%
<i>pH</i>	7.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	50.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 5

Tabla 3.13: Condiciones de Operación (Prueba N°5)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1242.24 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	30.00%
<i>pH</i>	8.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	20.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 6

Tabla 3.14. Condiciones de Operación (Prueba N°6)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1413.43 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	45.00%
<i>pH</i>	8.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	20.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 7

Tabla 3.15: Condiciones de Operación (Prueba N° 7)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1242.24 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	30.00%
<i>pH</i>	8.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	50.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 8

Tabla 3.16: Condiciones de Operación (Prueba N° 8)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1413.43 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	45.00%
<i>pH</i>	8.00
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	50.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 9

Tabla 3.17: Condiciones de Operación (Prueba N°9)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1322.3 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	37.50%
<i>pH</i>	7.50
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	35.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 10

Tabla 3.18: Condiciones de Operación (Prueba N° 10)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1322.3 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	37.50%
<i>pH</i>	7.50
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	35.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

- Prueba N° 11

Tabla 3.19: Condiciones de Operación (Prueba N° 11)

CONDICIONES DE OPERACIÓN: ETAPA DE FLOTACIÓN	
Densidad de pulpa	1322.3 g/l
Celda	2000.00 cc
R.P.M.	1500.00
<i>% de sólidos</i>	37.50%
<i>pH</i>	7.50
Tiempo de flotación	8.00 min
<i>Colector</i>	35.00 g/TM
Espumante D-250	20.00 g/TM

3.5.2. Resultados Obtenidos

Tabla 3.20: Balance Metalúrgico Prueba N° 1

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	368.74	2985.60	20.10	26.42	1100910.14	74.12	97.42	82.21	80.19	76.20	79.53
Relave	631.26	377.40	2.90	4.82	238237.52	18.31	30.43	17.79	19.81	23.80	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1339147.67	92.42	127.85	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.21: Balance Metalúrgico Prueba N° 2

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	375.66	2990.50	20.50	26.50	1114439.73	76.40	98.75	82.57	81.25	76.63	80.15
Relave	627.34	375.00	2.81	4.80	235252.50	17.63	30.11	17.43	18.75	23.37	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1349692.23	94.02	128.87	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.22: Balance Metalúrgico Prueba N°3

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	370.50	2988.80	20.35	25.80	1107350.40	75.40	95.59	82.39	81.44	75.60	79.81
Relave	629.50	376.00	2.73	4.90	236692.00	17.19	30.85	17.61	18.56	24.40	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1344042.40	92.58	126.43	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.23: Balance Metalúrgico Prueba N° 4

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	358.80	2995.00	21.11	26.75	1074606.00	75.74	95.98	82.30	81.68	77.32	80.43
Relave	641.20	360.40	2.65	4.39	231088.48	16.99	28.15	17.70	18.32	22.68	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1305694.48	92.73	124.13	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.24: Balance Metalúrgico Prueba N° 5

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	340.80	2980.00	19.35	25.93	1015584.00	65.94	88.37	80.10	76.99	76.19	77.76
Relave	659.20	382.70	2.99	4.19	252275.84	19.71	27.62	19.90	23.01	23.81	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1267859.84	85.65	115.99	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.25: Balance Metalúrgico Prueba N° 6

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	360.90	2850.70	20.18	24.87	1028817.63	72.83	89.76	82.31	80.05	72.98	78.45
Relave	639.10	345.90	2.84	5.20	221064.69	18.15	33.23	17.69	19.95	27.02	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1249882.32	90.98	122.99	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.26: Balance Metalúrgico Prueba N° 7

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	328.30	2934.10	19.85	23.76	963265.03	65.17	78.00	80.31	81.52	69.28	77.03
Relave	671.70	351.60	2.20	5.15	236169.72	14.78	34.59	19.69	18.48	30.72	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1199434.75	79.94	112.60	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.27: Balance Metalúrgico Prueba N° 8

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	366.40	2996.20	21.50	23.76	1097807.68	78.78	93.54	82.98	82.32	77.93	81.08
Relave	633.60	355.30	2.67	4.18	225118.08	16.92	26.48	17.02	17.68	22.07	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1322925.76	95.69	120.03	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.28: Balance Metalúrgico Prueba N° 9

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK Ag+Cu+Pb
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	
Conc. Bulk	356.50	2998.70	22.35	26.50	1069036.55	79.68	94.47	83.32	83.71	79.27	82.10
Relave	643.50	332.65	2.41	3.84	214060.28	15.51	24.71	16.68	16.29	20.73	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1283096.83	95.19	119.18	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.29: Balance Metalúrgico Prueba N° 10

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	Ag+Cu+Pb
Conc. Bulk	350.80	3002.50	22.80	26.80	1053277.00	79.98	94.01	83.09	84.10	79.47	82.22
Relave	649.20	330.21	2.33	3.74	214372.33	15.13	24.28	16.91	15.90	20.53	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1267649.33	95.11	118.29	100.00	100.00	100.00	

Tabla 3.30: Balance Metalúrgico Prueba N° 11

PRODUCTO	PESO gr.	LEYES			CONTENIDO METALICO			%RECUPERACIÓN			% RECUERACIÓN BULK
		Ag(gr/TM)	%Cu	%Pb	Ag	Cu	Pb	%Ag	%Cu	%Pb	Ag+Cu+Pb
Conc. Bulk	364.30	3004.20	23.38	26.12	1094430.06	85.17	95.16	84.07	85.57	78.75	82.80
Relave	635.70	326.13	2.26	4.04	207320.84	14.37	25.68	15.93	14.43	21.25	
Cabeza	1000.00	1093.99	7.73	11.53	1301750.90	99.54	120.84	100.00	100.00	100.00	

CAPITULO IV

OPTIMIZACIÓN POR DISEÑO EXPERIMENTAL

4.1. Introducción

El diseño experimental es una técnica estadística que permite identificar y cuantificar las causas de un efecto dentro de un estudio experimental. En un diseño experimental se manipulan deliberadamente una o más variables, vinculadas a las causas, para medir el efecto que tienen en otra variable de interés. El diseño experimental prescribe una serie de pautas relativas qué variables hay manipular, de qué manera, cuántas veces hay que repetir el experimento y en qué orden para poder establecer con un grado de confianza predefinido la necesidad de una presunta relación de causa-efecto.

4.2. Diseño experimental con dos o más factores

4.2.1. Diseño Factorial 2^k

Cuando en un experimento hay varios factores de interés, utilizamos el diseño experimental factorial.

Un experimento 2^k proporciona el menor número de ensayos con los cuales se pueden estudiar k factores en un diseño factorial completo.

Debido a que sólo hay dos niveles para cada factor, asumimos que la respuesta es aproximadamente lineal en el rango de los niveles elegidos de los factores.

El efecto de un factor se define como el cambio en la respuesta que produce un cambio en el nivel del factor.

Para el mejor entendimiento de este diseño es conveniente definir lo siguiente:

- *Experimento.* Un estudio en el que el investigador tiene un alto grado de control sobre las fuentes de variación importantes, se denomina experimento. Si se tiene poco control sobre los factores, se habla de un estudio observacional.
- *Factores.* Los fenómenos que potencialmente causan variación, y que son controlados por el experimentador, se denominan factores. También se denominan tratamientos.
- *Niveles de un factor.* Son los valores que toma un factor. En general toman valores que se miden en escala categórica, aunque a veces suelen ser medidos en escalas numéricas.
- *Combinación de tratamientos.* Cada una de las combinaciones de niveles de todos los factores involucrados en el experimento.
- *Corrida experimental.* Cada una de las fases en que se lleva a cabo el experimento. Cada corrida experimental corresponde a una realización del experimento, bajo una determinada combinación de tratamientos, y produce una observación.
- *Réplicas.* Todas las corridas experimentales que corresponden a una misma combinación de tratamientos. Son repeticiones del experimento, bajo idénticas condiciones de los factores. Tienen un doble objetivo: Lograr mayor precisión en la estimación de los efectos de los factores y de sus interacciones, y estimar el error experimental.
- *Experimento balanceado.* Es un experimento en que todos los niveles de cada factor aparece el mismo número de veces. Si no se da esta situación, el experimento es desbalanceado.

- *Diseño.* La estructura constituida por los factores y los niveles que se les asignan, en la experimentación. El diseño es la parte que controla el experimentador.
- *Respuesta.* La variable objetivo, que se pretende optimizar, y que depende potencialmente de los factores. La respuesta es lo que se mide como resultado de la experimentación, no es controlada por el experimentador. Es una variable medida en escala numérica. Efecto Principal. Un efecto principal es la variación en la respuesta, atribuida al cambio en un factor determinado, a través de sus distintos niveles. Interacción. El efecto producido por la acción de un factor, influido por la presencia de otro. Es un efecto combinado de dos o más factores. Si no existe un efecto de interacción, se dice que los efectos de los factores son aditivos.
- *Error Experimental.* La parte de la variabilidad que no está explicada por los factores involucrados en el experimento.
El diseño 2^k puede considerarse geoméricamente y cada combinación experimental puede graficarse, correspondiendo cada uno de ellos puntos en el espacio, cuyas coordenadas son: +1 y -1. Su representación matemática obedece a un modelo lineal del tipo:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + E \quad (4.1)$$

4.2.2. Diseño 2^k para $k = 3$ factores

Es un diseño de 3 factores, cada uno a 2 niveles y consta de 8 combinaciones. Geométricamente el diseño es un cubo, cuyas esquinas son las 8 combinaciones. Este diseño permite estimar los 3 efectos principales (A, B, y C), las tres interacciones de dos factores (AB, AC, BC) y la interacción de los tres factores (ABC) Figura 4.1

La estimación de cualquier efecto principal o interacción en un diseño 2^k se determina al multiplicar las combinaciones de tratamientos de la 1ª columna de la tabla por los signos del correspondiente efecto principal o columna de interacción, sumando los resultados para obtener un contraste, y dividiendo el contraste por la mitad del n° total de réplicas.

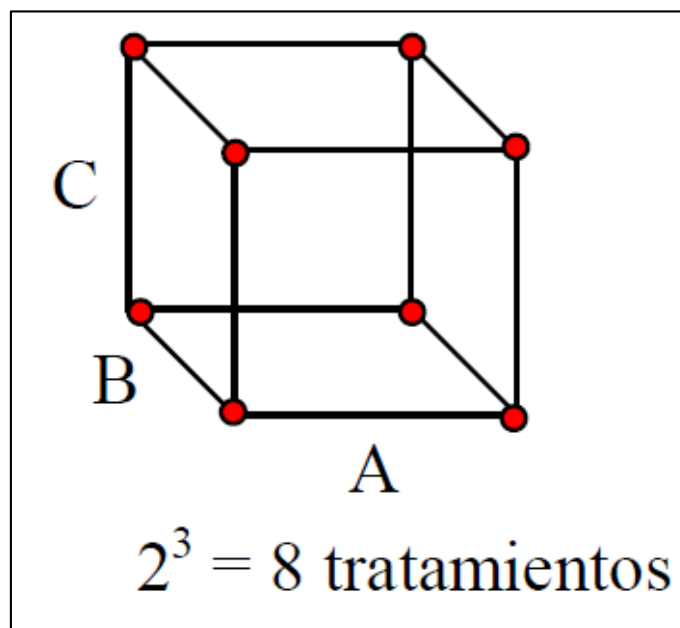


Figura 4.1 Representación espacial de un diseño factorial 2^3

4.3. Diseño Factorial 2^k con Réplica en el Punto Central del Diseño

En el diseño factorial simple se asume que la relación de las variables con la respuesta está representada por un modelo matemático lineal, el cual debe de predecir adecuadamente todos los puntos del diseño, inclusive el punto central del diseño, por seguridad de que no se cumpla esta hipótesis podemos afirmar que el modelo matemático lineal no es suficiente para explicar las respuestas especialmente en el punto central del diseño y podemos asumir una posible existencia de curvatura. Para ello la adición de pruebas en el punto central del diseño nos sirve para dar una estimación promedia del efecto curvatura.

Para nuestro diseño experimental se aplicara 3 réplicas en el punto central.

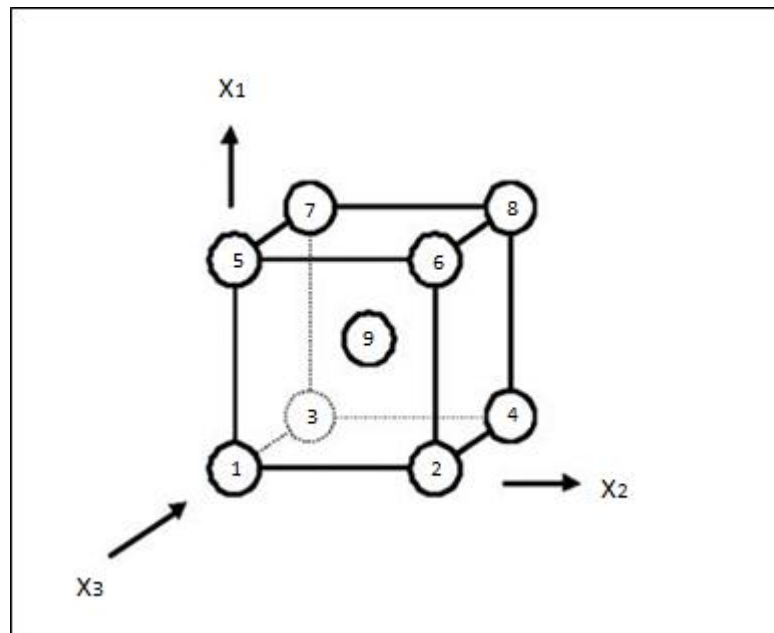


Figura 4.2: Representación Espacial de un Diseño Factorial 2^3 con Réplica en el Punto Central

4.4. Selección de Variables

Se selecciona las variables: Porcentaje de sólidos, dosificación de Colector y pH, para la evaluación experimental. Este hecho no invalida la posibilidad de utilizar la cantidad de variables que se estime necesario. Por lo tanto, las otras variables del proceso se mantendrán constantes durante la experimentación.

Las variables con sus respectivos niveles y réplicas centrales para el diseño se muestran en Tabla 4.1 y Tabla 4.2:

Tabla 4.1: Niveles de las Variables

VARIABLES	NIVEL	NIVEL
	(Bajo)	(Alto)
Z₁: % de sólidos	30	45
Z₂: Dosificación de colector (gr/TM)	20	50
Z₃: pH	7	8

Tabla 4.2: Réplicas Centrales (Y°)

% de sólido	Dosificación de colector (g/TM)	pH
37.5	35	7.5

A continuación se procede a construir la planificación del diseño experimental (con una sola prueba en los extremos y tres réplicas en el punto central), el cual indica los valores de las variables en escala natural (Z_j) y las variables en escala codificada (X_j), siendo la recuperación del concentrado Bulk (Y), (Tabla 4.3)

Tabla 4.3: Variables en Escala Natural y Codificadas con Réplicas en el Centro

PRUEBA (N)	Z₁	Z₂	Z₃	X₁	X₂	X₃	RESPUESTA (Y)
1	30	20	7	-1	-1	-1	79.53
2	45	20	7	1	-1	-1	80.15
3	30	50	7	-1	1	-1	79.81
4	45	50	7	1	1	-1	80.43
5	30	20	8	-1	-1	1	77.76
6	45	20	8	1	-1	1	78.45
7	30	50	8	-1	1	1	77.03
8	45	50	8	1	1	1	81.08
9	37.5	35	7.5	0	0	0	82.10
9	37.5	35	7.5	0	0	0	82.22
9	37.5	35	7.5	0	0	0	82.80

4.5. Cálculo de Efectos

Para saber cuantitativamente cuánto afectan las variables sobre la respuesta o criterio de optimización de un proceso se determina el cálculo de los efectos, los cuales se definen como la diferencia entre los valores de las respuestas, cuando en los

tratamientos respectivos las variables se encuentran en su nivel inferior y cuando se encuentran en su nivel superior, definido por:

$$Ex_j = \frac{(\sum y_+) - (\sum y_-)}{\left(\frac{N}{2}\right) r} \quad (4.2)$$

donde:

$\sum y_+$ = Sumatoria de las respuestas correspondiente al nivel superior de las variables en cuestion.

$\sum y_-$ = Sumatoria de las respuestas correspondiente al nivel inferior de las variables en cuestion.

N = Número de pruebas experimentales

r = Número de réplicas en el diseño

Otra forma útil para el cálculo de los efectos es matricialmente, el cual es práctico, especialmente cuando se trabaja en computadora mediante una hoja de cálculo, o si se prefiere utilizar cualquier lenguaje de programación, está dado por:

$$Ex_j = \frac{\sum_{i=1}^N X_{ij} Y_j}{\left(\frac{N}{2}\right) r} = \frac{[X^T] \times [Y]}{\left(\frac{N}{2}\right) r} \quad (4.3)$$

donde:

$[X^T]$ = Matriz transpuesta

$[Y]$ = Matriz de las variables respuesta

La matriz del diseño factorial con una sola prueba en cada punto externo del diseño se observa en la Tabla 4.4 Se obtiene de las respuestas el promedio de Y resultando igual 79.28% considerar que para este cálculo se exceptúa las tres réplicas en el punto centro.

Tabla 4.4: Matriz del Diseño Factorial y Respuestas Experimentales

PRUEBA (N)	Z ₁	Z ₂	Z ₃	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₂ X ₃	X ₁ X ₂ X ₃	RESPUESTA (Y)
1	30	20	7	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	79.53
2	45	20	7	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	80.15
3	30	50	7	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	79.81
4	45	50	7	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	80.43
5	30	20	8	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	77.76
6	45	20	8	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	78.45
7	30	50	8	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	77.03
8	45	50	8	1	1	1	1	1	1	1	1	81.08

Operando por matrices se obtiene el efecto, (ver Tabla 4.4).

$$\begin{array}{c}
 [X] \\
 \begin{bmatrix}
 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\
 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\
 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\
 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\
 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 \\
 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\
 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 \\
 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1
 \end{bmatrix} \\
 \\
 \begin{array}{ccc}
 [X^T] & & [Y] \quad [X^T][Y] \\
 \begin{bmatrix}
 1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 & 1 & -1 \\
 1 & 1 & -1 & -1 & -1 & -1 & 1 & 1 \\
 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 & 1 \\
 1 & 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 & -1 \\
 1 & -1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 \\
 1 & 1 & -1 & 1 & -1 & 1 & -1 & -1 \\
 1 & -1 & 1 & 1 & -1 & -1 & 1 & -1 \\
 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1
 \end{bmatrix}
 & \times & \begin{bmatrix}
 79.53 \\
 80.15 \\
 79.81 \\
 80.43 \\
 77.76 \\
 78.45 \\
 77.03 \\
 81.08
 \end{bmatrix}
 = \begin{bmatrix}
 634.25 \\
 6.00 \\
 2.46 \\
 -5.60 \\
 3.36 \\
 3.50 \\
 1.34 \\
 3.36
 \end{bmatrix}
 \end{array}
 \end{array}$$

Tabla 4.5: Cálculo de Efectos

	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$
$[X^T][Y]$	634.25	6.00	2.46	-5.60	3.36	3.50	1.34	3.36
EFFECTOS		1.50	0.61	-1.40	0.84	0.87	0.34	0.84

El significado físico del cálculo de los efectos es ver como varia la respuesta al variar una variable de su nivel inferior al superior. Las siguientes observaciones se deducen de los efectos calculados.

- Al aumentar el % de sólidos (X_1) de 30% a 45%, incrementa la recuperación en 1.50.
- La dosificación de colector, el pH y el efecto de las interacciones son mínimos, por lo cual no son relevantes en el proceso hasta el momento.

4.6. Análisis de Varianza

El análisis de varianza es una herramienta útil en la inferencia estadística, se aplicará para probar la significancia de los efectos en el diseño experimental, es decir que mediante este análisis se verá cuál de las variables de un grupo determinado (% de sólidos, dosificación de colector y pH) son realmente importantes en el rango investigado.

El análisis de varianza implica el cálculo de:

SS_{Total} = Suma total de cuadrados.

$SS_{Efectos}$ = Suma de cuadrados debida a los efectos o tratamientos.

SS_{Error} = Suma de cuadrados debida al error.

$SS_{Curvatura}$ = Suma de cuadrados debida a la curvatura.

La variabilidad total de los datos en sus partes componentes, está dado por la siguiente ecuación:

$$SS_{Total} = SS_{Efectos} + SS_{Error} \quad (4.4)$$

La suma de cuadrados de los efectos e interacciones se da por la siguiente ecuación:

$$SS_{Efecto} = \frac{(\sum_{i=1}^N X_{ij} Y_j)^2}{Nr} = \frac{\{[X^T] \times [Y]\}^2}{Nr} \quad (4.5)$$

La suma de cuadrados debida al error se calcula con la siguiente ecuación:

$$SS_{Error} = \sum_{i=1}^{n^o} (Y_i^o - \bar{Y}^o)^2 \quad (4.6)$$

donde:

Y_i^o = Réplica en el punto central del diseño

n^o = Número de réplicas en el centro

$$\bar{Y}^o = \frac{\sum_{j=1}^{n^o} Y_j^o}{n^o} = \text{Promedio de todas las réplicas}$$

La suma de cuadrados debida a la curvatura se calcula con la siguiente ecuación:

$$SS_{\text{curvatura}} = \frac{Nn^o(\bar{Y} - \bar{Y}^o)^2}{N + n^o} \quad (4.7)$$

donde:

$$\bar{Y} = \frac{\sum_{j=1}^N Y_j}{N} = \text{Promedio de puntos exteriores del diseño}$$

A través del cálculo de los efectos se observó que las variables X_1 , X_2 y X_3 (Porcentaje de sólidos, dosificación de colector y pH), tienen incidencia importante en el proceso. La manera precisa y estadística de medir la importancia de esas variables es por el teorema de Cochran, el cual puede resumirse en la siguiente ecuación:

$$F_o = \frac{MS_{\text{Efectos}}}{MS_{\text{error}}} \quad (4.8)$$

$$MS_{\text{Efectos}} = \frac{SS_{\text{Efectos}}}{f_1} \quad (4.9)$$

$$MS_{\text{Error}} = \frac{SS_{\text{Error}}}{f_2} \quad (4.10)$$

donde:

f_1 = Grados de libertad de los efectos e interacciones, generalmente iguales a uno en los diseños factoriales a dos niveles

$f_2 = (n^0 - 1) =$ Grados de libertad de la suma de cuadrados del error, para el presente caso igual a dos ($f_2 = 3 - 1 = 2$)

Del cálculo de las ecuaciones anteriores se obtienen los resultados que se muestran en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6: Análisis de Varianza

FUENTE DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS (SS)	GRADOS DE LIBERTAD f	MEDIA DE CUADRADOS (MS)	F_0
X₁ (% de sólidos)	4.50	1	4.50	32.27
X₂ (Colector)	0.75	1	0.75	5.41
X₃ (pH)	3.93	1	3.93	28.14
X₁X₂ (%sólidos-Colector)	1.41	1	1.41	10.13
X₁X₃ (%sólidos-pH)	1.53	1	1.53	10.95
X₂X₃ (Colector-pH)	0.23	1	0.23	1.62
X₁X₂X₃ (%sólidos-Colector-pH)	1.41	1	1.41	10.10
Curvatura	20.86	1	20.86	149.47
Error	0.28	2	0.14	
Total	34.89	10		

Una variable o interacción es significativa si se cumple la siguiente condición:

$$F_0 > f(\alpha, f_1, f_2)$$

Donde:

α = nivel de confianza o significancia (generalmente al 0,01% ó 0,05%).

Para un nivel de significancia de 95% F de tabla para uno y dos grados de libertad, respectivamente es:

$$F(\alpha, f_1, f_2) = F(0.05; 1; 2) = 18.5$$

Del valor obtenido de tablas ($F = 18.5$) y el valor calculado (F_0) se deduce que las variables más significativas son:

- X_1 (% de sólidos) y X_3 (pH), estos valores son elegidos ya que $F_0 > F$.
- También se observa que el efecto de la curvatura es significativa, por lo que se concluye que la región óptima se encuentra en el centro del diseño.

4.7. Modelo Matemático

Una vez determinado los efectos y teniendo en cuenta el análisis de varianza, resultaron significativas las variables (X_1 y X_3), el siguiente paso es obtener un modelo matemático lineal, el cual es siempre útil determinarlo ya que relaciona las variables estudiadas con el fin de predecir el fenómeno en cuestión.

El modelo matemático lineal es de la siguiente forma:

$$\hat{Y} = \bar{Y} + \sum_{j=1}^k b_j X_j + \sum_{u,j=1}^k b_{uj} X_u X_j + \dots \quad u \neq j \quad (4.11)$$

Para estimar los coeficientes b_j y b_{uj} se hace uso de la fórmula matricial o a partir de los efectos:

$$[B] = ([X^T][X])^{-1}([X^T][Y]) \quad (4.12)$$

Ó

$$b_j = \frac{Ex_j}{2} \quad (4.13)$$

Con los resultados obtenidos en la Tabla 4.7, se procede a calcular la suma de cuadrados medios del residual del modelo (SSM_R), mediante la siguiente ecuación:

$$SSM_R = \frac{\sum_{i=1}^{N_r} (Y - \hat{Y})^2}{N_r - I} \quad (4.15)$$

donde:

\hat{Y} = "Y" estimado o respuesta según el modelo matemático

Y = "Y" observado o respuesta experimental

N_r = Número total de experimentos

I = Número de parámetros del modelo matemático

$N_r - I = f_r$ = Grados de libertad del residuo, para el presente estudio igual

$$a (f_r = 8 - 3 = 5)$$

Aplicando la Ec. (4.15) se obtiene la suma de cuadrados medios del residual del modelo (SSM_R):

$$SSM_R = \frac{10.65}{8 - 3} = 2.13$$

Para determinar estadísticamente si el modelo matemático hallado representa adecuadamente los datos experimentales, se realiza la prueba F:

$$F_o = \frac{SSM_{residual}}{MS_{error}} \quad (4.16)$$

Reemplazando los valores en la Ec. (4.16)

$$F_o = \frac{2.13}{0.14} = 15.264$$

Entonces el modelo es adecuado si:

$$F_o < F(\alpha, f_R, f_2)$$

$\alpha = 0.01$; Es decir para un nivel de confianza del 99%.

Para un nivel de significancia de 99% F de tabla para cinco y dos grados de libertad, respectivamente es:

$$F(\alpha, f_R, f_2) = F(0.01, 5, 2) = 99.30$$

Como F_o calculado es menor que F de Tabla, por lo tanto el modelo matemático se ajusta o representa adecuadamente a los datos experimentales.

4.9. Decodificación del modelo a escala natural

El modelo matemático codificado fue:

$$\hat{Y} = 79.28 + 0.750X_1 - 0.701X_3$$

Es decir, en este modelo los valores de las variables X_1 y X_3 se representan por valores (-1) y (+1). Para que en el modelo se pueda reemplazar los valores reales de las variables, se calcula el modelo decodificado según:

$$\hat{Y}_D = a_o + a_1Z_1 + a_2Z_2 + a_3Z_3 \quad (4.17)$$

Donde:

$$a_o = \bar{Y} - b_1\varepsilon_{X1} - b_2\varepsilon_{X2} - b_3\varepsilon_{X3} \quad (4.18)$$

$$a_1 = \frac{b_1}{\Delta Z_{X1}} \quad (4.19)$$

$$a_2 = \frac{b_2}{\Delta Z_{X2}} \quad (4.20)$$

$$a_3 = \frac{b_3}{\Delta Z_{X3}} \quad (4.21)$$

Ahora se procede a calcular lo siguiente:

- Centro del Diseño

$$Z_{X1}^o = \frac{30 + 45}{2} = 37.50$$

$$Z_{X3}^o = \frac{7 + 8}{2} = 7.5$$

- Radio del Diseño

$$\Delta Z_{X1} = \frac{45 - 30}{2} = 7.5$$

$$\Delta Z_{X3} = \frac{8 - 7}{2} = 0.5$$

- Relación ε

$$\varepsilon_{X1} = \frac{Z_{X1}^o}{\Delta Z_{X1}} = \frac{37.50}{7.50} = 5.00$$

$$\varepsilon_{X3} = \frac{Z_{X3}^o}{\Delta Z_{X3}} = \frac{7.50}{0.5} = 15$$

Lo cual se resume en la Tabla 4.8:

Tabla 4.8: Valores para la Decodificación del Modelo

	X₁	X₃
Nivel Inferior (-)	30	7
Nivel Superior (+)	45	8
Centro del Diseño (Z^o_j)	37.50	7.50
Radio del Diseño(ΔZ_j)	7.50	0.50
Relación (ε_j)	5.00	15.00

Reemplazando estos valores en las Ec. (4.18), Ec. (4.19), Ec. (4.20) y Ec. (4.21) en Ec. (4.17), se obtiene los coeficientes para la ecuación a escala natural:

$$a_0 = 86.038$$

$$a_1 = 0.200$$

$$a_2 = -1.4011$$

Se obtiene:

$$\hat{Y}_D = 86.038 + 0.2000Z_1 - 1.4011Z_3 \quad (4.22)$$

A partir de esta Ec. (4.22), despejando Z₁ y Z₃ se construye las tablas de tabulación Tabla 4.9 y Tabla 4.10 con un \hat{Y}_D = Porcentaje de Recuperación (70%, 80% y 85%)

En la Figura 4.3 y Figura 4.4 se aprecia que la mayor recuperación de 85% se obtiene en un intervalo de 5 a 8 de pH, de estos valores se determina que el pH óptimo para el proceso de flotación es de 7 a 7.2. Para el % sólido el intervalo es 44% al 55% de este rango, se establece que el óptimo es 44% a 46%, debido a que se busca el % de sólidos no sea tan alto para evitar que se produzca problemas de lamas durante la flotación.

Tabla 4.9: Tabulación de la Ec. (4.22) despejando el pH (Z_3)

Z_1 (% DE SÓLIDOS)	Z_3 (pH)		
	$Z_3 - 75\% \text{Recup.}$	$Z_3 - 80\% \text{Recup.}$	$Z_3 - 85\% \text{Recup.}$
30	12	9	5
32	12	9	5
34	13	9	6
36	13	9	6
38	13	10	6
40	14	10	6
42	14	10	7
44	14	11	7
46	14	11	7
48	15	11	8

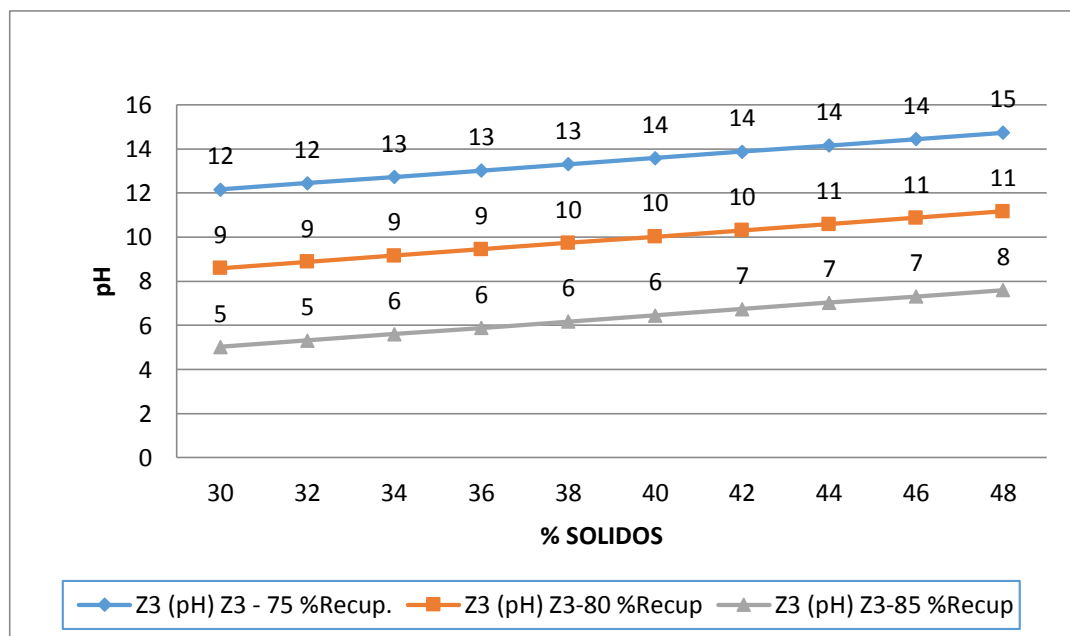
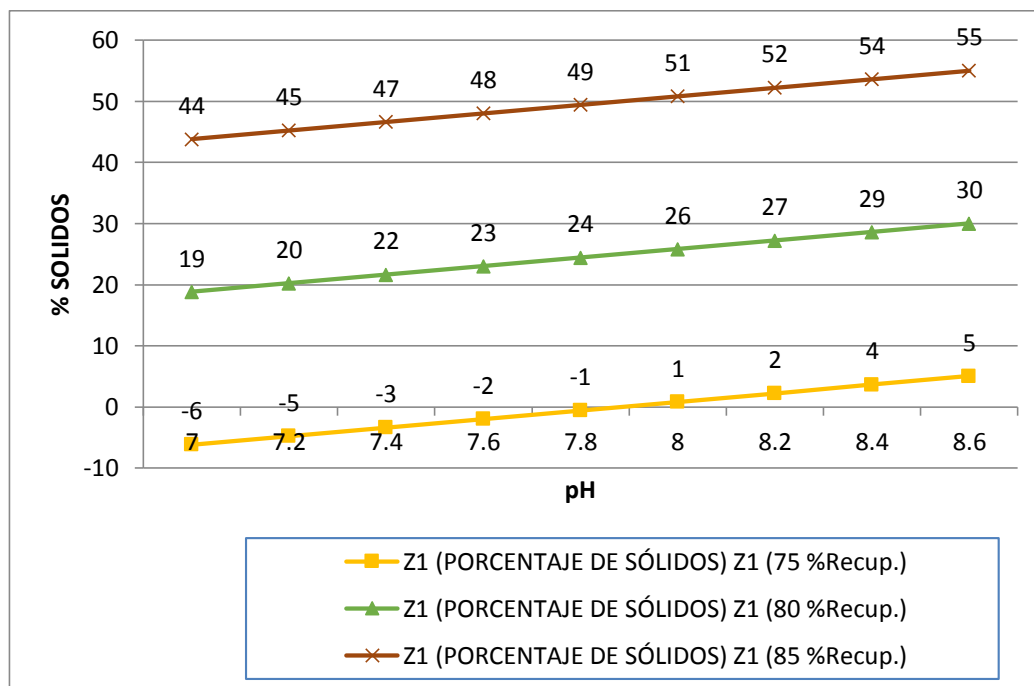
**Figura 4.3:** Superficie de Respuesta %Sólido vs pH

Tabla 4.10: Tabulación de la Ec. (4.22) despejando el % Sólidos (Z_1)

Z_3 (pH)	Z_1 (% SÓLIDOS)		
	$Z_{1-75\%Recup.}$	$Z_{1-80\%Recup.}$	$Z_{1-85\%Recup.}$
7	-6	19	44
7.2	-5	20	45
7.4	-3	22	47
7.6	-2	23	48
7.8	-1	24	49
8	1	26	51
8.2	2	27	52
8.4	4	29	54
8.6	5	30	55

**Figura 4.4:** Superficie de Respuesta pH vs %Sólido

CONCLUSIONES

1. De acuerdo al diseño experimental se obtiene de la Tabla 4.6, la cual presenta las varianzas para cada Factor (variable) y combinación de interacción de las mismas, que al ser comparada con el $F(\alpha, f_1, f_2) = F(0.05; 1; 2) = 18.5$, se determina que las variables significativas del proceso son la curvatura, % sólidos y el pH, las cuales serán utilizadas para la optimización del proceso. Las interacciones de las mismas y la variable de dosificación de colector no presentan significancia en el proceso.
2. El hecho de que la curvatura presente significancia en el proceso, nos indica que en la región del punto central se obtiene valores óptimos, lo que con lleva a indicar que la relación entre las entradas y respuestas del proceso no es lineal presentando una desviación en el centro del sistema. A pesar de ello no es necesario la linealidad perfecta y el sistema 2^k funcionara bastante bien incluso cuando el supuesto de la linealidad sea válido solo de manera aproximada.
3. Las superficies obtenidas del diseño experimental donde se establecen los comportamientos de pH y porcentaje de sólidos, considerando recuperaciones de 75%, 80%, 85% de concentrados bulk, nos da como resultado que se puede obtener recuperaciones del 85% siempre y cuando se trabaje con un pH entre 7 a 7.2 y un porcentaje de sólidos entre 42 a 46 %.
4. De las curvas de cinética de flotación obtenidas para plata, cobre y plomo se desprende que el tiempo optimo es de 16 minutos dando como resultado para la plata 81.90% de recuperación, para el cobre 80.21% y para el plomo 77.71%.

BIBLIOGRAFIA

1. C. MONGOMERY, DOUGLAS, Diseño y Análisis de Experimentos. Segunda Edición, Editorial Lumisa Wiley, Méjico, Pág. 170-276
2. DERECHOS RESERVADOS, Manual General de Minería y Metalurgia. Primera Edición Abril 2006, Portal Minero Ediciones, Chile, Pág. 139-152
3. O. KUEHL, ROBERT, Diseño de Experimentos-Principios Estadísticos de Diseños y Análisis de Investigación. Segunda Edición, Editorial Thomson Learning, España, Pág. 73-467
4. R.P. KING, Modeling and Simulation of Mineral Processing Systems- Department of Metallurgical Engineering University of Utah, USA. First Published 2001, Butterworth Heinemann-Oxford Pág. 239-346.
5. SUTULOV; ALEXANDER., Flotación de minerales. Universidad de Concepción, Instituto de Investigaciones Tecnológicas, Chile-1963.
6. TAFUR PORTILLA, RAÚL, Introducción a la Investigación Científica-Tomo-I. Editorial Mantaro; Lima-1994.

ANEXOS

Anexo I: Cálculo de α para obtener la ecuación de la cinética de flotación

Anexo II: Distribución F de Fisher Snedecor

Anexo I

CÁLCULO DE $R\alpha$ PARA OBTENER LA ECUACIÓN DE LA CINÉTICA DE FLOTACIÓN

Tiempo	Recuperación Acumulativa		
	%Ag	%Cu	%Pb
0	0.00	0.00	0.00
2	38.72	37.51	36.51
4	67.93	66.83	63.97
8	76.85	75.92	72.50
16	81.90	80.21	77.71
32	81.98	80.28	77.76

$$Rt_{Ag} = R\alpha_{Ag} (1 - e^{-0,44t}) \quad ; \quad Rt_{Cu} = R\alpha_{Cu} (1 - e^{-0,45t})$$

$$Rt_{Pb} = R\alpha_{Pb} (1 - e^{-0,47t})$$

$$R\alpha_{Ag} = \frac{81,98}{(1 - e^{-0,44 \times 32})} = 81,98$$

$$R\alpha_{Cu} = \frac{80,28}{(1 - e^{-0,45 \times 32})} = 80,28$$

$$R\alpha_{Pb} = \frac{77,76}{(1 - e^{-0,47 \times 32})} = 77,76$$

Anexo II

Distribución F de Fisher Snedecor

Distribución F de Fisher-Snedecor con u y v grados de libertad.
Se tabula $F_{u,v,\alpha}$, tal que $P(X \geq F_{u,v,\alpha}) = \alpha$, con $X \in F_{u,v}$.

α	v	u							
		1	2	3	4	5	6	7	8
0'050	1	161'5	199'5	215'7	224'6	230'2	234	236'8	238'9
0'025		647'8	799'5	864'2	899'6	921'8	937'1	948'2	956'6
0'010		4052	4999	5404	5624	5763	5858	5928	5980
0'005		16212	19997	21614	22501	23055	23439	23715	23923
0'050	2	18'51	19'00	19'16	19'25	19'30	19'33	19'35	19'37
0'025		38'51	39'00	39'17	39'25	39'30	39'33	39'36	39'37
0'010		98'50	99'00	99'16	99'25	99'30	99'33	99'36	99'38
0'005		198'5	199'0	199'2	199'2	199'3	199'3	199'4	199'4
0'050	3	10'13	9'55	9'28	9'12	9'01	8'94	8'89	8'85
0'025		17'44	16'04	15'44	15'10	14'88	14'73	14'62	14'54
0'010		34'12	30'82	29'46	28'71	28'24	27'91	27'67	27'49
0'005		55'55	49'80	47'47	46'20	45'39	44'84	44'43	44'13
0'050	4	7'71	6'94	6'59	6'39	6'26	6'16	6'09	6'04
0'025		12'22	10'65	9'98	9'60	9'36	9'20	9'07	8'98
0'010		21'20	18'00	16'69	15'98	15'52	15'21	14'98	14'80
0'005		31'33	26'28	24'26	23'15	22'46	21'98	21'62	21'35
0'050	5	6'61	5'79	5'41	5'19	5'05	4'95	4'88	4'82
0'025		10'01	8'43	7'76	7'39	7'15	6'98	6'85	6'76
0'010		16'26	13'27	12'06	11'39	10'97	10'67	10'46	10'29
0'005		22'78	18'31	16'53	15'56	14'94	14'51	14'20	13'96
0'050	6	5'99	5'14	4'76	4'53	4'39	4'28	4'21	4'15
0'025		8'81	7'26	6'60	6'23	5'99	5'82	5'70	5'60
0'010		13'75	10'92	9'78	9'15	8'75	8'47	8'26	8'10
0'005		18'63	14'54	12'92	12'03	11'46	11'07	10'79	10'57
0'050	7	5'59	4'74	4'35	4'12	3'97	3'87	3'79	3'73
0'025		8'07	6'54	5'89	5'52	5'29	5'12	4'99	4'90
0'010		12'25	9'55	8'45	7'85	7'46	7'19	6'99	6'84
0'005		16'24	12'40	10'88	10'05	9'52	9'16	8'89	8'68
0'050	8	5'32	4'46	4'07	3'84	3'69	3'58	3'50	3'44
0'025		7'57	6'06	5'42	5'05	4'82	4'65	4'53	4'43
0'010		11'26	8'65	7'59	7'01	6'63	6'37	6'18	6'03
0'005		14'69	11'04	9'60	8'81	8'30	7'95	7'69	7'50