

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO FACULTAD DE QUÍMICA

CONTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DETERMINADOR DE OXÍGENO DISUELTO EN PULPA ACOPLADO A UN TANQUE AIREADOR A TRAVÉS DE UN ARDUINO PARA SU USO EN UNA CELDA DE FLOTACIÓN A NIVEL LABORATORIO.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA

PRESENTA

RODRÍGUEZ VALDIVIA ADRIANA



CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX. 2023



Universidad Nacional Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE:	Profesor: Antonio Huerta Cerdán
VOCAL:	Profesor: Juárez Sánchez Faustino
SECRETARIO:	Profesor: De la Rosa Juan Manuel
1er. SUPLENTE:	Profesor: Herrero Terán Manuel Mariano
2° SUPLENTE:	Profesor: Vela Avitua Andrés

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO 006 (PROCESAMIENTO DE MINERALES) DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA, EDIFICIO D. FACULTAD DE QUÍMICA. CIUDAD UNIVERSITARIA. UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

M. en C. Antonio Huerta Cerdán

SUSTENTANTE:

Adriana Rodríguez Valdivia

Agradecimientos

Gracias a mis padres por ser los principales promotores de mis sueños, por confiar y creer en mi y en mis expectativas, gracias por siempre desear y anhelar siempre lo mejor para mi vida, por su tiempo, cada consejo y por cada una de sus palabras que me han guiado durante mi vida.

Agradezco a la vida por haberme otorgado una familia maravillosa, quienes han creído en mí siempre, dándome ejemplo de superación. A mis padres: Alba y Abraham, a mi hermana Nancy, a mis abuelos: Concepción, Abraham, Trinidad y Filiberto, a mis tíos: Maribel, Julián, Martín, Ángeles, Jacinto, Poli y Alicia; y a mis primos: Gerardo, Kelly, Luis, Diana, Ulises y Miguel, a todos ellos les dedico este trabajo, porque han fomentado en mí, el deseo de superación y de triunfo en la vida, por darme su apoyo, cariño, comprensión, consejos y risas en cada momento que lo necesito. Espero contar siempre con ustedes incondicionalmente.

Gracias a mi Universidad por permitirme convertirme en un ser profesional en lo que tanto me apasiona, gracias a cada maestro que hizo parte de este proceso integral de formación. Le agradezco profundamente a mi asesor M. en C. Antonio Huerta Cerdán, por su dedicación, apoyo y paciencia, sin sus palabras y correcciones precisas no hubiese podido llegar a esta instancia tan anhelada. Gracias por su guía y sus consejos, los llevare grabados para siempre en la memoria en mi futuro profesional.

El desarrollo de esta tesis y de una carrera profesional no lo puedo catalogar como algo fácil, pero lo que sí puedo hacer, es afirmar que durante todo este tiempo pude disfrutar de cada momento, que cada investigación, proceso y proyectos que se realizaron dentro de esta, lo disfruté mucho, y no fue porque simplemente me dispuse a que así fuera, fue porque mis amigos siempre estuvieron ahí: a mi mejor amiga Deyan y mi mejor amigo Fernando, a Gaby, Lupe, Edder, Gualito, Adrian, Yael y Thamara.

Contenido

Resumen	
Introducción	9
Hipótesis	
Objetivos	
1.0 Marco Teórico	
1.1. Proceso de flotación	
1.2. Factores que intervienen en la flotación	
1.2.1. Pulpa	
1.2.2. Reactivos de flotación	
1.2.2.1. Reguladores de pH	
1.2.2.2. Espumantes	
1.2.2.3. Depresores	
1.2.2.4. Activadores o reactivadores	
1.2.2.5. Colectores	
1.2.3. Velocidad de agitación	
1.2.4. Flujo de aireación	
1.3. Importancia del Oxígeno Disuelto en el proceso de flo	tación 19
1.3.1. Teoría electroquímica	
1.3.1.1. Mecanismo de reacción de transferencia	de carga en agua 22
1.3.1.2. Mecanismo de reacción de transferencia	a de carga con reactivos
colectores y mineral	
1.4. Circuito	
1.5. Pruebas de flotación en laboratorio	
1.6. Microcontrolador Arduino	

1.6.1. Arduino UNO
1.6.2. Software IDE para Arduino UNO
1.7. LCD con controlador I2C 35
1.8. Sensores
1.8.1. Sensor de Oxígeno Disuelto
2. Desarrollo experimental 40
 2.1. Sistema determinador de Oxígeno Disuelto: Selección y adquisición de material 40
2.1.1. LCD con controlador I2C 41
2.1.2. Sensor de Oxígeno Disuelto 42
2.1.2.1. Principio de operación 44
2.1.3. Circuito EZO DO
2.2. Armado e implementacion de sistema de medición de oxigeno disuelto
2.2.1. Hardware
2.2.2. Software
2.3. Pruebas de medición: Calibración del sistema determinador de oxigeno disuelto 53
2.3.1. Calibración a un punto53
2.3.2. Calibración a dos puntos 55
2.4. Pruebas de medición: Determinación de condiciones favorables para pruebas de flotación
2.4.1. Efecto del flujo de aire en la concentración de O_2 disuelto a diferentes tiempos de residencia en el tanque aireador para su aplicación en el proceso de flotación 55
2.4.1.1. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto
en agua, del tanque aireador56
2.4.1.2. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto
en la pulpa de una mena compleja Cu-Zn en tanque aireador
2.5. Pruebas de flotación 57
2.6. Análisis químico E.A.A60
2.7. Balance metalúrgico 62
3. Resultados y discusión de resultados64

3.1.	Sistema determinador de Oxígeno Disuelto: Selección y adquisición de material. 64
3.2. 3.2	Armado e implementación de sistema de medición de oxígeno disuelto
3.2	2. Software
3.3.	Pruebas de medición: Calibración del sistema determinador de oxígeno disuelto. 70
3.4. de flo	Pruebas de medición: Determinación de condiciones favorables para el proceso tación
3.4 de	1. Efecto del flujo de aire en la concentración de O_2 disuelto a diferentes tiempos residencia en el tanque aireador para su aplicación en el proceso de flotación 73
3	.4.1.1. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto
е	n agua, del tanque aireador74
3	.4.1.2. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto
е	n pulpa, del tanque aireador75
3.5.	Pruebas de flotación 80
3.6.	Análisis químico E.A.A. y Balance Metalúrgico
4. Co	nclusiones
Anexo	I. Código UART Arduino UNO para lectura y registro en Excel de
concen	tración de oxígeno disuelto88
Anexo	II. Código de programación para visualización de datos mediante LCD 89
Anexo	III. Códigos UART
Anexo	V. Mantenimiento de sonda galvánica Atlas Scientific DO
Anexo	V. Conservación de solución de calibración Zero D.O
Anexo	VI. Instructivo de uso 101
Anexo	VII. Cálculo de mineral y reactivos utilizados en las pruebas de flotación.

Anexo VIII. Balance Metalúrgico de pruebas de flotación bulk en Celda Denver Lab.
Anexo IX. Balance metalúrgico 108
Anexo X. Calibración de Espectroscopio de Absorción Atómica E.A.A. 3100
PerkinElmer
Anexo XI. Análisis Químico. Espectroscopia de Absorción Atómica 112
Bibliografía y Mesografía 113

Índice de Figuras

Figura No. 1. Diagrama de una celda de flotación de espuma [1]12
Figura No. 2. Adsorción de un colector en la superficie de un mineral. [8] 15
Figura No. 3. Efecto de la velocidad de agitación en una celda de flotación. [1] 17
Figura No. 4. Distribución de partículas dentro de una celda de flotación. [1] 17
Figura No. 5. Efecto de la aireación en la recuperación de Cp para las mezclas
Cp/Py. [22]
Figura No. 6. Velocidad de adsorción de xantato en superficie de galena en (a)
solución desoxigenada a pH 10 (b) solución saturada de aire a pH 10, (c) solución
saturada de oxígeno a pH 10 [14] 20
Figura No. 7. Efecto del oxígeno en la adsorción de xantato en PbS. [14] 21
Figura No. 8. Potencial de reposo en minerales sulfurados y potencial mixto de
minerales de sulfuro y hierro vs M [EtX-] (400 cc/min purga con argón, pH natural,
25°C) [13]
Figura No. 9. Potencial de reposo de minerales de sulfuro y potencial mixto de
minerales sulfurados con hierro vs M[EtK-] (400 cc/min, purga con aire, pH natural,
25°C) [13]
Figura No. 10. Diagrama del circuito de flotación industrial por JKSimFloat. [1]28
Figura No. 11. Esquema de una máquina de flotación marca Denver para pruebas
de laboratorio.[50]
Figura No. 12. Partes de microcontrolador Arduino UNO [24]
Figura No. 13. Entorno de programación para Arduino y hoja de código. [23] 35

Figura No. 14. Arquitectura de conexión de dos dispositivos usando protocolo I2C. Figura No. 16. Conexión LCD 16x2 por I2C con Arduino UNO. https://www.geekfactory.mx/tutoriales-arduino/lcd-16x2-por-i2c-con-arduino/ 37 Figura No. 18. Display LCD 16x2 con microcontrolador I2C [49] 41 Figura No. 19. Dimensiones de Mini sonda de oxígeno disuelto de grado de Figura No. 20. Estructura externa de una mini sonda de oxígeno disuelto grado Figura No. 21. Estructura interna de mini sonda de oxígeno disuelto grado 24. a) Isolated Carrier Board. Placa portadora EZO ™ aislada Figura No. Figura No. 25. Esquema de conexión circuito EZO DO - Arduino UNO para un modo de comunicación UART.[34]......50 Figura No. 26. Esquema de conexión LCDC por I2C con Arduino UNO hecho con Tinkercad......51 Figura No. 27. IDE con código fuente en desarrollo para lectura de concentración Figura No. 28. Hoja de cálculo Excel con PLX-DAQ......53

Figura No. 29. Iconos para cargar código de programación y abrir Monitor Serial en
IDE Arduino
Figura No. 30. Monitor Serie para monitoreo de Oxígeno Disuelto
Figura No. 31. Peso de reactivo colector XAK en balanza analítica
Figura No. 32. Peso de mineral Cu-Zn en báscula OHAUS58
Figura No. 33. Espumante MIBC, con gotero para adición
Figura No. 34. Digestión de mineral de Calcopirita y Esfalerita. Medio agua:HNO3
1:1
Figura No. 35. Preparación de dilución de muestras minerales de calcopirita y
esfalerita para lectura de absorción atómica62
Figura No. 36. Sonda de oxígeno disuelto llena de depósitos químicos antes de
brindarle mantenimiento64
Figura No. 37. Sonda de oxígeno disuelto posterior al mantenimiento correctivo.65
Figura No. 38. Acoplamiento de sistema determinador de oxígeno disuelto al
sistema de aireación y acondicionamiento66
Figura No. 39. Armado e implementación de sistema determinador de oxígeno
disuelto en laboratorio de procesamiento de minerales
Figura No. 40. Mecanismo de válvula de paso de agua.[36]68
Figura No. 41. Código de programación para lectura y recolección de concentración
de Oxígeno Disuelto en IDE Arduino 69
Figura No. 42. Impresión de lecturas de concentración de Oxígeno Disuelto por
PLX-DAQ70
Figura No. 43. Representación gráfica de cambio de concentración de oxígeno
disuelto [ppm] antes y después de realizar calibración a un punto

 Figura No. 47. Representación gráfica tiempo de aireación [s] vs concentración de

 oxígeno disuelto [ppm] en medio agua- ZnS y CuFeS2 - XAK 1.5x10-4, en el tanque

 aireador (prueba por triplicado) Agitación 700 RPM. Flujo de aire 8 LPM. 25°C... 78

 Figura No. 48. Representación gráfica de tiempo de aireación [s] vs %Ley y

 %Recuperación de cobre y zinc. Flotación a XAK 1.5x10-4. Agitación 700 RPM. Flujo

 de aire 8 LPM. 25°C. Bajo 0, 100 y 300 s de aireación.

 82

 Figura No. 49. Código computacional para cuantificar el oxígeno disuelto de pulpa

 en un tanque aireador.

 88

 Figura No. 50. Código computacional para la visualización de concentración de

 oxígeno disuelto en pulpa de mineral a través de LCD I2C.

 90

 Figura No. 51. Definición de cada color que muestre el LED en sensor EZO al emitir

 91

 Figura No. 52. Reacondicionamiento de sonda. [31].

 97

 Figura No. 53. Limpieza de corrosión en el ánodo de la sonda. [31].

Figura No. 54. Llenado de solución electrolítica en reacondicionamiento de sonda.
[31]
Figura No. 55. Limpieza de membrana. [31] 99
Figura No. 56. Conservación de solución calibradora Zero DO. [31] 100
Figura No. 57. Iconos para cargar código de programación y abrir Monitor Serial en
IDE Arduino
Figura No. 58. Monitor Serie para monitoreo de OD101
Figura No. 59. Calibración de sonda de oxígeno disuelto mediante comando "cal"
aplicada a un punto. [31]102
Figura No. 60. Sonda dentro de solución de calibración Zero D.O. [31] 103
Figura No. 61. Calibración de sonda de oxígeno disuelto mediante comando "cal"
aplicada a calibración a dos puntos. [31] 103
Figura No. 62. Recolección de datos de concentración de oxígeno disuelto en hoja
de cálculo Excel por herramienta PLX-DAQ104
Figura No. 63. Curva de calibración de cobre para E.A.A
Figura No. 64. Curva de calibración de Zinc para E.A.A.

Índice de Tablas.

Tabla. No. 1. Parámetros electroquímicos de minerales de sulfuro.[13] 25
Tabla. No. 2. Especificaciones de mini sonda de oxígeno disuelto grado laboratorio
Atlas Scientific. [29]
Tabla. No. 3. Especificaciones circuito EZO DO. [30]
Tabla. No. 4. Conexiones LCD por I2C a Arduino UNO
Tabla. No. 5. Matriz de experimentación del efecto del flujo de aire en la
concentración de O2 disuelto a diferentes tiempos de residencia
Tabla. No. 6. Matriz de experimentación del efecto del tiempo de residencia en
tanque aireador en el proceso de flotación 59
Tabla. No. 7. Registro de resultados de productos obtenidos en flotaciones bulk de
calcopirita y esfalerita a distintas condiciones80
Tabla. No. 8. Porcentaje en Ley y Recuperación de Cobre y Zinc para concentrados
a distintos tiempos de aireación82
Tabla. No. 9. Sintaxis de comando para control de LED [31]
Tabla. No. 10. Sintaxis de comando para encontrar circuito EZO DO. [31]92
Tabla. No. 11. Sintaxis de comando para modificar a modo de lectura única en
circuito EZO DO. [31]
Tabla. No. 12. Sintaxis para modificar modo de lectura en circuito EZO DO 94
Tabla. No. 13. Sintaxis de comando para calibrar circuito EZO DO. [31]94
Tabla. No. 14. Sintaxis de comando para obtener códigos de respuesta. [31] 95
Tabla. No. 15. Códigos de respuesta. [31]95
Tabla. No. 16. Sintaxis de comando para habilitar o deshabilitar el modo reposo.
[31]

Tabla. No. 17. Consumo de energía. [31]96
Tabla. No. 18. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2
4a). Sin tiempo de aireación 107
Tabla. No. 19. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2
4b). Tiempo de aireación: 100 segundos 107
Tabla. No. 20. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2
4c). Tiempo de aireación: 300 segundos 107
Tabla. No. 21. Condiciones empleadas para realizar la calibración del equipo de
Espectroscopio de Absorción Atómica 3100 PerkinElmer 110
Tabla. No. 22. Resultados de concentración de muestras de flotación por
Espectroscopia de Absorción Atómica

Resumen

Al paso de los años la flotación de minerales se mantiene en mejora constante, dado que, este proceso, al ser tan complejo, cuenta con numerosas variables para analizar, y, a pesar de los años que se llevan de estudio, no se han logrado controlar completamente, de ello resulta, la dispersión en la recopilación de valores durante la repetición de una misma prueba.

Una de las variables a considerar en la flotación, es la cantidad de oxígeno disuelto (OD), por medio de un proceso de aireación previo a la flotación, este factor afecta el potencial de la pulpa, corriendo el riesgo de que la oxidación superficial del mineral, modificando todo el proceso de recuperación.[14]

Otra de las variables más independientes a los procesos fisicoquímicos que ocurren en la flotación es el control externo por parte de los operadores, como seres humanos no contamos con precisión y exactitud para realizar una flotación y obtener valores constantes en todas las repeticiones de pruebas experimentales. Ahora bien, como en todo proceso industrial, a lo largo de los años se ha optado por automatizar los equipos, haciendo más fácil profundizar el estudio del dicho proceso, obteniendo así, resultados más precisos. [25]

Esta tesis se concentra en dicho problema y plantea una solución, a través de un microcontrolador tipo arduino, es posible monitorear y controlar, vía remota, la cantidad de oxígeno disuelto presente en un tanque de aireación bajo distintas circunstancias, logrando obtener las condiciones de variable favorables para una flotación efectiva.

Introducción

A nivel industrial, el proceso de flotación, dependiendo del mineral utilizado, involucra la presencia de tanques aireadores para promover una ligera oxidación de la superficie de los minerales mediante la inyección de aire con el fin de crear condiciones favorables para la fijación del colector a las partículas durante la etapa de acondicionamiento de los minerales con los diferentes reactivos de flotación. [14]

Ante esta situación, se realizan investigaciones para determinar los niveles de oxidación que promueven la adsorción de los reactivos al mineral a través de la medición de oxígeno disuelto en la pulpa durante su estancia en el tanque aireador y posterior a esto, la evaluación del grado y recuperación el concentrado flotado. [22]

Actualmente, el laboratorio de Procesamiento de Minerales del Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM ya cuenta con un sistema de tanques aireador y acondicionador que complementa el circuito de flotación. Por lo tanto, se propone instalar un sistema para medir la concentración de oxígeno disuelto en el tanque de aireación, controlado por un sistema arduino que consta de un sensor que permite medir y registrar el contenido de oxígeno disuelto con el correspondiente acoplamiento a la computadora.

El hardware de Arduino consta de un microcontrolador conectado a una placa de circuito impreso, al cual se le pueden conectar tarjetas de expansión (shields) con la disposición de puertos de entrada y salida. Las shields completan la funcionalidad del modelo de tarjeta usado agregando sensores y módulos externos de comunicación a la placa original. Las tarjetas Arduino se pueden programar a través del puerto serie integrado utilizando el Bootloader predeterminado. Con esto, es posible medir, monitorear y registrar la concentración de oxígeno disuelto y relacionar esta información con el grado y recuperación de un concentrado.

Hipótesis

A través de un sistema determinador de oxígeno disuelto (O₂) es posible llevar a cabo el estudio del control de la concentración de O₂ en la pulpa de una mena compleja Cu-Zn y su efecto en el proceso de flotación.

Objetivos

- Construir, armar y poner en marcha un sistema determinador de oxígeno disuelto en pulpa para un tanque aireador que permita complementar la etapa de flotación del equipo que se encuentra en el laboratorio de Procesamiento de Minerales.
- Acoplar el sistema de medición de oxígeno disuelto a través de la incorporación de un dispositivo arduino asociado a elementos de medición (sensor), con conexión a un ordenador y desarrollar el programa que permita interactuar la comunicación serial entre el computador y el sistema arduino con sensor para la variable en estudio.
- Determinar los efectos de la concentración de oxígeno disuelto en un mineral complejo de calcopirita-esfalerita a distintos tiempos de aireación en el acondicionamiento y flotación.

1.0 Marco Teórico

1.1. Proceso de flotación

A fines del siglo XIX y principios del siglo XX los recursos de los minerales disminuyeron gradualmente debido a la creciente demanda de metales, fue hasta ese momento cuando la flotación se propuso como método de concentración de minerales con el fin de colectar minerales finos, de ley intermedia, que ya se habían clasificado como no rentables, no económicos. [1]

La flotación es un proceso fisicoquímico y una de las principales operaciones del beneficio de minerales, utilizando varios tipos de tecnología y equipo, para concentrar minerales finamente molidos de sulfuro y metales no ferrosos, por ejemplo, plomo, cobre, zinc, níquel.

Este proceso comprende el tratamiento químico de un compuesto de partículas sólidas (previamente molidas a un tamaño de liberación específico) mezcladas con agua y reactivos químicos, llamado pulpa, a fin de crear condiciones que favorezcan la adhesión de las partículas de minerales de interés a las burbujas de aire. Tiene por objetivo la separación de minerales, divididos a partir de la pulpa acuosa, aprovechando sus propiedades de afinidad o repulsión al agua. [1][2][3]

La Figura No. 1, describe el proceso de flotación, que considera tres fases: sólida, líquida y gaseosa. Los sólidos corresponden al mineral que se quiere separar, presente en los concentrados, salida y entrada de pulpa; la fase liquida, que es el medio en el que están suspendidos los sólidos y en el que se llevara a cabo la separación entre el mineral de interés y la ganga, también presente en la entrada y salida de pulpa, y por último, la fase gaseosa consta del aire inyectado en la pulpa, con la intención de formar las burbujas, que servirán como medio de transporte, ayudando al mineral a ir a la superficie por medio de su adsorción. [5]

Las diversas propiedades químicas de cada uno de los minerales presentes en esta pulpa son un factor de gran importancia, y, gracias a ellas y a la adición de diferentes reactivos, se modifica la superficie del mineral, provocando que esta partícula mineral tenga propiedades de flotación, así, puede adherirse a las burbujas de aire, ascender, y ser recuperado.



Figura No. 1. Diagrama de una celda de flotación de espuma [1]

1.2. Factores que intervienen en la flotación

1.2.1. Pulpa

La pulpa, compuesta por material de valor, ganga, agua y, reactivos, produciendo partículas hidrofóbicas e hidrofílicas se coloca en una celda de flotación con un impulsor por el que pasan burbujas de aire. Una pulpa muy espesa posee una densidad muy alta, lo cual indica una molienda gruesa. Al ingresar al circuito de flotación, el mineral de interés no flotará o flotará muy poco, esto es, porque el aire no puede flotar partículas muy grandes, incluso con la adición de los reactivos. Además, se perderán los minerales valiosos por falta de liberación.

Una pulpa muy fina hará que llegue a la celda menos cantidad de sólido, por su baja densidad, entonces, habrá baja recuperación. Un problema significativo provocado

por una pulpa fina es el exceso de lamas, que dificultan la flotación; ensuciando los concentrados, por lo tanto, afectando su ley. [3]

1.2.2. Reactivos de flotación

Para realizar un provechoso proceso de flotación la superficie de los minerales sulfurados se debe transformar selectivamente a hidrófoba. Estos reactivos son sustancias químicas que se emplean para la recuperación de minerales valiosos, se adsorben en la superficie del mineral dándole la propiedad de hidrofobicidad. El uso de reactivos se selecciona de acuerdo con los elementos que se desean recuperar en sus respectivos concentrados. [6]

1.2.2.1. Reguladores de pH

El pH es una de las variables más importantes en el proceso de flotación porque la efectividad de los agentes de flotación (colectores, activadores, depresores), depende de la concentración de pH en la pulpa. Usualmente se tiende a usar óxido de calcio (CaO), o, cal hidratada (Ca(OH)₂), una solución de hidróxido de sodio saturada (NaOH), o, soluciones reguladoras como reactivos reguladores de pH alcalino, y, en medio ácido, se suele usar ácido sulfúrico (H₂SO₄). [7][3]

1.2.2.2. Espumantes

El objetivo principal de los espumantes siempre será dar consistencia a las burbujas cargadas de mineral, esto se logra rodeando de una capa adsorbida a las burbujas de aire que se forman en la pulpa por medio de una agitación o inyección de aire. Lo espumantes evitan la coalescencia entre partículas, y mantienen la estabilidad de la burbuja para que cuando llegue a la superficie no reviente, de igual manera, brinda elasticidad a la espuma, que ayuda a las burbujas a emerger intactas en la interfase agua-aire. [3]

Un exceso de espumantes produce espumas de más que rebalsaran los canales, esto provoca que se ensucien los concentrados, disminuyendo el porcentaje de recuperación, y calidad del concentrado. De la manera contraria, con la deficiencia de espumantes la burbuja se reventará antes de llegar a la superficie, no habrá espumas y, por lo tanto, no se llevará a cabo la flotación, ensuciando los relaves. [6][7]

El espumante más utilizado para los minerales sulfuro es el Metil-Iso-Butil-Carbinol MIBC, debido a su alta selectividad.

1.2.2.3. Depresores

La importancia de estos reactivos consta de disminuir la flotabilidad de un mineral no deseado, es decir, deprimirlo. Esto se logra gracias a que el depresor vuelve hidrofílica a la superficie del mineral. Sin la existencia de estos, la flotabilidad selectiva sería un proceso aún más complicado, pues flotarían todos los sulfuros y no podría existir esa recuperación selectiva. [7][3]

1.2.2.4. Activadores o reactivadores

Estos reactivos aumentan la flotabilidad de los minerales que se desean recuperar, mejoran a la adsorción del colector. Los reactivadores se utilizan para activar un mineral que ya fue deprimido anteriormente, reestableciendo su flotabilidad. [7] Los activadores también se utilizan para mejorar la adsorción del colector en la superficie de un mineral refractario. [7] El CuSO₄ actúa como activador de la esfalerita, que, al ser un mineral refractario es muy difícil hacer que interaccione por sí mismo con un colector, el sulfato de cobre forma una capa de cobre sobre la superficie del mineral, facilitando la adsorción del colector sobre este recubrimiento, favoreciendo la recuperación de la esfalerita.

1.2.2.5. Colectores

Los colectores son compuestos orgánicos que se encargan de cambiar el carácter de la superficie del mineral de interés, con la finalidad de una mejor adherencia mineral-burbuja.

En la mayoría de los casos se suelen usar colectores tipo iónicos por su mayor selectividad, estos colectores son heteropolares, en la Figura No. 2, se puede observar la representación de adsorción del colector sobre el mineral, donde el grupo polar permite al ion del colector adsorberse a la superficie del mineral a recuperar, que también es polar. Mientras tanto, el grupo no polar o también llamado

hidrocarburo se orienta a manera que forma una barrera hidrofóbica en la superficie del mineral, volviéndolo hidrofóbico, así, las burbujas de aire se adhieren sobre esta superficie atrapando al mineral.

Cuando existe un exceso de colector en la celda, la flotación no se llevará a cabo de manera selectiva, es decir, todos los sulfuros flotaran, lo cual ocasionara que el concentrado no sea limpio. Por el contrario, al faltar colector durante el proceso habrá espumas muy pobres en cuanto a recuperación y los productos valiosos podrían pasar a los relaves. [3][8]



Figura No. 2. Adsorción de un colector en la superficie de un mineral. [8]

Los colectores más usados para los minerales de sulfuro son los tipos xantato, que son derivados del ácido carbónico. Los distintos tipos de xantato se diferencian principalmente por el largo de la cadena hidrocarburada. Entre mayor sea la longitud de la cadena de carbonos, este colector tendrá una mayor densidad de adsorción sobre la superficie de los minerales, aumentando su insolubilidad.

El uso de los colectores de cadena larga no es recomendable durante el proceso de una flotación selectiva, pues, vuelve a todos los minerales sulfurados más estables, por lo tanto, más difícil de revertir su insolubilidad. En un caso contrario, si se emplea el uso de un xantato de cadena hidrocarburada corta, ayuda a la selectividad del proceso, dándole la propiedad de flotar primero al mineral más soluble. Previo a la adsorción del xantato, el oxígeno disuelto juega un papel muy importante, pues, junto con el tiempo de aireación y la interacción que tenga el medio aguamineral antes de agregar el colector, influyen el grado de oxidación de la superficie del mineral, así, un ion oxidado puede someterse a la hidrolisis y la adsorción del colector pierde su efectividad, en cambio, una ligera oxidación de superficie del mineral favorece la fijación del colector en la superficie. [15]

1.2.3. Velocidad de agitación

La tasa de agitación de la pulpa afecta la recuperación de concentrado de flotación, pues está presente en los tanques de aireación y acondicionamiento, así como en las celdas, donde permite y ayuda a la dispersión de partículas y de los reactivos que se adicionan durante esas etapas, logrando así, una pulpa con propiedades homogéneas, ahorrando en la celda de flotación este tiempo de acondicionamiento.

Por otro lado, la agitación en la celda de flotación permite la formación de espumas de aire para la flotación. El agitador de la celda debe ser capaz de mantener los sólidos suspendidos evitando que se asienten en el fondo de la celda, para que la pulpa se mantenga como una mezcla uniforme junto con los reactivos dentro de la celda. A una velocidad de agitación baja habrá sedimentación en la celda, y, a una velocidad de agitación alta la celda presentará turbulencia, por lo tanto, las burbujas de aire con el mineral adsorbido se romperán, se rebalsará la pulpa, en lugar de la espuma de concentrado, evitando la recuperación del mineral. [3]

En la Figura No. 3 se puede observar cómo varían los cambios en el estado de dispersión de las partículas dentro de la celda cuando la velocidad de agitación aumenta gradualmente a una cierta tasa de aireación, de izquierda a derecha la velocidad de agitación va en aumento a tal grado en que las partículas del mineral presentan una suspensión uniforme, totalmente adecuada para un buen proceso de flotación.



Figura No. 3. Efecto de la velocidad de agitación en una celda de flotación. [1]

1.2.4. Flujo de aireación

Es un factor clave para formar las burbujas en la celda de flotación, sin ellas la superficie hidrófoba del mineral no tendría en donde adsorberse, y no se podría formar la espuma de concentrado. Afectará directamente la velocidad de flotación, que es uno de los parámetros dinámicos más utilizados de las máquinas de flotación para la producción industrial. [1]

En la Figura No. 4 se puede apreciar de izquierda a derecha como se comienzan a distribuir las burbujas a lo largo de toda la celda de flotación hasta llegar a un estado completamente disperso, donde el gas está bien disperso en el equipo.



Figura No. 4. Distribución de partículas dentro de una celda de flotación. [1]

Por la parte electroquímica, el potencial redox de una descarga de molienda deficiente de oxígeno fue la más negativa y el potencial se hizo más positivo a medida que la pulpa avanzaba por los circuitos obteniendo más oxígeno de la aireación. [13] Es por ello por lo que es importante agregar un proceso de aireación

después de la molienda y antes del proceso de flotación. La aireación de la pulpa ayuda a restaurar y modificar a conveniencia la concentración de oxígeno disuelto en la pulpa antes de ser llevada a flotación. (Spiral y Rosenblum, 1974, Kristall et al., 1994).

Además, al airear la pulpa de mineral, los valores de potencial aumentan debido a la presencia de oxígeno que se suministra. Al dejar de abastecer el aire existe la disminución del potencial debido a la interacción de los iones presentes en la pulpa con el O₂, asimismo, la presencia de oxígeno favorece la adsorción del xantato en la superficie de ciertos minerales, como lo son la galena y la esfalerita. [21]

Existen diversos artículos relacionados con el estudio del oxígeno disuelto en minerales sulfurados, uno de ellos, *Influencia de la aireación de la pulpa en la flotación de calcopirita con xantato en mezclas de calcopirita-pirita,* este mineral se presta muy bien para demostrar la importancia del control y registro del oxígeno disuelto, pues, para el caso de la calcopirita, su flotabilidad mejora al aumentar el potencial de oxidación de la pulpa de flotación de oxígeno disuelto, sin embargo, está comprobado que un potencial de oxidación muy alto es perjudicial (Graham y Heathcote, 1982; Houot y Duhamet, 1990; Goktepe y Williams, 1995).

Prueba de ello, son los resultados que reporta este artículo de investigación, para diversas pruebas con distinto contenido de porcentaje de sólidos en peso de mezclas de calcopirita *Cp* y pirita *Py*. Este comportamiento se ve reflejado en la Figura No. 5, en la que cada línea que representa gráficamente como afecta el tiempo de aireación a la recuperación del producto de interés, donde la tendencia es un aumento de la aireación hasta un valor máximo antes de una disminución de la recuperación con tiempos de aireación más largos. [22]



Figura No. 5. Efecto de la aireación en la recuperación de Cp para las mezclas Cp/Py. [22]

1.3. Importancia del Oxígeno Disuelto en el proceso de flotación

La cantidad presente de oxígeno disuelto en la pulpa influye principalmente en la flotación de minerales sulfurados. (Richardson y Walker, 1985). En las pulpas de flotación, los beneficios que trae el tener una buena concentración de oxígeno disuelto son obtener concentrados de calidad, un incremento en la recuperación de valores, y un ahorro de reactivos.

Cada mineral requiere una diferente cantidad de oxígeno para alcanzar su máxima flotabilidad. Por ejemplo, la galena alcanza su máxima flotabilidad en soluciones saturadas de oxígeno, en cambio, la pirita es deprimida en presencia de las mismas soluciones.[14]

La interacción entre la solución de xantato y los minerales de sulfuro pueden dar productos adsorbidos como lo son los metal xantatos (MX) y dixantatos (X₂), o, productos solubles, denominados monotiocarbonatos (MTC).[14] La formación de

estas especies está determinada por la cinética de las reacciones de oxidación y reducción de las especies presentes en la pulpa, que, a su vez, depende del grado de disolución de oxígeno. [15]

Se ha demostrado que la formación de dixantógeno es esencial para la flotación del xantato debido a su participación en la quimiadsorción del colector en la superficie del mineral.[34] El oxígeno es necesario para la formación de dixantógeno. El oxígeno tiene afinidad por los electrones y se adsorbe en las superficies minerales. Por ejemplo, en el caso de la galena, el oxígeno polarizó catódicamente la superficie del mineral, provocando la formación de dixantógeno. Con la pirita, el oxígeno oxidaba los iones ferrosos a férricos, que a su vez oxidaban los iones xantato a dixantógeno. Por lo tanto, el oxígeno es necesario para la flotación. [14]

La Figura No. 6 muestra la gran diferencia en cuanto a la velocidad de adsorción de xantato sobre la superficie del mineral sulfuro Galena, en una pulpa desoxigenada (a), (b) una pulpa aireada con aire y (c), una pulpa aireada con O₂ en un lapso de 5 horas.



Figura No. 6. Velocidad de adsorción de xantato en superficie de galena en (a) solución desoxigenada a pH 10 (b) solución saturada de aire a pH 10, (c) solución saturada de oxígeno a pH 10 [14]

La Figura No. 6a) muestra la cantidad de xantato adsorbido en muestras agitadas en solución desoxigenada durante diferentes períodos de tiempo. La adsorción inicial fue rápida y alcanzó el equilibrio en una hora. Las Figuras No. 6b) y 6c) muestran los resultados de pruebas similares realizadas en soluciones saturadas de aire y saturadas de oxígeno. Durante la primera hora, la adsorción fue rápida y luego disminuyó significativamente. La adsorción nunca se detuvo, sino que continuó durante horas a un ritmo constante pero mucho más lento. [14]



Figura No. 7. Efecto del oxígeno en la adsorción de xantato en PbS. [14]

De acuerdo con la Figura No. 7, para el caso del mineral sulfurado Galena, a mayores concentraciones de oxígeno disuelto en la pulpa, la adsorción del xantato tendrá valores más altos, beneficiando la recuperación y selectividad en el concentrado de flotación.

1.3.1. Teoría electroquímica

Los minerales sulfuros reaccionan con el oxígeno presente en la pulpa, formándose especies oxidadas superficiales, que reaccionan posteriormente con los iones colectores formando sales metálicas de menos solubilidad que las especies oxidadas. [15] En base a ello, la reactividad electroquímica de los minerales sulfurados también contribuye al consumo de oxígeno presente en la pulpa.

Basándose en el principal colector de los minerales de sulfuro, el xantato, es más sencillo explicar la electroquímica y mecanismo de reacción en donde el oxígeno disuelto juega un gran papel. Para comenzar, cabe recalcar que la formación de un metal xantato MX o dixantato X₂ en la superficie del mineral depende de su potencial

de reposo. El potencial de reposo es un potencial medido experimentalmente ente un electrodo de trabajo y un electrodo de referencia en una solucione electrolítica cuando el flujo de corriente neto es igual a cero. [13]

Si el potencial de reposo es noble con respecto al potencial redox del par X_2/X^- (E° x_{2/X^-} = -0.057 vs SHE) de acuerdo con Winter y Woods [13][16], el principal producto formado en la superficie es X₂, en cambio, si el potencial de reposo es más negativo que el potencial redox del par X_2/X^- , el principal producto formado en la superficie es el metal xantato (MX). [13]

1.3.1.1. Mecanismo de reacción de transferencia de carga en agua

Primeramente, en el medio metal-agua, en ausencia de reactivos químicos, la reacción global puede ser representada como lo muestra la ec. 1: [15]

$$MS + xH_20 \rightleftharpoons (MH_20)_x^{2+} + S^- + e^-$$
 (ec. 1)

Donde M es un ion bivalente y (S-) es un producto intermedio en la oxidación. Los iones metálicos formados por oxidación del sulfuro pueden sufrir hidrólisis y/u oxidación. De acuerdo con los siguientes tipos de reacciones de hidrólisis [20][19]:

$$M(H_20)x^{2+} \to M(0H)(H_20)_y^+ + H^+ + (x - y - 1)H_20$$
 (ec.2)

$$M(OH)(H_2O)_{y}^{+} \to M(OH)_2 \cdot zH_2O + H^{+} + (y - z - 1)H_2O$$
 (ec.3)

Estas especies de hidrólisis juegan un papel importante en algunos de los procesos de flotación. Por ejemplo, algunos de ellos sirven como especies activadoras, lo que ayuda a promover la adsorción del agente colector.[19]

Por otra parte, el ion metálico puede llegar a conseguir su grado más alto de oxidación [21]

$$M^{z+} \to M^{+(z+1)} + e^{-}$$
 (ec. 4)

El oxígeno disuelto en esta etapa es sumamente importante, junto con el tiempo de aireación o interacción tenga el medio agua-mineral antes de agregar el colector, dado que, un ion oxidado puede someterse a la hidrolisis y la adsorción del colector pierde su efectividad.

El sulfuro intermedio puede proporcionar una serie de reacciones sucesivas a modo que forme el ion sulfato SO₄²⁺. Dentro de todo el mecanismo de interacción aguamineral-xantato, la primera reacción de oxidación que ocurre en la formación de sulfuro elemental. [19]

$$S^- \to S^0 + e^- \tag{ec. 5}$$

En este punto, la formación de las especies anódicas sucesivas estará dada por la adsorción del ion xantato debido a la adsorción de cargas. [21]

$$S_x O_Y^{2-} \to S O_3^{2-} \to S_2 O_3^{2-} \to S O_4^{2-}$$
 (ec. 6)

1.3.1.2. Mecanismo de reacción de transferencia de carga con reactivos colectores y mineral

Las reacciones electroquímicas que involucran a los iones xantato y dixantato son [15]:

Reacción de oxidación por transferencia de carga

Anódica
$$X^- \rightleftharpoons X_{adsorbido} + e^-$$
 (ec.7)

Catódica $\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e \rightleftharpoons 2OH^-$ (ec.8)

Reacción del xantato $4X^- + 2H_2O \rightleftharpoons 4X$ adsorbido + $4OH^-$ (ec.9)

Anódica $2X^- \rightleftharpoons X_2 + 2e^-$ (ec.10)

Catódica
$$\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e \rightleftharpoons 2OH^-$$
 (ec.11)

Reacción de dixantógeno
$$4X^- + O_2 + 2H_2O \rightarrow 2X_2 + OH^-$$
 (ec. 12)

El mecanismo de reacción de transferencia de carga involucrando el reactivo colector xantato y el mineral es definido por la teoría electroquímica, donde la reacción anódica consta de la adsorción del xantato en la superficie del mineral sulfurado, y, una reacción catódica que consiste en la reducción de oxígeno sobre el mineral. [13]

Anódica
$$2X^{-} + MS + 4H_20 \rightleftharpoons MX_2 + SO_4^{2-} + 8e^{-}$$
 (ec.13)

Catódica
$$\frac{1}{2}O_2 + H_2O + 2e \rightleftharpoons 2OH^-$$
 (ec. 14)

De acuerdo con la ecuación 13 y 14, se está produciendo una reacción de tipo redox, esto es, en la superficie del mineral se están llevando a cabo las reacciones de oxidación y reducción al mismo tiempo y en el mismo medio.

Durante el desarrollo de estos mecanismos existe la modificación de los potenciales redox del medio mineral-xantato-agua, y, dado que el oxígeno está presente a lo largo de todo este mecanismo se puede concluir que:

Un cambio de potencial redox en pulpas dependiente del cambio de concentración de oxígeno disuelto [13]. Tal como se puede observar en la Tabla No. 1, antes de aplicar aireación, los potenciales electroquímicos de los diversos minerales sulfuro que están presentes en la tabla, presentan una potencial muy negativo. Después de ser aireados por media hora con O_2 su potencial mixto se vuelve más noble. Si la diferencia del potencial del mineral respecto al potencial redox del par X_2/X^- (E° x_{2/X}- = -0.057 vs SHE) es menor a 100 mV, esto favorecerá su adsorción, y, por ende, su recuperación durante la flotación.[13]

El cambió de potencial de reposo se puede observar en las Figuras No. 8 y 9, donde, en la Figura No. 8 se observan potenciales de reposo y potenciales mixtos más anódicos, dados por una aireación con argón, que los potenciales que se reportan en la figura 9 con potenciales más nobles respeto al par redox X_2/X^2 .

El control en tiempo real de la concentración de oxígeno disuelto es muy importante, pues, un exceso de oxidación puede provocar la caída del surfactante empleado o la caída de la película hidrofóbica formada. [15]

Minerales Sulfurados	Potencial electroquímico [mV] en 50 mL de agua destilada	
	Inicio	Después de 30 min de aireación con O₂
Galena (PbS)	-310	-152
Calcopirita (CuFeS ₂)	-330	5
Pirita (FeS ₂)	-150	37
Bornita (Cu₅FeS₄)	-290	-136
Calcocita (Cu ₂ S)	-200	-96
Pirrotita (Fe _{1-x} S)	-340	-162
Esfalerita (ZnS)	-600	-70

Tabla. No. 1. Parámetros electroquímicos de minerales de sulfuro.[13]



Figura No. 8. Potencial de reposo en minerales sulfurados y potencial mixto de minerales de sulfuro y hierro vs M [EtX-] (400 cc/min purga con argón, pH natural, 25°C) [13]



Figura No. 9. Potencial de reposo de minerales de sulfuro y potencial mixto de minerales sulfurados con hierro vs M[EtK-] (400 cc/min, purga con aire, pH natural, 25°C) [13]

1.4. Circuito

Debido a que el producto de extracción que sale de la mina contiene más de una especie de interés y, además, productos contaminantes denominados como ganga, el proceso de separación no es algo tan simple como para realizar en un solo paso, es por ello, que existen los circuitos de flotación que constan de distintas etapas.

La primera etapa se conoce como etapa primaria o etapa Rougher, este conjunto de celdas se alimenta de la pulpa proveniente de los acondicionadores del molino, los concentrados de la etapa scavenger y, en algunas ocasiones, las colas de la etapa cleaner; esta es la etapa donde se obtienen las recuperaciones más altas del mineral objetivo, sin embargo, a pesar de que en esta etapa se elimina gran parte de la ganga, las leyes de este concentrado no son altas, en consecuencia, el concentrado obtenido pasa por una etapa de flotación limpieza (cleaner), depende del mineral, proceso o planta habrá una, dos, o inclusive, tres celdas de limpieza,

tal cual se puede observar en el diagrama de un circuito de flotación, representado en la Figura No. 10. Estas etapas tienen como función aumentar la ley de los concentrados Rougher eliminando la mayor cantidad de impurezas, así logrando que cumplan con las exigencias del mercado. Las colas de la etapa rougher pueden ser colas finales o pueden servir de alimentación para la flotación depuradora (Scanvenger), que tiene por objetivo aumentar el porcentaje de recuperación de las especies útiles, las colas de la etapa scanvenger son colas finales del proceso. [9]



Figura No. 10. Diagrama del circuito de flotación industrial por JKSimFloat. [1]
1.5. Pruebas de flotación en laboratorio

Las pruebas de flotación a nivel laboratorio son el primer paso para un proceso industrial exitoso, puesto que, las condiciones empleadas en estas pruebas son escalables con facilidad a operaciones de planta. Este tipo de prácticas se llevan a cabo en celdas de flotación por lotes, con el objetivo de optimizar el proceso continuamente, ya sea por un cambio de ley en el mineral o, en su totalidad, un cambio de la mineralogía de la mena a procesar.

Para que el proceso de flotación cumpla con su función, una máquina de flotación debe cumplir con las siguientes reglas.

- Su velocidad de agitación debe sobrepasar a la de asentamiento de todas las partículas, así, todas las partículas de la pulpa se mantienen en suspensión.
- Debe de minimizarse en la mayor cantidad posible el espacio muerto dentro de la celda, asegurando que todas las partículas tengan la oportunidad de ser flotadas.
- 3. La máquina debe producir y dispersar desde el seno de la pulpa las burbujas de aire necesarias para una buena recuperación del mineral deseado.
- El poder de agitación debe promover el contacto partícula-burbuja, así, el mineral que se deseé recuperar pueda adherirse a las burbujas y elevarse a la espuma.
- 5. Proporcionar suficiente espesor de espuma para permitir que ocurra el drenaje de las partículas arrastradas. [10]

Las celdas de flotación batch cuentan con esto requerimientos, haciendo confiables las pruebas de laboratorio, así, es posible relacionar y proyectar los resultados obtenidos de esta escala a un nivel de planta. Estas pruebas se realizan generalmente con muestras que van desde los 500 g, hasta los 2 kilogramos de mena. [10] [11].

En la Figura No. 11 se muestra una máquina de flotación con la que cuentan los laboratorios para realizar dichas pruebas. Esta celda cuenta con un sistema de agitación por turbina que produce un movimiento centrífugo, y es posible supervisar

la velocidad por las revoluciones por minuto, obteniendo un control accesible al equipo. Por otro lado, su sistema de aireación permite una buena alimentación de aire a la pulpa, mejorando el rendimiento tanto de la pulpa, como de los colectores, y, de la máquina de flotación. [12]



Figura No. 11. Esquema de una máquina de flotación marca Denver para pruebas de laboratorio.[50]

Al igual que el proceso industrial, es necesario el acondicionar la pulpa con reactivos, el tiempo varía dependiendo el mineral a flotar, y va desde unos pocos segundos hasta 30 minutos, antes de la entrada de aire, lo que permite que las superficies de las partículas minerales reaccionen con los reactivos. Por lo general sólo se necesitan cantidades muy pequeñas de reactivos para las pruebas por lotes. Para controlar con exactitud las velocidades de adición, conviene diluirlos.

Los reactivos solubles en agua se pueden agregar como soluciones acuosas por pipeta y los reactivos líquidos insolubles por gotero graduado o aguja hipodérmica. Los sólidos se pueden emulsionar o disolver en solventes orgánicos teniendo cuidado que estos últimos no afecten la flotación. [10] [11]

A pesar de todos los acoplamientos con los que cuenta la celda de flotación, en numerosas ocasiones el nivel de oxígeno disuelto no es el requerido para que la celda pueda desempeñar el proceso de flotación de manera esencial, esto puede verse afectado en, la velocidad de adsorción del mineral y el mayor costo por el consumo de energía que empleará la celda de flotación en tratar de compensar esa ausencia de oxígeno disuelto en la pulpa de entrada.

De igual manera, al ser un proceso tan complejo, no es posible monitorear en tiempo real la cantidad de oxígeno disuelto presente en la pulpa con los métodos clásicos, dado que, estos procedimientos requieren de una considerable cantidad de tiempo del cual no se dispone en estas operaciones, es por ello que se propone la adaptación de un sistema de medición de oxígeno disuelto en pulpa a un tanque de aireación, controlados por un sistema arduino, el cual conste de un sensor que permita la medición y registro del oxígeno disuelto con el correspondiente acoplamiento a la computadora. Dicho sistema permitirá medir la variable mencionada en el tanque de aireación, previo al proceso de flotación.

1.6. Microcontrolador Arduino

Para llevar a cabo esta tesis fue necesario el uso de una herramienta de fácil acceso que lleva por nombre Arduino. Este se conoce como una plataforma de desarrollo basada en una placa electrónica de hardware libre (de código abierto) que incorpora un microcontrolador reprogramable y una serie de pines hembra. Estos últimos son la conexión clave con el objetivo del proyecto, pues permiten establecer conexiones entre el microcontrolador y diferentes tipos de sensores y actuadores de una manera muy sencilla. [23]

Las principales ventajas de utilizar esta plataforma son:

Gran comunidad. Debido a su gran alcance hay una gran comunidad trabajando con Arduino. Así que se ha generado una documentación bastante extensa que abarca casi cualquier necesidad.

Multiplataforma. El software de Arduino (IDE) se puede instalar y ejecutar en sistemas operativos como Windows, Mac OS y Linux.

Fácil. El lenguaje de programación es de fácil comprensión, perfecto para estudiantes que comienzan a adentrarse al mundo de la programación, sin embargo, con un gran potencial para experimentar y adaptar a cualquier situación.

Económico. Esta placa Arduino estándar (Arduino UNO) presentan valores muy por debajo de todas las demás placas de microcontroladores.

Reusabilidad y versatilidad. Una vez terminado un proyecto se pueden desmontar los componentes externos a la placa y empezar con uno nuevo. Al igual, todos los pines del microcontrolador están accesibles a través de conectores hembra. [23]

1.6.1. Arduino UNO

Arduino UNO es la placa más común de la familia Arduino, está basada en el microcontrolador ATmega328P, que es el responsable de ejecutar el programa, incluye procesador y memoria, por lo que, es el cerebro de la placa. Tal como se muestra en la Figura No. 12, tiene 14 pines de entrada/salida digital (de los cuales 6 pueden ser usando con PWM, modulación por ancho de pulso).

Contiene una fila de pines con la sección denominada ANALOG IN que brinda 6 entradas analógicas para los datos provenientes de los sensores activos, un cristal de 16Mhz, conexión USB, que a través de un cable se enlazará con la computadora para recibir de ella el programa que se desea ejecutar, por este mismo cable, se alimentará la placa, por lo que, no se requiere de un elemento externo de alimentación (solo cuando sea de bajo consumo), cuenta también con una transformador de corriente continua para cuando el sistema requiera una mayor alimentación, terminales para conexión ICSP y un botón de reseteo.



Figura No. 12. Partes de microcontrolador Arduino UNO [24]

1.6.2. Software IDE para Arduino UNO

Para comenzar la programación con Arduino UNO es indispensable realizar la descarga de su software, el cual lleva por nombre Entorno de Desarrollo Integrado, o por sus siglas en inglés Integrated Development Environment (IDE). Este software consta de un gran conjunto de herramientas que permitirán exprimir lo más que se pueda las funciones de la placa Arduino, permitiendo a los programadores escribir, depurar, editar e implementar los códigos necesarios para adaptar Arduino a las condiciones que se requieran, una de ellas fue el desarrollo de este proyecto.[26]

Si bien observamos la Figura No. 13, el software es muy parecido a cualquier otro dedicado a la programación, Python, Geany, etc. Y, al igual que en los demás softwares, tiene su barra de navegación, en donde se pueden encontrar las siguientes opciones.

Verificar. Se usa para comprobar que el programa vaya escrito de la manera correcta de acuerdo con el lenguaje de programación que utiliza el software.

Cargar. Si la verificación ha llevado a cabo exitosamente, se procederá a cargar el código en la placa de Arduino presionando este botón.

Nuevo. Se presiona si se desea abrir un documento vacío, nuevo.

Abrir. Se utiliza este botón para abrir proyectos desde la ventana del programa IDE. **Guardar.** Se presiona para guardar el programa en el lugar y con el nombre que se desee.

Al igual que los demás softwares de programación IDE cuenta con un **editor**, donde se programan las líneas del código, esta parte ocupa la mayor parte de la pantalla, pues ahí se escribirán y desarrollarán las líneas del programa en lenguaje processing.

Por último, pero no por menos importante, en la parte inferior de la ventana hay un pequeño apartado para las **notificaciones**, también se le puede conocer por consola, es de gran importancia para la depuración del código a desarrollar, pues en este apartado se mostrará algún mensaje si, al momento de verificar, algo anda mal con la escritura del código.[26]



Figura No. 13. Entorno de programación para Arduino y hoja de código. [23]

1.7. LCD con controlador I2C

El protocolo de comunicación I2C con Arduino es ampliamente utilizado principalmente a la reducción del uso de pines, donde se pueden conectar múltiples sensores y/o actuadores.

Circuito inter-integrado o I2C, por sus siglas en ingles Inter-Integrated Circuit, es un protocolo de comunicación serial, funciona con una arquitectura maestro-esclavo. Donde el maestro actúa como el controlador, es decir, inicia y coordina la comunicación, y, esclavo o también llamado periférico, estos, son los dispositivos que están a la espera de que algún maestro se comunique con ellos. [37]

De esta manera, es posible conectar varios dispositivos usando este protocolo, tal como lo muestra la Figura No. 14. Donde solo se precisan dos pines para la comunicación, SDA para el intercambio de datos, y, SCL empleado como señas de reloj. [37]. Además, se utilizan dos pines para la alimentación, VCC, y GND, la referencia de tierra.



Figura No. 14. Arquitectura de conexión de dos dispositivos usando protocolo I2C. [38]

El adaptador LCD I2C, permite convertir una conexión paralela de una pantalla LCD a una serie, disminuyendo el uso de cables, este adaptador está diseñado para conectarse con un módulo LCD modelo 1602A o 16x2 (16 columnas por 2 filas). Este adaptador, como se muestra en la Figura No. 15, tiene una hilera de 16 pines que sirven para la conexión directa al módulo LCD y se pueden soldar directamente para evitar el uso de protoboard. Dos de los cuatro pines sobre la derecha son los que servirán como alimentación al módulo (GND y VCC), y los dos pines restantes bastarán para la comunicación de datos (bus I2C), así, se permite ahorrar una gran cantidad de conexiones entre el LCD y Arduino.



Figura No. 15. Adaptador LCD I2C. [38]

Este controlador I2C se conecta en paralelo al display LCD con ayuda de un protoboard, como lo muestra la Figura No. 16, aunque también se puede soldar a la parte trasera de la pantalla LCD para facilidad del usuario.



Figura No. 16. Conexión LCD 16x2 por I2C con Arduino UNO. https://www.geekfactory.mx/tutorialesarduino/lcd-16x2-por-i2c-con-arduino/

Para poder emplear el LCD por controlador I2C con el microcontrolador Arduino, es necesario agregar las librerías **Wire.h** que permite la comunicación por I2C, y, **LiquidCrystal_I2C** en el IDE, que configura el hardware para poder controlar el display.

1.8. Sensores

El proceso de adquisición de datos del sistema comienza con la medición de un valor físico por un sensor. Este sensor puede ser parte de otro instrumento (por ejemplo, un transmisor) o bien puede permanecer separado. Se le denomina también detector, por estar en contacto con la variable a analizar, con lo que utiliza o absorbe energía del medio controlado para dar al sistema de medición, una indicación en respuesta a la variación de la variable. [25]

Un sensor es un dispositivo que, al momento de exponerse a un fenómeno físico, como puede ser temperatura, desplazamiento, fuerza, etc., produce una señal de salida proporcional (eléctrica, mecánica, magnética, etc.). Los sensores son

dispositivos que responden a un cambio en el fenómeno físico. Los sensores son transductores (dispositivos que convierten una forma de energía en otra forma de energía) cuando detectan una forma de entrada y salida de energía en una forma diferente de energía. Tal es el ejemplo de un termopar, que responde a un cambio de temperatura (energía térmica) y genera un cambio proporcional en la fuerza electromotriz (energía eléctrica). [26]

1.8.1. Sensor de Oxígeno Disuelto

El oxígeno disuelto OD es la cantidad de oxígeno gaseoso, oxígeno libre, no compuesto, es decir, que no se encuentra unido o formando enlace con otro elemento, es decir oxígeno molecular O₂ disuelto presente en la pulpa gracias a una previa aeración aplicada al tanque. La cantidad de oxígeno disuelto se mide en mg/L (miligramos de oxígeno por litro), en ppm (partes por millón), y en % de saturación (relación entre la cantidad de oxígeno disuelta en un medio y la correspondiente a la saturación). [27]

El sensor de oxígeno disuelto es un instrumento diseñado para monitorear continuamente el oxígeno disuelto y proporcionar resultados en tiempo real, lo cual, resulta de gran importancia para el procesamiento de minerales, por igual, proporcionan un diseño resistente y simple para garantizar mediciones precisas en todas las condiciones del proceso. Existen tres tipos de sensores de oxígeno disuelto.

Fluorescencia óptica. Como indica el nombre, este sensor cuenta con propiedades fluorescentes, donde la luz está expuesta a su recubrimiento, por lo que, se genera un resplandor de fluorescencia. La concentración de oxígeno presente en el medio se mide por la duración del resplandor.

Sensor galvánico. Es capaz de generar energía sin necesidad de un voltaje externo. Esta sonda cuenta con un ánodo (zinc), y un cátodo (plata pura), en presencia un electrolito. Al momento de sumergir la sonda, el oxígeno ingresa al electrolito a través de una membrana, generando una diferencia de voltaje, que se usa para medir la cantidad de oxígeno disuelto. Sensor polarográfico. Opera de manera similar al sensor galvánico, la diferencia de potencial entre el ánodo y cátodo da como resultado la medida de concentración de oxígeno disuelto, a diferencia, que el sensor polarográfico requiere una conexión a una fuente de energía externa. [28]

2. Desarrollo experimental

En la Figura No. 17 se resumen las actividades que constituyeron la elaboración de la presente tesis, para la fácil ubicación de cada una de ellas.



Figura No. 17. Diagrama de flujo de actividades realizadas.

2.1. Sistema determinador de Oxígeno Disuelto: Selección y adquisición de material

La elección del equipo de lectura y medición de oxígeno disuelto se hizo con base a la compatibilidad que debe tener con el microcontrolador, dimensiones del tanque aireador y materiales de construcción.

Para mostrar los datos se optó por usar un display LCD 16x2 con controlador I2C. El circuito EZO de oxígeno disuelto, junto con la placa arduino poseen un tamaño relativamente pequeño (menor a 20 cm), no necesitan de un gran espacio para instalarse en el sistema de aireación. Fue colocado dentro de una caja de acrílico para evitar salpicaduras sobre el circuito y así prolongar su tiempo de vida.

2.1.1. LCD con controlador I2C

Para visualizar la concentración de oxígeno disuelto se le incorporó al mismo arduino un display LCD 16x2, esto, con la intención de facilitar el monitoreo de la concentración de oxígeno sin la necesidad de conectarlo a una portátil. Además, estos módulos son utilizados con mucha frecuencia debido a su bajo precio, la facilidad de programación y su disponibilidad.

Debido a que, tanto el sensor como el LCD están conectados al mismo microcontrolador, se optó por incorporar un controlador I2C que permitiera acceder al LCD sin la necesidad de hacer uso de una gran cantidad de pines y cables (Figura No. 18).



Figura No. 18. Display LCD 16x2 con microcontrolador I2C [49]

2.1.2. Sensor de Oxígeno Disuelto

Estos sensores se encargan de medir la saturación de oxígeno disuelto dentro de una muestra o cuerpo. Para ello se hace uso de sensores electroquímicos, que abarcan los tipos galvánicos y polarográficos y los sensores ópticos.

Dentro de estos tres tipos de sonda se optó por elegir la sonda galvánica, ya que no requiere alimentación externa, a diferencia de la sonda polarográfica, y tiene un margen de respuesta rápido, a diferencia de la sonda óptica que proporciona una respuesta lenta y también requiere de alimentación externa.

Esta mini sonda galvánica de oxígeno disuelto de grado laboratorio Atlas Scientific, es ideal para las dimensiones del tanque aireador en estudio, sin interferencias de operación del dispositivo Arduino UNO, Figura No. 12.

La Tabla No. 2 muestra las delimitaciones de la mini sonda grado laboratorio empleada para este desarrollo, esta caracterización es de suma importancia, dado que, gracias a ella se mantiene un margen, en cuanto al tiempo de vida estimado de la sonda y a las condiciones que no debe ser expuesta.

Lectura	Oxígeno Disuelto		
Rango	1 – 50 mg/L		
Precisión	+/– 0.2 mg/L		
Tiempo de respuesta	~0.5 mg/L/per sec		
Rango de temperatura, ° C	1 – 50 °C		
Presión máxima	689 kPa (100PSI)		
Máxima profundidad	70m (230 ft)		
Conector	Male SMA		
Longitud del cable	45cm (18")		
Sensor de temperatura interno	No		
Tiempo antes de la recalibración	~6 Meses		
Esperanza de vida	2.5 Años		
Mantenimiento	~6 Meses		

Tabla. No. 2. Especificaciones de mini sonda de oxígeno disuelto grado laboratorio Atlas Scientific. [29]

Tal como se puede observar en la Figura No. 19, las dimensiones de la sonda empleada, con menos de 10 cm de altura y 1.2 cm de diámetro, son las adecuadas para operar dentro del tanque de aireación, pues, debido a su pequeño tamaño, el sensor no interfirió con el desempeño del impulsor que contiene el tanque aireador, ni con la manguera por la que se le inyectó aire para formar las burbujas. Logrando así, mantener un perfil de distribución homogéneo dentro del tanque, por lo tanto, lecturas constantes de la concentración de oxígeno disuelto.





Con esta sonda galvánica es posible entonces determinar la concentración de oxígeno disuelto presente en una pulpa.



Figura No. 20. Estructura externa de una mini sonda de oxígeno disuelto grado laboratorio Atlas Scientific.[29]

La composición externa de la sonda se puede observar en la Figura No. 20, la cual está conformada por **delrin** que es un termoplástico semicristalino con gran resistencia, dureza, baja absorción de humedad, y, un buen aislamiento eléctrico; **ryton (sulfuro de polifenileno)** por ser un termoplástico con elevada resistencia mecánica, buena resistencia química y excelente resistencia al desgaste y **EPDM (caucho etileno-propileno-dieno)** al ser un elastómero con alta resistencia al desgaste.

Posteriormente, un cable cubierto por **PVC (cloruro de polivinilo)**, que, al ser un material termoplástico cuenta con un gran aislamiento térmico y eléctrico, evitando, que más allá de la membrana, ninguna otra parte de la sonda interactúe con el líquido a analizar. Al extremo opuesto de la sonda, la conexión por donde se ejercerá la comunicación con el circuito EZO-DO, unida al cable recubierto de PVC por medio de polietileno, y, una conexión tipo rosca de nitruro de titanio.

2.1.2.1. Principio de operación

Esta sonda presenta en su interior una membrana de polietileno, un ánodo de zinc bañado en un electrolito y un cátodo de plata pura. (Figura No. 21)

Las moléculas de oxígeno se desactivan a través de las sondas de la membrana a una velocidad constante. Si no hay moléculas de oxígeno presentes, la sonda generará una tensión de 0 mV. Sin embargo, una vez que las moléculas de oxígeno hayan cruzado la membrana, se reducen al cátodo y se produce una tensión, así la

sonda emitirá una respuesta ante la presencia de oxígeno con un registro de un voltaje diferente. [29]



Figura No. 21. Estructura interna de mini sonda de oxígeno disuelto grado laboratorio Atlas Scientific. [29]

El oxígeno de la muestra a analizar se introduce por difusión a través de la membrana y atraviesa la capa de electrolito hasta llegar al cátodo, donde se tiene lugar a la reacción de reducción. [35]

$$0_2 + 2H_2O + 4e^- \to 4OH^-$$
 (ec. 15)

El ánodo de zinc se oxida produciendo una reacción general que da como resultado hidróxido de zinc. [35]

$$2Zn + 40H^- \rightarrow 2Zn(0H)_2 + 4e^- \qquad (ec. 16)$$

Uno de los inconvenientes de utilizar una sonda galvánica es que consume una cantidad muy pequeña del oxígeno que lee. Por lo tanto, se necesita una pequeña cantidad de movimiento del agua para tomar lecturas precisas. [29] Esto no presenta gran problema en este proyecto, pues al hablar de una celda de aireación, también se habla de la presencia de movimiento, esto, por la agitación, ya antes mencionada.

Esta sonda galvánica de oxígeno disuelto es un dispositivo pasivo que genera un pequeño voltaje de 0mv a 60+ mV dependiendo de la saturación de oxígeno de la membrana de detección de PTFE. [29]

2.1.3. Circuito EZO DO

Calcular con precisión el oxígeno disuelto solo en el agua ya resulta complicado. Una vez realizados todos los cálculos matemáticos, se necesitan cientos de pruebas de titulación química para confirmar que las lecturas son correctas en toda la escala. Imaginar el cálculo de oxígeno disuelto en una pulpa de concentrado mineral resulta entonces aún más complicado, ya con todo el material adicional presente aparte del agua.

Afortunadamente, durante este desarrollo experimental, determinar la cantidad de oxígeno disuelto que hay en nuestro sistema resulta más fácil, gracias a la incorporación del circuito EZO-DO de Atlas Scientific que proporciona lecturas de oxígeno disuelto en mg/L o ppm. Sin embargo, este circuito EZO cuenta con algunas limitaciones, como se puede observar en la Tabla No. 3.

Lectura	Oxígeno Disuelto			
Panga	0.01 – 100+ mg/L			
Rango	0.1 – 400+ % saturación			
Precisión	+/– 0.05 mg/L			
Tiempo de respuesta	1 lectura por segundo			
Sondas compatibles	Cualquier sonda galvánica			
Calibración	1 o 2 puntos			
Compensación de temperatura	Sí			
Compensación de salinidad	Sí			
Compensación de presión	Sí			
Protocolo de datos	UART & I2C			
Dirección I2C predeterminada	97 (0x61)			
Tensión de funcionamiento	3.3V – 5V			
Formato de datos	ASCII			
Dimensiones del circuito	13.97mm x 20.16mm (0.55" x 0.79")			
Peso	1.77 gramos			

Tabla. No. 3. Especificaciones circuito EZO DO. [30]



Figura No. 22. Dimensiones de circuito EZO-DO. [31]

El circuito EZO DO, Figura No. 22, soporta dos tipos de comunicación, mediante los cuales, puede otorgar los datos de concentración de oxígeno disuelto medido al microcontrolador que se encarga de procesar dichos valores, en este caso, la placa Arduino UNO cumple con ese trabajo.

El primer modo de comunicación es conocido por sus siglas como UART (Universal Asynchronous Reciber-Transmitter) o, en español, recepción y transmisión asíncronas, esto permite que Arduino se comunique con dispositivos serie, esto quiere decir, envía y recibe datos de manera secuencial a través de dos hilos de comunicación. El sistema UART usa los pines digitales RX (recepción), a través del cual se enviarán todos los datos transmitidos desde otro dispositivo, y, TX (transmisión), para recibir los datos transmitidos desde un dispositivo diferente. Este puerto que se encuentra en todas las placas Arduino permite que el microcontrolador se comunique directamente con un PC, ya que, Arduino tiene un convertidor de USB a serie incorporado (ATmega16U2). [32]

El modo I2C (por sus siglas en inglés Inter-Integrated Circuit) es un modo de comunicación, que, al igual que UART, permite la comunicación y recepción de datos de datos, siendo un protocolo de comunicación serial. Donde, por medio de

dos hilos pueden conectarse diferentes dispositivos donde algunos de ellos serán maestros o controladores en cuanto muchos otros dispositivos serán esclavos. [33]

2.2. Armado e implementación de sistema de medición de oxígeno disuelto

El dispositivo de prueba fue armado, y, se incorporó al tanque aireador para poder reportar en cualquier momento la cantidad de oxígeno disuelto sin necesidad de parar el proceso.

2.2.1. Hardware

Se adaptó y montó la placa del elemento de medición de oxígeno disuelto (Atlas Scientific), con el correspondiente armado.

La Figura No. 23 muestra cada uno de los materiales empleados en la construcción del sistema determinador de oxígeno disuelto a través de la placa Arduino y cómo se enlazará la comunicación PC - Arduino – Circuito EZO DO – Sonda antes de ser unidos con la ayuda de cables de conexión Dupont que, gracias a su sistema de colores, permitieron que dicha conexión sea ordenada y funcional.



Figura No. 23. Comunicación entre Arduino UNO - Circuito EZO – Sonda.

Para un mejor funcionamiento y desarrollo, se adquirió una placa aislada eléctricamente, presente en la Figura No. 24a), donde se inserta el circuito EZO [™] DO (Figura No. 24b), de esta manera, se evitó el tener que incluir un breadborard

para el montaje del circuito ya mencionado, junto con un aislador externo, de ello resultó eludir el uso de más cables y/o material para el armado del sistema.



Figura No. 24. a) Isolated Carrier Board. Placa portadora EZO ™ aislada eléctricamente. Atlas Scientific. b) Circuito EZO ™ DO Atlas Scientific.

Se estableció una conexión y comunicación tipo UART para implementar y cargar en la placa microcontroladora. La elección de este tipo de comunicación se debe a que, simplifica la interacción entre los dispositivos, y, al mismo tiempo, el uso de este equipo a los alumnos. Una vez que se eligió el modo de comunicación, se adquirió el esquema de conexión en la página electrónica de Atlas Scientific. [34], que se presenta en la Figura No. 25, y, de acuerdo con este último, se realizan las conexiones correspondientes entre la placa Arduino y el circuito EZO DO, ya antes, empalmado en la placa aislada eléctricamente.



Figura No. 25. Esquema de conexión circuito EZO DO - Arduino UNO para un modo de comunicación UART.[34]

Aunque en la Figura No. 25, VCC va conectado a 5V, funciona de igual manera si se conecta a 3V dadas las características de bajo voltaje requerido para la alimentación de este circuito, en este caso, al ser necesario que la alimentación del display LCD esté conectado a los 5V, el pin VCC del sensor de oxígeno disuelto se conectó a 3V.

Para contribuir a un mejor desarrollo de la sonda, se adquirió la solución electrolítica de oxígeno disuelto con composición, NaCl 15%, NaBO₂15%, y H₂O. Además, una jeringa para su suministro dentro de la tapa de la membrana y un reemplazo de esta última, junto con, una botella de solución de calibración Zero D.O. en caso de que se requiera leer concentraciones de oxígeno disuelto menores a 1 mg/L o 1 ppm.

La conexión se lleva a cabo por medio de solo 4 pines como lo muestra el esquema de conexión en la Figura No. 26. A diferencia de la Figura No. 16 ya no es necesario el uso de protoboard, pues, el controlador I2C está soldado al display LCD, reduciendo, aún más, el tamaño del equipo y facilitando las conexiones si en algún futuro se desean hacer modificaciones.



Figura No. 26. Esquema de conexión LCDC por I2C con Arduino UNO hecho con Tinkercad.

Los pines que se conectan al módulo con ayuda de cables tipo duopont machohembra se enlistan en la Tabla No. 4, así, la conexión, termina siendo muy sencilla, solo se alimenta el módulo mediante GND y VCC, y, SDA y SCL a los pines I2C o pines analógicos del microcontrolador para el intercambio de datos y señal de reloj respectivamente.

Adaptador LCD a I2C	Arduino UNO		
GND	GND		
VCC	5V		
SDA	A4		
SCL	A5		

Tabla. No. 4. Conexiones LCD por I2C a Arduino UNO

2.2.2. Software

El código de programación para la lectura, recolección e impresión de datos de la concentración de oxígeno disuelto fue desarrollado a través del lenguaje de programación IDE para Arduino (Figura No. 27), mismo que se cargó en la placa Arduino.

A través del uso de este código desarrollado es posible obtener la curva de calibración experimental, hasta la ejecución de la función para registrar la lectura del valor de oxígeno disuelto desde el sensor, aplicado a distintas pruebas.

El código completo se puede consultar en el Anexo I.

OD_ArduinoUno.finalcode

<pre>\$include <softwareserial.h> //Se debe incluir la biblioteca softwareSerial, de lo contrario, no es posibl \$define rx 2 //Para definir que pin será Rx \$define tx 3 //Para definir que pin será Tx SoftwareSerial myserial(rx, tx); //Definir como funcionará el puerto serial</softwareserial.h></pre>					
String inputstring = "";	//Una cadena para contener los datos entrantes de la PC.				
String sensorstring = "";	//Una cadena para contener los datos del sensor EZO DO Atlas Scientific				
<pre>boolean input_string_complete = false;</pre>	//¿Se han recibido todos los datos de la PC?				
<pre>boolean sensor_string_complete = false;</pre>	//¿Se han recibido todos los datos del sensor EZO DO Atlas Scientific?				
float DO;	//Usado para contener un numero flotante (decimal) que es la lectura de OD				
<pre>void setup() {</pre>	//Configurar hardware				
Serial.begin(9600);	//Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie de hardware 0 a 9600				
myserial.begin(9600);	//Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie del software igual a 9600				
inputstring.reserve(10);	//Reservar algunos bytes para la recepción de datos de la PC				
<pre>sensorstring.reserve(30);</pre>	//Reservar bytes para recepción de datos del sensor EZO DO Atlas Scientific				
//Esto ya esta bien c:					

Figura No. 27. IDE con código fuente en desarrollo para lectura de concentración de oxígeno disuelto.

Las lecturas se pueden visualizar en el monitor serial que, también brinda el IDE Arduino, sin embargo, para una mayor comodidad, dentro del código de lectura de oxígeno disuelto, se implementa la comunicación con Excel, por medio de una herramienta de adquisición de datos (PLX-DAQ),que se puede observar en la Figura No. 28, esta herramienta "proporciona un análisis sencillo de la hoja de cálculo de los datos recopilados, análisis de laboratorio de sensores y monitoreo de equipos en tiempo real." (PLX-DAQ - Parallax, 2021). Sin embargo, si se desea ejecutar alguno de los comandos que se muestran en el Anexo III es necesario desconectar el sensor de la herramienta PLX-DAQ, abrir el monitor serial y ejecutar el comando desde ahí.



Figura No. 28. Hoja de cálculo Excel con PLX-DAQ.

El desarrollo del código que ejecuta la visualización de datos al usuario mediante el display LCD también se desarrolló en el IDE de Arduino.

Este código se puede analizar para su uso o edición en el Anexo II.

2.3. Pruebas de medición: Calibración del sistema determinador de oxígeno disuelto

Con el objeto de tener mediciones reales, fue necesario realizar la calibración del sensor. La calibración, tanto a un punto, que consta de una calibración dejando la sonda al aire libre, y, dos puntos, con ayuda de la solución Zero D.O., se realizaron por triplicado y siguiendo los pasos mencionados en el manual de operación para la medición de oxígeno disuelto que proporciona Atlas Scientific.

2.3.1. Calibración a un punto

Una vez que el sistema PC-Arduino-Circuito EZO-Sonda:

1. Se dejó reposar la sonda de oxígeno disuelto, expuesta al aire hasta que las lecturas se estabilizaran.

 Después de que se cargó el Arduino con el código, por medio del IDE, se abrió el monitor serial, que está del lado superior derecho (Fig. No. 29) y se configuró para agregar solo retorno de carro y luego se estableció la velocidad en baudios en 9600. Como se muestra en la figura No. 30.



Figura No. 29. Iconos para cargar código de programación y abrir Monitor Serial en IDE Arduino.

💿 СОМЗ			-		×
				Er	nviar
4					
Autoscroll 🗹 Mostrar marca temporal	Retorno de carro 🗸	9600 baudio	~	Limpiar s	alida

Figura No. 30. Monitor Serie para monitoreo de Oxígeno Disuelto.

 Una vez que las lecturas se estabilizaron en un tiempo aproximado de 5 a 30 segundos, se emitió el comando de calibración. "cal" y, completada la calibración, se registraron lecturas entre 9,09 y 9,1 mg / L.

2.3.2. Calibración a dos puntos

Esta calibración se realizó en caso de que se necesiten medir concentraciones menos a 1 ppm.

- Para ello, se abrió cuidadosamente la solución de calibración de oxígeno disuelto cero, y se sumergió la sonda agitándola con cuidado para eliminar el aire atrapado (que pudo ocasionar que las lecturas incrementaran). Se dejó que la sonda se asiente en la solución de calibración Zero D.O. hasta que las lecturas se estabilizaran, esto tardó 1.5 minutos aproximadamente.
- Una vez que las lecturas se estabilizaron, se emitió el comando de calibración. "*cal,0*". Ya completada la calibración, se observaron lecturas de 0 ppm.

2.4. Pruebas de medición: Determinación de condiciones favorables para pruebas de flotación

Para demostrar la importancia del control y registro del oxígeno disuelto, y con el objeto de conocer las condiciones de operación del sistema aireador y su repercusión en el proceso de flotación, se realizaron una serie de pruebas modificando el flujo de aire y el tiempo de residencia en el tanque aireador. De esta manera, es posible deducir las posibles reacciones que se estén llevando a cabo entre una pulpa bien oxidada y el mineral en cuestión dentro del tanque, así como rectificar si la flotabilidad del material de interés mejora al aumentar el potencial de oxidación de la pulpa de flotación mediante la aireación, cuya consecuencia es el aumento de la concentración de oxígeno disuelto.

2.4.1. Efecto del flujo de aire en la concentración de O₂ disuelto a diferentes tiempos de residencia en el tanque aireador para su aplicación en el proceso de flotación

A continuación, se sostiene en la Tabla No. 5 la matriz de experimentación que muestra de manera resumida las actividades realizadas para el estudio del efecto

de la concentración de oxígeno disuelto, producto del flujo de aire y tiempo de aireación, para determinar su efecto en el proceso de flotación.

Prueba	Velocidad de agitación [RPM]	Tiempo de aireación [min]	Flujo de aire [LPM]	Medio			
				Agua	Mineral CuFeS ₂ -ZnS	ХАК	
				[mL]	[g]	[M]	
1a	700	15	4	1500	-	-	
1b	700	15	6	1500	-	-	
1c	700	15	8	1500	-	-	
1d	700	15	10	1500	-	-	
2a	700	10	8	1100	275	-	
2b	700	10	8	1100	275	-	
2c	700	10	8	1100	275	-	
3a	700	1.67	8	1100	275	1.5x10⁻⁴ M	
3b	700	1.67	8	1100	275	1.5x10 ⁻⁴ M	
3c	700	1.67	8	1100	275	1.5x10⁻⁴ M	

Tabla. No. 5. Matriz de experimentación del efecto del flujo de aire en la concentración de O2disuelto a diferentes tiempos de residencia.

2.4.1.1. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto en agua, del tanque aireador

1. Con el objeto de conocer la rapidez y condiciones de aireación del tranque aireador, se registraron variaciones de la concentración de oxígeno disuelto en el tanque aireador, a través del sensor-circuito EZO-arduino con una cantidad de 1.5 L de agua a temperatura ambiente, una velocidad de agitación de 700 RPM y variaciones del flujo de aire a 4, 6, 8 y 10 LPM para las pruebas 1a), 1b), 1c) y 1d), respectivamente, a un tiempo de residencia de 15 minutos, siendo monitoreado por sensores de velocidad y flujo de airearduino que miden tanto las revoluciones por minuto del impulsor con hojas planas a 90°, así como el flujo de aire inyectado al tanque aireador.

2.4.1.2. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto en la pulpa de una mena compleja Cu-Zn en tanque aireador

- 2. Con el fin de determinar la cinética de la reducción del oxígeno en la superficie del mineral complejo Cu-Zn en una pulpa aireada, de la misma manera que para las pruebas 1a), 1b), 1c) y 1d) durante 10 minutos se monitoreo la concentración de oxígeno disuelto en 1.1 L de agua con un 20%wt de mineral de Esfalerita y Calcopirita 74µm, a una agitación de 700 RPM, y, el flujo de aire que favoreciera la concentración de oxígeno disuelto determinado en el paso anterior. (Pruebas 2a), 2b) y 2c))
- 3. Con la finalidad de definir la cinética de reducción de oxígeno disuelto, y posteriormente el reactivo colector en la superficie del mineral complejo Cu-Zn. Del mismo modo que los dos pasos anteriores, se registró el cambio de concentración de oxígeno disuelto durante 5 minutos. Partiendo de una pulpa con 20% wt de mineral de Esfalertia y Calcopirita 74μm, en 1.1 L de agua, agregando 0.0334 g de colector XAK, (1.5x10⁻⁴ M en pulpa) a los 100 segundos, y, retirando el flujo de aire al mismo tiempo de adición del colector. (Pruebas 3a), 3b) y 3c))

Del mismo modo, todas las lecturas en pruebas de medición bajo distintos medios y variables se realizaron por triplicado, esto, con el objeto de comprobar la reproducibilidad del proceso, así como la comunicación en todo momento entre Arduino-Circuito-Sonda.

2.5. Pruebas de flotación

Con el fin de obtener resultados lo más precisos, para todas las nueve pruebas de flotación a lo largo de este desarrollo experimental se realizaron los siguientes pasos, donde la única condición a variar fue el tiempo de aireación, modificando así, la concentración de oxígeno disuelto en la pulpa del proceso de flotación.

 Se pesaron 0.0334 g de colector XAK en un vidrio de reloj, tal como lo muestra la Figura No. 31 en una balanza analítica modelo Pioneer OHAUS. Este colector se disolvió en 10 mL de agua en un vaso de precipitado.



Figura No. 31. Peso de reactivo colector XAK en balanza analítica.

 En una báscula OHAUS (Scout-Pro), se pesaron 275 gramos de mineral de calcopirita con esfalerita, (Figura No. 23), la cantidad de mineral adecuado para una celda de flotación de 1.1L, con 20% de sólidos en peso en pulpa.



Figura No. 32. Peso de mineral Cu-Zn en báscula OHAUS.

- 3. Se adicionaron los 275 gramos de mineral y 900 mL agua al tanque aireador, reservando 200 mL para el enjuague de los tanques.
- 4. Se aireó la pulpa por 0, 100 y 300 segundos, para las pruebas que conforman las flotaciones 4 a,), b) y c), respectivamente, con un flujo de aire de 8 LPM y una velocidad de agitación de 700 RPM. Dichas condiciones se muestran a manera detallada en la Tabla No. 6.

Tabla. No. 6. Matriz de experimentación del efecto del tiempo de residencia en tanque aireador en el proceso de flotación.

Flotación	Tiempo Tiempo Aireación Acondicionami [s] [s]	Tiempo	Eluio de	lujo de Agitación e [LPM] [RPM]	Medio			
		Acondicionamiento [s]	aire [LPM]		Agua [mL]	CuFeS ₂ -ZnS [g]	XAK [M]	
4a	0	300	8	700	1100	275	1.5x10 ⁻⁴	
4b	100	300	8	700	1100	275	1.5x10 ⁻⁴	
4c	300	300	8	700	1100	275	1.5x10 ⁻⁴	

- 5. Seguido de esto, se descargó la pulpa al tanque acondicionador, y se operó a una velocidad de agitación de 700 RPM, incorporando el colector XAK.
- 6. El proceso para acondicionar la pulpa se mantuvo durante 5 minutos. A lo largo de este tiempo se ajustó el valor de pH con ayuda de una solución saturada de NaOH, para obtener un valor de 11, y, al cuarto minuto de residencia se agregó 0.32 mL del reactivo espumante MIBC (Figura No. 33).



Figura No. 33. Espumante MIBC, con gotero para adición.

- Se alimento la celda de flotación con la pulpa, previamente aireada y acondicionada y se procedió a retirar la espuma de concentrado durante 7 minutos.
- 8. Finalmente se filtró, se secó y pesó cada producto (concentrado y colas).

2.6. Análisis químico E.A.A.

Una vez que el mineral se secó en una estufa hasta que perdiera toda su humedad se registraron los pesos de cada producto para su incorporación al correspondiente balance metalúrgico, posteriormente se pesó una muestra representativa de cada producto y se molió 1 gramo de cada una con ayuda de un mortero.

En el laboratorio de análisis químico se pesó en una balanza analítica aproximadamente 0.1 g de cada una de las muestras a analizar y se colocó cada una de ellas en un vaso de precipitado de 100 mL.

La digestión se llevó a cabo con una solución 1:1 agua, ácido nítrico HNO₃. Esta solución se obtuvo agregando en un vaso de precipitado 100 mL de agua destilada y posteriormente 100 mL de HNO₃ para evitar una reacción violenta.

Después, a cada vaso que contenía 0.1 gramos de la muestra a analizar, se le agregaron 20 mL de la solución 1:1 agua:HNO₃, se taparon con un vidrio de reloj y se colocaron en una parrilla de agitación y calentamiento OHAUS Guardián 5000 a una temperatura de 190°C (Figura No. 34). Al momento que las muestras comenzaron a ebullir se les dejo 10 minutos más en la parrilla y posteriormente de retiraron de la misma.



Figura No. 34. Digestión de mineral de Calcopirita y Esfalerita. Medio agua:HNO₃ 1:1.

La muestra digerida fue aforada con agua desionizada a 100 mL utilizando un matraz aforado, tal como se puede observar en la Figura No. 35, una vez que se realizó la dilución se procedió a envasar cada solución y, por último, se analizó el porcentaje en peso de cada elemento de interés, Zn y Cu, en el Espectroscopio de Absorción Atómica E.A.A. 3100 PerkinElmer en el

Laboratorio de Análisis Químico del Edificio D, Departamento de Ingeniería Metalúrgica.



Figura No. 35. Preparación de dilución de muestras minerales de calcopirita y esfalerita para lectura de absorción atómica.

Para la lectura de absorción de cobre y zinc en el equipo E. A. A. PerkinElmer 3100, primeramente, se utilizaron estándares para realizar las curvas de calibración, a partir de esta curva se obtuvo una ecuación algebraica, y de ella, una regresión lineal, así, se logró cuantificar la cantidad de cada elemento en todas las muestras. Los estándares y curvas de calibración para cada elemento a analizar se pueden consultar en el Anexo X.

2.7. Balance metalúrgico

En los resultados obtenidos por Espectrometría de Absorción Atómica se analizaron los elementos de interés, en este caso Zinc y Cobre con la finalidad de conocer la calidad y la cantidad de mineral en el concentrado expresado por el porcentaje en ley y porcentaje de recuperación respectivamente. Estas propiedades del concentrado se determinaron por medio del balance metalúrgico para cada prueba realizada. La obtención de estos valores fue de suma importancia para ver los efectos del tiempo de aireación reflejados en el proceso de concentración de minerales, y así, determinar las condiciones que favorezcan más a la flotación de menas complejas Cu-Zn.

Las ecuaciones empleadas para realizar el balance metalúrgico se pueden consultar en el Anexo IX.

3. Resultados y discusión de resultados

3.1. Sistema determinador de Oxígeno Disuelto: Selección y adquisición de material

Antes de comenzar la toma de lecturas se realizó una limpieza del cátodo y, mayormente de ánodo de la sonda, dado que, al desenroscar la membrana para colocar la solución electrolítica se podían notar depósitos químicos de KCI, Figura No. 36, los cuales, afectarían las futuras lecturas. En el anexo IV se describen detalladamente los pasos de mantenimiento preventivo y correctivo a la sonda de oxígeno disuelto.



Figura No. 36. Sonda de oxígeno disuelto llena de depósitos químicos antes de brindarle mantenimiento.

Posterior a que se retiró la mayor parte del depósito en la sonda de oxígeno disuelto, con ayuda de un cepillo dental y cuidadosamente, con una lija de agua número 1000, el cátodo y ánodos quedaron limpios, como se puede observar en la Figura No. 37, posterior a ello, se rellenó la tapa de la sonda con la solución electrolítica, compuesta de NaCl, NaBO₂ y H₂O, cuidando de que no se generaran burbujas al rellenar, pues esto pudo provocar lecturas erróneas durante su uso.


Figura No. 37. Sonda de oxígeno disuelto posterior al mantenimiento correctivo.

3.2. Armado e implementación de sistema de medición de oxígeno disuelto

Primeramente, se llevó a cabo el armado del conjunto de componentes físicos del sistema Arduino - circuito EZO DO – sonda para acoplarlo al sistema de aireación, posteriormente se desarrolló el código computacional para monitorear y registrar la concentración de Oxígeno Disuelto.

3.2.1. Hardware

La sonda de oxígeno disuelto se colocó realizando, primeramente, un pequeño barreno en la tapa desmontable del tanque superior (Figura No. 38), que corresponde al tanque aireador. Esta sonda se mantiene suspendida por arriba del impulsor con hojas de 90°, para evitar contacto alguno durante la operación del equipo, así como también la presencia de ruido eléctrico y valores erróneos en la toma de lecturas.

El arduino UNO junto con el circuito EZO DO y el display LCD se colocaron en una caja de acrílico con una pequeña abertura para la visualización de datos en el display 16x2, y otra abertura para la conexión que tiene la sonda y para el cable USB que va desde el microcontrolador hasta el ordenador portátil empleado. Esta pequeña caja de acrílico se encuentra debajo del tanque aireador, Figura No. 38, a

manera de que no estén expuestos a polvo, liquido, etc., aumentando su tiempo de vida y asegurando un mejor rendimiento del equipo.



Figura No. 38. Acoplamiento de sistema determinador de oxígeno disuelto al sistema de aireación y acondicionamiento.

El resultado del sistema propuesto se muestra en la figura No.39 ya terminado, y en operación de calibración a uno y dos puntos, el Arduino puede estar conectado a cualquiera de los puertos USB presentes en el ordenador portátil empleado, en este caso, fue conectado al puerto COM 3.

En la Figura No. 39 se puede observar, de izquierda a derecha: la computadora donde fue posible monitorear y registrar los cambios de concentración de oxígeno disuelto a lo largo de todo el procedimiento experimental, a través de la comunicación Arduino-Excel, con ayuda de la herramienta de adquisición de datos PLX-DAQ, seguido de esta, el sistema de tanques, aireador y acondicionador, donde se incluyó el sistema determinador de oxígeno disuelto, Arduino-Circuito EZO, y, la sonda, esta última dentro del tanque superior, que corresponde al tanque aireador.

El tanque aireador descarga en el tanque acondicionador a través de una manguera de 3/8" la cual presenta una válvula de paso FOSET 200 WOG, el tanque acondicionador cuenta también con una válvula de este tipo para alimentar la pulpa a la celda de flotación Denver.



Figura No. 39. Armado e implementación de sistema determinador de oxígeno disuelto en laboratorio de procesamiento de minerales.

En la Figura No.40 se puede observar el mecanismo de las válvulas de paso que se utilizan para realizar la descarga de los tanques de aireación y acondicionamiento, al hacer la elección de una válvula de esfera, la descarga de la pulpa destinada al proceso de flotación fue más rápida, ya que solo bastó con girar la manija 90° para abrir o cerrar, y así, se evita el asentamiento de los sólidos obteniendo una descarga más uniforme.



Figura No. 40. Mecanismo de válvula de paso de agua.[36]

3.2.2. Software

El código de programación se desarrolló en el programa informático IDE (Figura No. 41), incluyendo la librería SoftwareSerial para poder elegir los dos pines que realizaron la comunicación serie de transmisión tx a pin 2 y recepción rx al pin 3. Además, para contener los datos entrantes de la PC y el sensor EZO DO Atlas Scientiifc y para facilitar el manejo de la cadena de caracteres entrantes e imprimirlas en el monitor serial, se utilizó la variable string.

Para poder emplear el LCD por controlador I2C con el microcontrolador Arduino, fue necesario agregar las librerías Wire.h que permite la comunicación por I2C, y, LiquidCrystal_I2C en el IDE, que configura el hardware para poder controlar el display.

🗸 🕑 🖻 🖬 🛃

```
OD_ArduinoUno.finalcode
```

```
#include <SoftwareSerial.h>
#define rx 2
#define tx 3
SoftwareSerial myserial(rx, tx);
```

```
String inputstring = "";
String sensorstring = "";
boolean input_string_complete = false;
boolean sensor_string_complete = false;
float DO;
```

```
void setup() {
   Serial.begin(9600);
   myserial.begin(9600);
   inputstring.reserve(10);
   sensorstring.reserve(30);
```

```
Serial.println("CLEARDATA");
Serial.println("LABEL,Date,Time,OD");
Serial.println("RESETTIMER");
```

Figura No. 41. Código de programación para lectura y recolección de concentración de Oxígeno Disuelto en IDE Arduino.

Para la recolección de datos en la hoja Excel por medio de PLX-DAQ se utilizaron las variables *LABEL* colocó los títulos en la fila 1 de la hoja Excel que corresponden a la fecha en que se realizó la prueba *"Date"*, la hora a la que el sistema tomó cada medición *"Time"* y la lectura de concentración de oxígeno disuelto *"OD"*. La impresión de los datos del sensor EZO DO en la hoja de Excel observan en la Figura No. 42.

					PLX-DAQ Release 2.0	×
1	Date	Time	OD		3	Controls
2		01:43:03 p. m.	1	5.93	A 34 8	
3	19/05/2022	01:43:04 p. m.	2	5.91		Download Data
4	19/05/2022	01:43:05 p. m.	3	5.91		📃 Clear Stored Data
5	19/05/2022	01:43:06 p. m.	4	5.92	Settings	
6	19/05/2022	01:43:07 p. m.	5	5.95	Port 3	User 1
7	19/05/2022	01:43:08 p. m.	6	5.98		User 2
8	19/05/2022	01:43:09 p. m.	7	6.03	Baud: 9600 💌	
9	19/05/2022	01:43:10 p. m.	8	6.06		Reset Timer
10	19/05/2022	01:43:11 p. m.	9	6.1	Connect	
11	19/05/2022	01:43:12 p. m.	10	6.14	Reset on Connect	Clear Columns
12	19/05/2022	01:43:13 p. m.	11	6.16	Controller M	
13	19/05/2022	01:43:14 p. m.	12	6.19	Controller M	essages
14	19/05/2022	01:43:15 p. m.	13	6.2	PLX-DAQ S	Status
15	19/05/2022	01:43:16 p. m.	14	6.22		
16	19/05/2022	01:43:17 p. m.	15	6.23		About
17	19/05/2022	01:43:18 p. m.	16	6.25		
18	19/05/2022	01:43:19 p. m.	17	6.27		
19	19/05/2022	01:43:20 p. m.	18	6.3		
20	19/05/2022	01:43:21 p. m.	19	6.33		
21	19/05/2022	01:43:22 p. m.	20	6.37		
22	19/05/2022	01:43:23 p. m.	21	6.4		
23	19/05/2022	01:43:24 p. m.	22	6.42		
24	19/05/2022	01:43:25 p. m.	23	6.45		

Figura No. 42. Impresión de lecturas de concentración de Oxígeno Disuelto por PLX-DAQ.

3.3. Pruebas de medición: Calibración del sistema determinador de oxígeno disuelto

Antes de comenzar a utilizar el equipo para un fin propio, se llevó a cabo la calibración a un punto con la intención de corregir los errores de compensación del sensor. El procedimiento para esta primera calibración consistió en colocar la sonda expuesta al aire libre, suspendida en el tanque aireador y posteriormente escribir el comando *Cal* que se encuentra en el monitor serial del IDE del Arduino.

La Figura No. 43 muestra, la representación gráfica del nivel promedio leído de O₂ disuelto, antes de ejecutar la calibración, representada por el número de medición uno con una concentración igual a 9.26 ppm, y, enseguida, el valor obtenido después de realizar el paso de calibración, con una concentración de 9.09 ppm de O₂, tal como lo indica el manual de usuario.



Figura No. 43. Representación gráfica de cambio de concentración de oxígeno disuelto [ppm] antes y después de realizar calibración a un punto.

La disminución en la concentración de oxígeno se debe a que después de la calibración, el oxígeno disuelto comienza a reducirse sobre el cátodo, reacción que se expresa por la ecuación 17.

$$0_2 + 2H_20 + 4e^- \to 40H^-$$
 (ec. 17)

Dado que para la construcción de la representación gráfica solo se necesitaron los puntos del antes y después, lo más recomendable fue aplicar una regresión de tipo lineal, de igual manera, al presentar solo dos datos, se obtuvo una regresión lineal igual a 1.

El objetivo de esta calibración a un punto fue corregir el punto en el rango de medición que se está desviando y así, se conservó esta especificación en todo el rango de lecturas que se registraron posteriormente. Fue factible usar la calibración a un punto dado que la salida del sensor ya estaba escalada a una unidad de medida, así, se pudieron corregir los errores de compensación del sensor determinador de oxígeno disuelto.

La Figura No. 44 representa el decrecimiento que tuvo la concentración de oxígeno disuelto conforme transcurrió el tiempo al realizar la calibración cero. En la parte

superior de la figura se muestra escrito el comando *cal,* lo cual indica, que antes de realizar la calibración a dos puntos, se tuvo que ejecutar la calibración a un punto, es por ello, que, la curva empieza con un valor registrado de 9.1ppm.



Figura No. 44. Representación gráfica tiempo [s] vs concentración de oxígeno disuelto [ppm] durante calibración a uno y dos puntos.

Seguido de la primera lectura de 9.1 ppm, la concentración de oxígeno disuelto decreció gracias a que se introdujo la sonda en la solución Zero DO, y se agitó con cuidado con la intención de remover las burbujas atrapadas al hundir la sonda en el frasco de la solución. Una vez que se mantuvo un valor mínimo constante de 0.49 ppm, por 5 segundos, se ejecutó el comando *"cal,0"*, y la lectura llegó a 0 ppm de oxígeno disuelto.

Debido al comportamiento que desarrolló la sonda para una calibración a dos puntos, como se muestra en la Figura No. 44, fue necesario utilizar una ecuación polinómica grado dos, pues, fue la que mejor se ajustaba al comportamiento de esta prueba, obteniendo un valor de R² igual a 0.8824. El comportamiento constante que

se observa en la Figura No. 44, al inicio y al final de la recolección de datos, se debe al tiempo que es necesario esperar a que las lecturas se estabilicen antes de emitir el comando de calibración *"cal"*. Como se muestra en el Anexo VI.

Con esta segunda calibración se confirmó el gran alcance y sensibilidad que tiene la sonda, asegurando lecturas en tiempo real durante las pruebas a lo largo de toda la experimentación realizada en esta tesis.

3.4. Pruebas de medición: Determinación de condiciones favorables para el proceso de flotación

Para demostrar la importancia de controlar y registrar el oxígeno disuelto y comprender las condiciones de operación del sistema de aireación y su efecto en el proceso de flotación, se realizaron las pruebas: variación de a) flujo de aire y b) el tiempo de residencia en el tanque de aireación. De esta manera, fue posible inferir las posibles reacciones en una pulpa en presencia de oxígeno y el mineral en el tanque, y si la flotabilidad del material en estudio mejora al aumentar la concentración de oxígeno disuelto.

3.4.1. Efecto del flujo de aire en la concentración de O₂ disuelto a diferentes tiempos de residencia en el tanque aireador para su aplicación en el proceso de flotación

Como primer paso, se analizó el cambio de la concentración de oxígeno disuelto respecto al tiempo de aireación en agua, se utilizó como variable el flujo de aire con el fin de determinar a qué flujo se podía obtener la mayor concentración de oxígeno disuelto y así, tener una pulpa más oxigenada posteriormente. Los resultados se muestran en la Figura No. 43 donde se nota un incremento de concentración de oxígeno disuelto en los primeros segundos, después, la concentración se mantiene constante aproximadamente 200 segundos y posteriormente el O₂ comienza a disminuir.

3.4.1.1. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto en agua, del tanque aireador

En la Figura No. 45, se observa que la cinética del flujo de aire dentro del tanque aireador lleno de agua es prácticamente rápida, y la concentración de oxígeno disuelto alcanzó su estabilidad a partir de los 200 segundos para todos los flujos operados, y después de los 400 segundos de aireación la concentración comenzó a decrecer, esto se debió al agotamiento de oxígeno disuelto en el agua, y, dado que, el tanque se mantuvo cerrado, ya no le fue posible al agua obtener más oxígeno de la superficie de la atmosfera, limitando el aumento de la concentración de O₂. Al contrario de lo esperado, un mayor tiempo de aireación redujo la concentración de oxígeno, con lo cual será recomendable no airear la pulpa durante tiempos largos.



Figura No. 45. Representación gráfica del tiempo de aireación [s] vs concentración de oxígeno disuelto, en el tanque aireador. Medio: agua, 25°C, agitación a 700 RPM.

Así mismo se observó que existe un incremento de O₂ disuelto con el incremento del flujo de aire adicionado, desde los 4 hasta los 8 LPM. A flujos de aireación bajos, correspondientes a 4 y 6 LPM, se obtuvo una menor concentración de oxígeno disuelto, e incluso no difirió mucho de las concentraciones que se alcanzaron sin airear, por lo que, probablemente estos flujos no mostrarían un cambio significativo en la velocidad o efectividad de adsorción del colector, y, por ende, una diferencia en la recuperación y ley de los minerales de interés.

Ahora bien, al aumentar el flujo de aireación a 8 LPM, se obtuvo la mayor concentración de oxígeno disuelto en el agua, (8.85 ppm a los 144 segundos), se obtuvo mayor estabilidad del oxígeno disuelto a lo largo de toda la prueba, lo cual será benéfico al proceso de adsorción del xantato amílico de potasio sobre la superficie del mineral de interés. A un flujo mayor no existió modificación en la concentración de oxígeno disuelto.

3.4.1.2. Efecto de la cinética de aireación, flujos de aire y oxígeno disuelto en pulpa, del tanque aireador

Una vez determinado el flujo al cual se alcanza la máxima concentración de oxígeno disuelto en agua, el siguiente paso fue estudiar el efecto de la concentración de O_2 respecto al tiempo de aireación en la pulpa mineral. La Figura No. 46 representa el cambio de concentración de oxígeno disuelto respecto al tiempo de aireación (por triplicado), a las condiciones de 20% wt de mineral de calcopirita y esfalerita a tamaño 74 µm.



Figura No. 46. Representación gráfica tiempo de aireación [s] vs concentración de oxígeno disuelto [ppm] en medio agua-mineral esfalerita y calcopirita 74 μm en el tanque aireador (prueba por triplicado). Velocidad de agitación 700 RPM, flujo aire 8 LPM.

La pulpa se mantuvo a una velocidad de agitación de 700 RPM, que fue la adecuada para mantener a los sólidos en suspensión dentro del tanque de aireación y obtener lecturas homogéneas a lo largo de todo el proceso sin que este movimiento generase interferencia en las lecturas de oxígeno disuelto. El flujo de aire se estableció en 8 LPM, de acuerdo con análisis de la Figura No. 45.

El registro de lecturas en todas las pruebas se inició en una concentración promedio de O₂ de 7.19 ppm a los 0 segundos, antes de que el mineral y el agua reaccionaran, en las pruebas 2a) y 2c) se muestra una ligera disminución en las curvas en los primeros segundos, esto se debió al tiempo que se tarda en homogenizar el mineral y el agua. La curva 2b) muestra valores mayores a las otras dos curvas, esta diferencia se pudo deber a los usos de aire en otras áreas de los laboratorios de Ingeniería Metalúrgica.

El comportamiento en las tres pruebas registradas en la Figura No. 46 fue el mismo, la pulpa consiguió una mayor concentración de oxígeno disuelto a los 100 segundos, con un promedio de 9.19 ppm, al mismo tiempo, la concentración de O₂ alcanzó estabilidad en la pulpa. Por estos motivos, se llegó a la conclusión de que no sería necesario airear la pulpa más de 100 segundos, ya que no favorecerá la adsorción del colector xantato a la superficie del mineral, y solo propiciará aumentar la capa de oxido superficial del mineral.

Bajo estas condiciones, el primer mecanismo de reacción probable en el proceso de flotación de la esfalerita es su oxidación superficial promovida por el oxígeno presente en la pulpa, por lo que, la interacción que se espera ocurra dentro del tanque aireador del mineral con el agua está dada por la siguiente reacción:

$$ZnS + 2H_2O \rightarrow Zn(OH)_2 + S^- + 2H^+ + e^-$$
 (ec. 18)

En el caso de la calcopirita, la interacción esperada es:

$$CuFeS_{2(s)} + 3H_2O \rightarrow Fe(OH)_{3(s)} + CuS + S^0 + 3H^+ + 3e^-$$
 (ec. 19)

En ambos casos se está llevando a cabo la reducción catódica del oxígeno, dada por la reacción:

$$O_2 + 2H_2O + 4e \rightleftharpoons 4OH^-$$
 (ec. 20)

La reducción catódica del oxígeno disuelto comprende su disminución de concentración en la pulpa, llegando con un promedio de concentración final de 9.03 ppm, al terminar los 5 minutos que comprenden el proceso de aireación.

La rapidez con la que se reduce el Oxígeno Disuelto se determinó por la pendiente de las rectas que se generan en la Figura No. 46 desde el segundo 120, que es donde comenzó a decrecer la concentración de O₂ para todas las pruebas, lo cual indica el inicio de reducción, hasta los 600 segundos que termina el proceso de aireación.

$$\frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{9.19ppm - 9.03ppm}{600s - 120s} = 0.00033 \ ppm/s \tag{ec. 21}$$

De la ecuación 21 se determinó que la cinética de esta reducción del oxígeno disuelto en la pulpa del mineral Cu-Zn fue de 0.00033 ppm/s.

Una vez obtenida la condición de máxima oxigenación de pulpa del análisis de la Figura No. 46, se decidió disminuir el tiempo de aireación de las siguientes muestras experimentales, dado que bastaba con una aireación de 100 segundos para llegar al punto máximo de concentración y estabilización de O₂. Por esta razón, en las pruebas 3a), 3b) y 3c), representadas en la Figura No. 47, se optó por disminuir el tiempo de experimentación a 5 minutos, y retirar el flujo de aire a los 100 segundos.

A través de los estudios de Allison et al., 1972; Woods, 1976; Rao y Finch, 1988; se ha comprobado la oxidación anódica del xantato sobre la superficie del mineral y la correspondiente reducción catódica del oxígeno, de ahí la importancia de la medición y control del oxígeno disuelto en el proceso de flotación.



Figura No. 47. Representación gráfica tiempo de aireación [s] vs concentración de oxígeno disuelto [ppm] en medio agua- ZnS y CuFeS₂ - XAK 1.5x10⁻⁴, en el tanque aireador (prueba por triplicado) Agitación 700 RPM. Flujo de aire 8 LPM. 25°C.

Sin embargo, al disminuir el tiempo de aireación se favorece la adsorción del colector y al mismo tiempo brindó a la pulpa, la concentración de oxígeno necesaria para que se lleve a cabo la transferencia de los dos electrones, a la superficie de la partícula mineral de interés. Al mismo tiempo que se retiró el flujo de aire se añadió el colector XAK, esto con el objeto de promover las posibles reacciones de adsorción correspondientes.

Reacción anódica
$$4X^- \rightarrow 2X_{2(ads)} + 4e^-$$
 (ec.22)

Reacción catódica $O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$ (ec. 23)

Reacción global
$$4X^{-} + O_2 + 2H_2O \rightarrow 2X_{2(ads)} + 4(OH)^{-}$$
 (ec. 24)

Durante el desarrollo de la ecuación 22, se puede deducir que los electrones que se liberaron se movieron a un punto rico en oxígeno en la superficie del mineral y se consumen en la reducción del oxígeno para formar OH⁻, como se expresa en las ecuaciones 23 y 24, donde se denota la importancia de la presencia de oxígeno disuelto, pues es el más común aceptor de electrones, a través de la hidrólisis del agua (ec. 23).

En el caso de la calcopirita, se puede deducir la producción de dixantato en la superficie del mineral, por la reacción anódica de la ecuación 22. La oxidación de xantato a dixantato y la adsorción del colector en la superficie de la calcopirita fueron los responsables de la flotación del mineral.

Para el caso del Zinc, de acuerdo con los estudios de Yuehua Hu, Wei Sun y Dianzuo Wang (2009) la reacción entre el colector y este sulfuro mineral posiblemente tuvo como resultado un metal xantato ZnX₂.

$$ZnS + 2X^{-} \rightarrow ZnX_{2} + S^{0} + 2e^{-} \qquad (ec. 25)$$

La disminución de la concentración del oxígeno disuelto en la pulpa, de igual manera, se debe a la reducción del oxígeno que comprende la reacción catódica (ec. 23) en este sistema de equilibrio. En estas pruebas se alcanzó un promedio de

concentración final de O₂ máxima de 9.13 ppm en la etapa de aireación y 8.64 ppm al terminar los 5 minutos de acondicionamiento.

La rapidez con la que se reduce el Oxígeno Disuelto se determinó por la pendiente de las rectas que se genera en la Figura No. 45 desde el segundo 120, que es donde comenzó a decrecer la concentración de O₂ para todas las pruebas, lo cual indica el inicio de reducción, hasta los 300 segundos que termina el proceso de aireación y acondicionamiento.

$$\frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{9.13ppm - 8.64ppm}{300s - 120s} = 0.0027 \ ppm/s \tag{ec. 26}$$

De la ecuación 26 se determinó que la cinética de esta reducción del oxígeno disuelto en la pulpa del mineral Cu-Zn fue de 0.0027 ppm/s, de ahí, es posible definir que, de acuerdo con la relación entre las reacciones redox, esta rapidez de reducción es directamente proporcional a la rapidez de oxidación del colector, así como su adsorción sobre el mineral de interés.

3.5. Pruebas de flotación

Los primeros resultados obtenidos de las pruebas de flotación fueron la determinación de las masas de los concentrados y colas de cada una de las pruebas realizadas, después de filtrarlas y secarlas en la estufa hasta que se eliminó toda la humedad para evitar lectura de masas erróneas. Los resultados se muestran en la Tabla No. 7.

Flotación	Tiempo Aireación [s]	Tiempo Acondicionamiento [s]	рН	Masa inicial [g]	Concentrado [g]	Colas [g]	Masa final [g]
4a	0	300	11	275	44.7	224.9	269.6
4b	100	300	11	275	39.2	231.5	270.7
4c	300	300	11	275	37.2	227.2	264.4
				Promedio	40.37	227.87	268.23
			Desviación estándar		3.88	3.35	3.37

Tabla. No. 7. Registro de resultados de productos obtenidos en flotaciones bulk de calcopirita y esfalerita a distintas condiciones.

De acuerdo con la Tabla No. 7, los concentrados tuvieron un peso promedio de 40.37 gramos y una desviación estándar de 3.88. En el caso de las masas correspondientes a los estériles, se obtuvo un promedio de 227.87 gramos y presentan una desviación estándar equivalente a 3.35. Por último, las masas finales alcanzaron un promedio de 268.23 gramos, y una desviación estándar de 3.37. Estas variaciones se debieron al error humano a la hora de realizar la extracción del mineral con ayuda de la espátula.

Por otro lado, al comparar la masa inicial y la masa final se pudo distinguir una pérdida de material, esto se debió a que, a lo largo del circuito, los tanques, tanto aireador como acondicionador, no quedaban completamente vacíos al terminar su proceso, incluso después de agregar el agua de lavado, perdiendo una cantidad de mineral.

3.6. Análisis químico E.A.A. y Balance Metalúrgico

El seguimiento del análisis de los resultados obtenidos de las pruebas de flotación consta de las siguientes tablas y figuras que corresponden a las leyes y recuperaciones bajo 3 distintos tiempos de aireación, a 0, 100 y 300 segundos de aireación a 8 LPM, y una velocidad de agitación a 700 RPM, esto último, para no perturbar el sistema y que hubiera una buena interacción del aire administrado con la superficie del mineral. La concentración de colector XAK 1.5x10⁻⁴ M añadido se mantuvo constante en cada una de las flotaciones, junto con el tiempo de acondicionamiento, 5 minutos a 700 RPM.

Las pruebas de flotación que se realizaron bajo diferentes segundos de aireación, variando así también, la concentración de oxígeno disuelto en la pulpa mostró leyes y recuperaciones distintas a las pulpas que no se airearon. Los valores del análisis se reportan en la Tabla No. 8.

Tiempo de aireación [s]	%Ley Cu	%Rec. Cu	%Ley Zn	%Rec. Zn
0	4.36	99	2.7	74.31
100	8.34	99	2.39	59.33
300	4.47	41.44	11.56	89.54

Tabla. No. 8. Porcentaje en Ley y Recuperación de Cobre y Zinc para concentrados a distintostiempos de aireación.

En una pulpa de mena compleja, el mineral con el potencial más positivo siempre será catódico y el que tenga el potencial más negativo será anódico. (Tomashov, 1968). En base a este autor se puede suponer que las interacciones galvánicas que ocurrieron durante el proceso de flotación entre la calcopirita, que tomó el rol de mineral catódico y un mineral que tomó el rol anódico, en este caso, la esfalerita, de acuerdo con sus potenciales de reposo investigados previamente durante el marco teórico, afectaron significativamente el comportamiento de flotabilidad en ambos minerales.



Figura No. 48. Representación gráfica de tiempo de aireación [s] vs %Ley y %Recuperación de cobre y zinc. Flotación a XAK 1.5x10⁻⁴. Agitación 700 RPM. Flujo de aire 8 LPM. 25°C. Bajo 0, 100 y 300 s de aireación.

En la Figura No. 48, se muestra una mayor recuperación y una mayor ley de zinc a tiempos más largos de aireación, con porcentajes de 89.54% y 11.56% respectivamente, esto se puede deber a que, la pulpa, al pasar por un mayor tiempo de aireación, y, en pH alcalino, fomentó a la formación de una barrera de FeOH en la superficie de la calcopirita con mayor grosor al necesario para la adsorción del xantato, obteniendo así la depresión del Cobre, reflejado en la obtención de una ley de 4.47 % y una recuperación de 41.44%. Es así, que la formación de esta capa de óxido le dio la oportunidad de flotar al zinc.

En otras palabras, la esfalerita, al estar en contacto con un mineral más noble como la calcopirita, provocó que la reacción de reducción de oxígeno se trasladara a las superficies mineral noble, disminuyendo así el efecto de oxidación sobre la esfalerita. Esto sostiene a los autores Pomianowski y Leja, (1963); Senior y Trahar, (1991) quienes sustentan que el oxígeno puede inhibir la adsorción de xantatos debido a la formación de hidróxidos metálicos en la superficie del mineral, en este caso, la calcopirita.

Al aumentar tiempo de aireación más de 100 segundos, la interacción entre el medio CuFeS₂-H₂O-X⁻ influyó significativamente en la flotación de la calcopirita, pues, en base a los valores reportados en la Figura No.46 se puede asumir que un alto tiempo de interacción del oxígeno con la esfalerita durante el proceso de aireación donde se llevó a cabo el contacto galvánico es perjudicial desde el punto de vista de la flotación.

Estos resultados sostienen credibilidad fundamentada por Richardson y Walker, (1985); Kuopanportt et al., (2000); He et al, (2006), quienes explican que una concentración demasiado alta de oxígeno promueve la formación de óxidos/hidróxidos de hierro y cobre en la superficie del mineral sulfuro, por lo tanto, reduce su hidrofobicidad y, en consecuencia, su flotabilidad. [22]

Al comparar las leyes y recuperaciones en cada uno de los concentrados de las pruebas de flotación a distintos tiempos de estancia en el tanque aireador, se puede concluir que el aplicar un flujo de aire de cinco minutos a la pulpa previo al acondicionamiento dio como resultado una flotación casi selectiva que benefició la

83

flotación de la esfalerita. Esta condición brindó una mayor calidad al concentrado mostrando la ley más alta, y la mayor cantidad de recuperación de Zinc. Para que la flotación sea completamente selectiva, es conveniente airear la pulpa por más tiempo, así, se puede conseguir una completa depresión de la calcopirita.

El concentrado de la pulpa a la que se le aplicó una aireación de 100 segundos mostró una flotación casi selectiva beneficiando al cobre, pues, contrario a la esfalerita, la calcopirita mostró una recuperación del 99% a este tiempo de aireación, además tuvo la calidad más alta en Cobre de los tres concentrados en esta prueba consiguiendo un 8.34% de ley en Cu. Esto último se debió a la preferencia que tiene la calcopirita sobre la esfalerita al ser flotada tras ese tiempo de aireación, donde se obtuvo una ligera oxidación, adecuada para la adsorción del colector, aumentando su flotabilidad.

Pasados los 100 segundos, nuevamente los iones OH⁻ se depositaron en la superficie de la calcopirita, creando una capa de hidróxido más gruesa de lo necesaria, evitando la adsorción del xantato. Fue por la formación de esa capa, que, a altos tiempos de aireación, la calcopirita ya no fue flotable, es decir, tras una mayor oxidación conforme el tiempo de aireación transcurrido, el mineral pasó a estar muy oxidado y ya no pudo adquirir las propiedades hidrófobas. El sulfuro, que, inicialmente, promueve la hidrofobicidad del mineral, se oxidó a sulfato, y como resultado la recuperación de cobre fue menor, por otro lado, esta interacción galvánica, aumentó la disolución del mineral sulfuro anódico, en este caso el Zinc, tal como se deduce en la ecuación 33, conduciendo a su activación [39]

Reacción anódica
$$ZnS \rightarrow Zn^{2+} + S + 2e^{-}$$
 (ec. 27)

Esto último explica porque se obtuvo un mayor porcentaje de recuperación de Zinc a un tiempo de aireación de 300 segundos. Otra de las causas por la que la esfalerita presentó una buena recuperación, a pesar de ser un mineral refractario, fue por su activación a través de las especies de cobre CuS formadas debido a la disolución de la calcopirita, así se logró activar la esfalerita, incluso, de acuerdo a Jain y Fuerstenau, (1985) si los iones de cobre se encuentran en forma precipitada como Cu(OH)₂, también sirven como depósito para suministrar Cu²⁺ extraído de la solución facilitando la activación del mineral Sulfuro de Zinc.

Por último, el concentrado de la flotación a la que no se le pasó por un proceso de aireación previo, aunque muestra altas recuperaciones de Cobre y Zinc, con valores de 99% y 74.31% respectivamente, no fue una condición favorable para trabajar, pues la calidad representada en ley para ambos elementos no fue la mejor, obteniendo la ley más baja de cobre equivalente a 4.36% y un 2.7% de ley de zinc. La flotación bajo esta condición no mostró preferencia o selectividad a ningún elemento, por lo que, sería una buena elección si se quiere llevar a cabo una flotación tipo bulk.

Si nos adentramos en la teoría electroquímica, el papel del oxígeno disuelto formó un papel muy influyente a lo largo de estas pruebas, porque si la adsorción del colector, responsable de la flotación, sobre la superficie del mineral de sulfuro de valor se realiza a través de mecanismos electroquímicos, entonces las variables clave que controlan estas reacciones electroquímicas fueron tanto el potencial mixto, como la concentración de oxígeno en la interfaz del mineral al ser parte de uno de los pares galvánicos presentes en este sistema. [22]

Primeramente, la reducción del oxígeno en la superficie del mineral de sulfuro cambia el potencial de reposo del mineral y disminuye la hidratación de su superficie, haciendo que el mineral sea más anódico en presencia del xantato y más hidrofóbico Gaudin (1974), Rand (1977) y Ahmed (1978). Gracias a la alta concentración de oxígeno que hubo durante el proceso de aireación, se puedo llevar a cabo la reacción catódica, necesaria por su capacidad en el medio para captar los electrones, producto de la reacción anódica MS + $X^- \rightarrow MS(X) + e^-$.

Además, al aumentar la concentración de oxígeno disuelto se aumentó también el potencial electroquímico de la pulpa afectando positivamente la adsorción del colector sobre la superficie del mineral. Dentro de este sistema, habría un segundo par galvánico conformado el mineral utilizado ya que es una mena compleja, donde la calcopirita tomó el rol catódico y la esfalerita jugó el rol anódico. Esta caracterización también afectó su recuperación.

La no flotación, por lo tanto, baja recuperación de Cobre también es explicada por un fundamento basado en la teoría electroquímica de un par galvánico como lo es esta mena compleja de sulfuros Cu-Zn. La teoría propicia la pasivación/protección del mineral más noble, en este caso la calcopirita (Valdés et al.), es por lo que, la disminución de la adsorción del xantato en este mineral y bajas recuperaciones fueron el resultado de la protección catódica debido al contacto galvánico con el mineral de carácter anódico, en este caso, la esfalerita. [41] Este efecto galvánico mejoró la oxidación superficial del mineral esfalerita, y, por consecuencia, también mejoró su recuperación.

4. Conclusiones

- El sistema determinador de oxígeno disuelto construido a partir de una tarjeta arduino UNO, registra y monitorea la concentración de oxígeno disuelto en una pulpa de mineral en tiempo real.
- El código desarrollado permitió que el sistema registre y almacene las lecturas del sensor de oxígeno disuelto en una hoja de cálculo en Excel, además es posible monitorear las lecturas en tiempo real. Gracias a esto, fue posible realizar el estudio de cinética de reacción en la pulpa durante el proceso de aireación.
- La construcción de este equipo permitirá llevar el estudio de las condiciones de control del oxígeno disuelto y su efecto en el proceso de flotación en el laboratorio de Procesamiento de Minerales en la Facultad de Química.
- La presencia de oxígeno disuelto en la pulpa del mineral, así como el tiempo influenciaron significativamente la flotabilidad de menas complejas de Sulfuro Cu-Zn, perjudicando la flotabilidad del mineral más catódico, en este caso la calcopirita, y beneficiando al mineral anódico, en este caso, la esfalerita.
- La interacción prolongada de la esfalerita con la calcopirita en una pulpa oxigenada condujo a la activación del mineral sulfuro de zinc sin la necesidad de agregar activador beneficiando así, su recuperación.
- La recuperación de Cobre en la calcopirita es inversamente proporcional al tiempo de aireación de la pulpa previa a la flotación.
- Un tiempo de aireación igual a cero a la pulpa del mineral CuFeS₂-ZnS fue la condición favorable para realizar una flotación tipo bulk, al favorecer la flotación de ambos minerales de estudio.
- El aumento de oxígeno disuelto en la pulpa previo a la etapa de acondicionamiento aumentó el potencial electroquímico, lo cual mejoró la adsorción del colector sobre la esfalerita, mineral que tomó el rol anódico en el par galvánico CuFeS₂-ZnS.

Anexo I. Código UART Arduino UNO para lectura y registro en Excel de concentración de oxígeno disuelto

```
#include <SoftwareSerial.h>
                                                       //Se debe incluir la biblioteca softwareSerial, de lo contrario, no es posible hacer su uso % \mathcal{A} = \mathcal{A} = \mathcal{A}
#define rx 2
                                                       //Para definir que pin será Rx
#define tx 3
                                                       //Para definir que pin será Tx
SoftwareSerial myserial(rx, tx);
                                                       //Definir como funcionará el puerto serial
String inputstring = "";
                                                       //Una cadena para contener los datos entrantes de la PC.
String sensorstring = "";
                                                       //Una cadena para contener los datos del sensor EZO DO Atlas Scientific
boolean input_string_complete = false;
                                                       //¿Se han recibido todos los datos de la PC?
boolean sensor_string_complete = false;
                                                       //¿Se han recibido todos los datos del sensor EZO DO Atlas Scientific?
float DO:
                                                       //Usado para contener un numero flotante (decimal) que es la lectura de OD
void setup() {
                                                       //Configurar hardware
 Serial.begin(9600);
myserial.begin(9600);
                                                       //Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie de hardware 0 a 9600
                                                       //Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie del software igual a 9600
  inputstring.reserve(10);
                                                       //Reservar algunos bytes para la recepción de datos de la PC
  sensorstring.reserve(30);
                                                       //Reservar bytes para recepción de datos del sensor EZO DO Atlas Scientific
  Serial.println("CLEARDATA");
  Serial.println("LABEL, Date, Time, OD");
  Serial.println("RESETTIMER");
}
                                                       //Si el puerto serie de hardware 0 recibe un caracter...
void serialEvent() {
  inputstring = Serial.readStringUntil(13);
                                                       //Lee la cadena hasta ver un <CR> \,
  input_string_complete = true;
                                                        //Establecer la bandera utilizada para indicar si se ha recibido una cadena completa de la PC
1
void loop() {
                                                       //here we go...
  if (input string complete == true) {
                                                       //Si se ha recibido una cadena de la PC en su totalidad...
    myserial.print(inputstring);
                                                       //Enviar esa cadena al sensor DO Atlas Scientific
    myserial.print('\r');
                                                       //Agregar <CR> al final de la cadena
    inputstring = ",";
                                                        //Limpiar el string
    input_string_complete = false;
                                                       //Reestablecer la bandera usada para saber si se ha recibido una cadena completa de la PC
  }
  if (myserial.available() > 0) {
                                                       //Si se ve que el sensor DO ha enviado un mensaje...
    char inchar = (char)myserial.read();
                                                       //Obtener el caracter que se acaba de recibir
    sensorstring += inchar;
if (inchar == '\r') {
                                                       //Agregar el caracter a la variable llamada sensorstring
                                                       //Si es caracter entrante es <CR>...
      sensor_string_complete = true;
                                                       //Destinar la bandera
    }
  3
L
   if (sensor_string_complete == true) {
                                                       //Si se ha recibido una cadena del sensor DO Atlas Scientific...
    Serial.print("DATA, DATE, TIME,");
                                                           //MODIFICACION
    Serial.println(sensorstring);
                                                       //enviar esa cadena al monitor serial de la PC
    //Serial.println(',');
                                                           //MODIFICACION
    sensorstring = ",";
                                                        //limpiar el string
    sensor_string_complete = false;
                                                       //Reestablecer la bandera utilizada para saber si se ha recibido una cadena completa del producto
  }
```

Figura No. 49. Código computacional para cuantificar el oxígeno disuelto de pulpa en un tanque aireador.

Anexo II. Código de programación para visualización de datos mediante LCD

```
//Sistema de determinación de Oxígeno Disuelto
//Importación de liberías
#include <SoftwareSerial.h>
#include <TimeLib.h>
#include <Time.h>
#include<Wire.h>
#include <LiquidCrystal I2C.h>
LiquidCrystal_I2C lcd(0x27,16,2); // dependiendo del fabricante del LCD el codigo 0x27 puede cambiar
#define rx 2
#define tx 3
SoftwareSerial myserial (rx, tx);
//Presentación
void Presentacion() {
  lcd.init();
  lcd.backlight();
  lcd.clear();
  lcd.setCursor(0,0);
  lcd.print("IQM - FQ - UNAM"); // Mensaje a mostrar
  delav(500);
  lcd.setCursor(0,1);
  lcd.print("Oxígeno Disuelto"); // Mensaje 2 a mostrar
   delay(2000); //
  lcd.clear();
}
//Variables
String inputstring = "";
                                                      //Una cadena para contener los datos entrantes de la PC.
String sensorstring = "";
                                                      //Una cadena para contener los datos del sensor EZO DO Atla
boolean input_string_complete = false;
                                                      //¿Se han recibido todos los datos de la PC?
                                                      //¿Se han recibido todos los datos del sensor EZO DO Atlas
boolean sensor_string_complete = false;
float DO;
                                                      //Usado para contener un numero flotante (decimal) que es l
unsigned long tiempoAhora;
int Seq;
volatile int cont;
double Periodo = 1000;
//Setup
void setup() {
                                                      //Configurar hardware
  Serial.begin(9600);
                                                      //Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie d
  myserial.begin(9600);
                                                      //Establecer la velocidad de baudios para el puerto serie d
  inputstring.reserve(10);
                                                      //Reservar algunos bytes para la recepción de datos de la F
                                                      //Reservar bytes para recepción de datos del sensor EZO DO
  sensorstring.reserve(30);
  lcd.begin(16,2);
  Presentacion():
}
void serialEvent() {
                                                      //Si el puerto serie de hardware 0 recibe un caracter...
  inputstring = Serial.readStringUntil(13);
                                                      //Lee la cadena hasta ver un <CR>
                                                      //Establecer la bandera utilizada para indicar si se ha rec
  input_string_complete = true;
 void Contador(){
   cont++;
  }
```

```
void loop() {
                                                        //here we go...
attachInterrupt(digitalPinToInterrupt(sensorstring), Contador, RISING);
if(millis()>(Periodo + tiempoAhora)){
  if (input_string_complete == true) {
                                                       //Si se ha recibido una cadena de la PC en su totalidad...
                                                       //Enviar esa cadena al sensor DO Atlas Scientific
   myserial.print(inputstring);
                                                       //Agregar <CR> al final de la cadena
    myserial.print('\r');
    inputstring = ",";
                                                         //Limpiar el string
    input_string_complete = false;
                                                        //Reestablecer la bandera usada para saber si se ha recibido una cadena
  1
if (myserial.available() > 0) {
                                                     //Si se ve que el sensor DO ha enviado un mensaje...
  r (myserial.available() > 0) { //Si se ve que el sensor Do na enviado un mens
char inchar = (char)myserial.read(); //Obtener el caracter que se acaba de recibir
sensorstring += inchar: //Agregar el caracter a la variable llamada se
  sensorstring += inchar;
                                                      //Agregar el caracter a la variable llamada sensorstring
  if (inchar == '\r') {
                                                      //Si es caracter entrante es <CR>...
   sensor_string_complete = true;
                                                      //Destinar la bandera
  }
}
 if (sensor_string_complete == true) { //Si se ha recibido una cadena del sensor DO Atlas Scientific...
  Serial.println(sensorstring);
                                                       //enviar esa cadena al monitor serial de la PC
  tiempoAhora = millis();
  cont=0;
  lcd.clear(); /
  sensorstring = "";
                                                      //limpiar el string
  sensor_string_complete = false;
                                                      //Reestablecer la bandera utilizada para saber si se ha recibido una cad
```

```
//Impresion de resultados en LCD____
```

```
//lcd.clear();
                   //Actualizar la pantalla completa cada segundo
lcd.setCursor(2,0);
lcd.print ("-Lector OD-"); //Imprimir encabezado
lcd.setCursor (0,1);
lcd.print(sensorstring); //
lcd.setCursor(5,1);
lcd.print("ppm ");
lcd.print(" ");
delay(100); //
sensor_string_complete = false; //
lcd.setCursor(10,1);
lcd.print(minute());
lcd.print("'");
lcd.print(":");
lcd.print(second());
lcd.print("\"");
```

}

Figura No. 50. Código computacional para la visualización de concentración de oxígeno disuelto en pulpa de mineral a través de LCD I2C.

Anexo III. Códigos UART

Definición de cada color de LED

En la Figura No. 51 se muestra como en cada acción que se ejecute al circuito emite una luz de distinto color, así, se puede detectar si el sensor está funcionando correctamente. Si el LED prende de color verde, el sensor está encendido, en cambio no está tomando lecturas, es decir, se encuentra en modo espera de la ejecución de un comando.

Si el LED del sensor prende de color azul, significa que está tomando y registrando lecturas de concentración de Oxígeno Disuelto, por cada lectura que el sensor registre el LED se prenderá de color azul y luego se apagara.

Si el LED prende de color morado significa que está haciendo un cambio en la velocidad de baudios, este, dependerá del modo de comunicación que se quiera emplear. Si el circuito EZO muestra una luz color roja, significa que el comando que se quiso ejecutar no fue entendido, por lo que, no se puede llevar a cabo. Por último, si el LED del circuito prende de color blanco, significa que la tarjeta Arduino está detectando la señal que emite el circuito y la sonda.



Figura No. 51. Definición de cada color que muestre el LED en sensor EZO al emitir un comando correctamente. [31]

En la Tabla No. 9 se muestran los comandos, donde ejecutar "L, 1" sirve para que el LED este encendido durante todo el uso del sensor. El comando "L, 0" sirve para desactivar el LED. Si alguno de los dos comandos se logran ejecutar el monitor serial mostrará la respuesta *OK seguido del encendido o el apagado del LED Si se

emite *"L,?"* el monitor serial mostrará el estado del LED, es decir, si esta prendido *"?L,1"* o si está apagado *"?L,0"*.

Sintaxis	Definición	Respuesta
L,1 <cr></cr>	LED encendido	*OK <cr></cr>
L,0 <cr></cr>	LED apagado	*OK <cr></cr>
L,? <cr></cr>	Estado del LED	?L,1 <cr> o ?L,0 <cr> *OK <cr></cr></cr></cr>

Tabla. No. 9. Sintaxis de comando para control de LED [31]

Find

Al ejecutar el comando find, como se muestra en la Tabla No. 10, se desactivará el modo continuo. Para finalizar la búsqueda del dispositivo envíe cualquier carácter o comando.

Tabla. No. 10. Sintaxis de comando para encontrar circuito EZO DO. [31]

Sintaxis	Sintaxis Definición	
Find <cr></cr>	El LED parpadea rápidamente en blanco, se usa para ayudar a encontrar el dispositivo	*OK <cr></cr>

Modo de lectura única

Al ejecutar este comando a manera que se muestra en la Tabla No. 11, se desactivará la lectura continua del sensor, tomando solo una lectura de concentración de oxígeno disuelto.

Tabla. No. 11. Sintaxis de comando para modificar a modo de lectura única en circuito EZO DO. [31]

Sintaxis	Definición	Respuesta
R <cr></cr>	Toma solo una lectura	7.82 <cr> *OK<cr></cr></cr>

Modo de lectura continua

Los comandos registrados en la Tabla No. 12 sirven para modificar el tiempo en el que se tomará cada lectura. Para activar la lectura continua de concentración de oxígeno disuelto cada segundo se debe emitir el comando "C, 1", por otro lado, si se quieren registrar lecturas cada determinado tiempo, se debe ejecutar "C, n", donde n significa cada cuantos segundos el lector debe registrar la lectura de la sonda, las lecturas pueden ser desde cada 2 a 99 segundos.

El comando "C,0" deshabilita la toma de lecturas continuas y registra solo una lectura en el monitor serial. Si se ejecuta "C,?" se mostrara en la pantalla el estado de lectura, presentando el sintaxis del estado en el que se encuentre tomando lecturas el sensor.

Sintaxis	Definición	Respuesta
C,1 <cr></cr>	Habilita lecturas continuas (una lectura por segundo)	*OK <cr> DO(1seg) <cr> DO(2seg) <cr></cr></cr></cr>
C,n <cr></cr>	Toma lecturas continuas cada n segundos (n = 2 a 99 segundos)	*OK <cr> DO(n seg) <cr> DO(2n seg) <cr></cr></cr></cr>
C,0 <cr></cr>	Deshabilita lecturas continuas	*OK <cr></cr>
C,? <cr></cr>	Modo de lectura continua ¿activado / desactivado?	?C,1 <cr> o ?C,0 <cr> o ?C,n <cr> *OK</cr></cr></cr>

Tabla. No. 12. Sintaxis para modificar modo de lectura en circuito EZO DO.

Sintaxis de comando para Calibración

El circuito de oxígeno disuelto EZO utiliza calibración de uno o dos puntos, tal como se reportó durante el Método Experimental y el registrado de Resultados. La función que hace de cada comando y la respuesta que emitirá el circuito se muestran en la Tabla No. 13.

Sintaxis	Definición	Respuesta
Cal <cr></cr>	Para calibración a un punto. Calibra de acuerdo con los niveles de oxígeno atmosférico	*OK <cr></cr>
Cal,0 <cr></cr>	Para calibración a dos puntos. Calibra el dispositivo a 0 ppm OD	*OK <cr></cr>
Cal,clear <cr></cr>	Elimina datos de calibración *OK <cr></cr>	
Cal,? <cr></cr>	¿El dispositivo está calibrado?	?Cal,0 <cr> o ?Cal,1 <cr>(a un punto) o ?Cal,2<cr>(a dos puntos) *OK<cr></cr></cr></cr></cr>

Tabla. No. 13. Sintaxis de comando para calibrar circuito EZO DO. [31]

Códigos de respuesta

Las Tabla No. 14 sirve para desactivar o activar que se muestre la respuesta **OK* cada que el sensor registre una lectura.

Sintaxis	Definición	Ejemplo	Respuesta
*OK,1	Llobilito rocovocto	Deers	7.82 <cr></cr>
<cr></cr>	Habilita respuesta	R <cr></cr>	*OK <cr></cr>
*01/0			7.82 <cr></cr>
TOK,U	Deshabilita respuesta	R <cr></cr>	(no se muestra *OK en
<01>			monitor serial)
*01/ 2	¿La respuesta se encuentra	*04.3	?*OK,1 <cr> o ?*OK,0</cr>
	activada o desactivada?	OK, r	<cr></cr>

Tabla. No. 14. Sintaxis de comando para obtener códigos de respuesta. [31]

La Tabla No. 15 muestra otros códigos de respuesta que se muestran en el Monitor Serial cada que se emita un comando. (estos códigos no pueden ser deshabilitados)

Sintaxis	Definición		
*ER	Comando desconocido		
*OV	Voltaje alto (VCC>=5.5V)		
*UV	Voltaje bajo (VCC<=3.3V)		
*RS	Reiniciar		
*RE	Arranque completo, listo		
*CI	El dispositivo entro en modo		
-SL	reposo		
*\\/\	El dispositivo sale de modo reposo,		
VVA	despierta.		

Tahla	No	15	Códiaos	de	resnuesta	[31]
i avia.	110.	10.	Courgos	ue	respuesia.	[J]

Modo de reposo / bajo consumo

Para que el circuito EZO DO deje de tomar lecturas sin necesidad de apagarlo se debe emitir el comando *"Sleep"*. Para despertar el dispositivo basta con enviar ejecutar cualquier comando/carácter. La definición del comando se muestra en la Tabla No. 16.

Sintaxis	Definición	Respuesta
Sloop cor>	El dispositivo entra en modo de	*OK <cr></cr>
Sieep <ci></ci>	reposo	*SL <cr></cr>
Cualquier comando	El dispositivo despierta	*WA <cr></cr>

Tabla. No. 16. Sintaxis de comando para habilitar o deshabilitar el modo reposo. [31]

La Tabla No. 17 muestra el consumo de energía dependiendo a que pin del Arduino se conecte (5 V o 3.3 V)

V	Standby	Sleep
5V	13.1 mA	0.66 mA
3.3V	12 mA	0.3 mA

Tabla. No. 17. Consumo de energía. [31]

Anexo IV. Mantenimiento de sonda galvánica Atlas Scientific DO

• Recalibración.

La sonda de oxígeno disuelto reacciona con el oxígeno del agua; cuanto más oxígeno reacciona, más se agota la solución de electrolitos de la sonda. Por lo general, una sonda de oxígeno disuelto dura aproximadamente 6 meses antes de que se agote el electrolito. Además, cuando se agota el electrolito, la sonda lee números muy bajos. En tal caso, es aconsejable reemplazar la solución de electrolito y la membrana de PTFE cada 6 a 12 meses.

 Cómo reacondicionar la mini sonda de oxígeno disuelto de grado laboratorio.

Durante el uso, se puede acumular una pequeña cantidad de corrosión (óxido de zinc) alrededor del ánodo de la sonda, lo que provocará lecturas irregulares. En este caso, se debe reacondicionar la sonda.



Figura No. 52. Reacondicionamiento de sonda. [31]

Para reacondicionar la sonda se debe desenroscar con cuidado la tapa de la membrana de la sonda (Figura No. 52) y drenar la solución de electrolito restante. Para retirar el óxido depositado se debe limpiar con cuidado con ayuda de una lima pequeña la acumulación de corrosión alrededor del ánodo de la sonda, tal como lo muestra la Figura No. 53. El cátodo no se debe de limar, esto dañará la sonda. Una vez que se haya eliminado la corrosión, enjuague el ánodo.



Figura No. 53. Limpieza de corrosión en el ánodo de la sonda. [31]

Con la jeringa suministrada, inyecte la solución en la tapa de la membrana hasta que se llene hasta el tope. Vuelva a enroscar la tapa de la membrana en la sonda. Una vez que se vuelve a montar la sonda, enjuague la sonda.



Figura No. 54. Llenado de solución electrolítica en reacondicionamiento de sonda. [31]

• Limpieza de la sonda

Con el tiempo, la sonda de oxígeno disuelto puede ensuciarse y cubrirse de depósitos químicos. Los recubrimientos blandos se pueden quitar cepillando ligeramente únicamente los lados de la sonda y la tapa de la membrana. Si es necesario limpiar la membrana de la sonda, use una mezcla de blanqueador suave para eliminar suavemente los depósitos. En ninguna circunstancia se debe usar un cepillo para limpiar la membrana (Figura No. 55), pues la sonda se puede llegar a romper, por lo que, se deberá reemplazar, de lo contrario, provocará lecturas irregulares. [18]



Figura No. 55. Limpieza de membrana. [31]

Anexo V. Conservación de solución de calibración Zero D.O.

El oxígeno está en todas partes. La solución de calibración Zero D.O. ha sido diseñada para absorber oxígeno químicamente. Una vez que se ha abierto la botella, la solución de prueba se ha expuesto al oxígeno y dejará de funcionar lentamente.



Figura No. 56. Conservación de solución calibradora Zero DO. [31]

Dentro de la botella de la solución de calibración hay una pequeña cantidad de gas nitrógeno que ayuda a desplazar el oxígeno fuera de la botella durante el proceso de llenado. Cuando la sonda de oxígeno disuelto se retira de la botella, el oxígeno entrará en la botella y comenzará a disolverse en la solución.

Para ralentizar este proceso, llene el espacio vacío de la botella con cualquier gas (que no sea oxígeno) para conservar la solución de calibración. El gas de un encendedor funciona muy bien si actualmente no se pueden obtener otros gases. (Figura No. 56)
Anexo VI. Instructivo de uso

Calibración a un punto.

- Dejar reposar la sonda de oxígeno disuelto, expuesta al aire hasta que las lecturas se estabilicen. (un pequeño movimiento de una lectura a la siguiente es normal).
- Abrir código anteriormente descargado de la página web Atlas Scientific [31] verificar y subir/cargar a la plataforma. (Figura No. 57)



Figura No. 57. Iconos para cargar código de programación y abrir Monitor Serial en IDE Arduino.

 Después de cargar el Arduino con el código, abrir el monitor serial (lado superior derecho) y configúrelo para agregar solo retorno de carro y luego establezca la velocidad en baudios en 9600. Como se muestra en la figura No. 58.



Figura No. 58. Monitor Serie para monitoreo de OD.

Nota: Este equipo ya viene adecuado para otorgar los valores requeridos, sin embargo, si se desea hacer cambios los comandos a utilizar se detallan en el Anexo III.

- 4. Si aún no se observan lecturas, como se muestra en la Figura No. 58, ejecutar el comando "C,1", para habilitar las lecturas continuas, de igual manera, verificar que estén habilitadas las opciones *Autoscroll.* En caso de que una vez abierto el monitor serial se empiecen a mostrar los valores de OD omitir este paso.
- Una vez que las lecturas se hayan estabilizado (de 5 a 30 seg. Aprox.), emitir el comando de calibración. "cal" Una vez completada la calibración, se deben ver lecturas entre 9,09 y 9,1X mg / L, tal como se muestra en la figura No. 59.



Figura No. 59. Calibración de sonda de oxígeno disuelto mediante comando "cal" aplicada a un punto. [31]

Calibración a dos puntos (opcional)

Realice esta calibración solo si necesita lecturas precisas por debajo de 1.0 mg / L

Solo se puede realizar esta calibración después de haber calibrado el circuito de oxígeno disuelto EZO ™ usando el comando "Cal" (calibración a un punto)

 Abra cuidadosamente la solución de calibración de oxígeno disuelto cero, inserte la sonda y revuélvala para eliminar el aire atrapado (que podría hacer que las lecturas suban). Deje que la sonda se asiente en la solución de calibración Zero D.O. hasta que las lecturas se estabilicen, esto tardará de 0:30-1:30 min (un pequeño movimiento de una lectura a la siguiente es normal). (Figura No. 60)



Figura No. 60. Sonda dentro de solución de calibración Zero D.O. [31]

 Una vez que las lecturas se hayan estabilizado, emita el comando de calibración. "cal,0" Una vez completada la calibración, se deben ver lecturas de 0 mg / L, tal como se muestra en la figura No. 61.



Figura No. 61. Calibración de sonda de oxígeno disuelto mediante comando "cal" aplicada a calibración a dos puntos. [31]

Después de 24 horas, la solución de calibración ya no se considera precisa. Para conservar la solución de calibración Zero D.O. revise el Anexo V.

Adquisición de datos PLX-DAQ

Una vez realizada la calibración de manera exitosa, si se desea, se puede realizar una recolección de datos en un archivo Excel 365. Siguiendo los pasos a continuación.

- 1. Una vez realizada la calibración cerrar el Monitor serial.
- Abrir la hoja de cálculo previamente descargada de la página PARALLAX https://www.parallax.com/package/plx-daq/ que establecerá la comunicación del Arduino UNO con Excel.
- Dar clic en el botón "Conectar" e inmediatamente de empezaran a recolectar los datos de concentración de oxígeno disuelto en la hoja de cálculo. (Figura No. 62)

Autoguardado 💽) 囧 り・ ᠙ - ₹	PLX-DAQ-v2 - Excel	🔎 Busca	ır (Alt+Q)	
Archivo Inicio	Insertar Disposición de p	ágina Fórmulas I	atos Revisar	Vista Programador	Ayuda Transmisor de
Pegar 🖋 N	$[10] [10] [A^{A}] A^{C}$ $K [S] [H] [H] [A^{C}] A^{C} A^{C}$	= = = ≫ - = = = = = =	ab cb ⊡ ~ \$ ~ % c	→ Formato condicional	Dar formato Estilos de
Portapapeles 😼	Fuente	Alineación	r⊊l Núme	ero 🔽	Estilos
L24 🔻 :	$\times \checkmark f_x$				
A	ВС	DE	F G	H I J	K L
1			PLX-D/	AQ for Excel "Version 2" by Ne	t^Devil X
3	Tiempo [s] OD [ppm]		Open PLX DA	Control	
4	1 9.0)			d Data
5	2 9.0)	IPL.	X-UILU 🖸 🗌 Clear St	ored Data
6	3 9.0)	Sett	tings 🔽 User1	
1	4 9.0)	Port:	3 💌 🗖 User2	
8	5 9.14		Baude	Reset Tin	ner
9	6 9.2	2	Date		
10	/ 9.5	3		Connect D Clear Colu	mns
11	8 9.5			Reset	
12	9 9.4			Connect Display dire	ct debug =>
13	10 9.3	2			
14	11 8.9		€ Use	1st Worksheet at OUse active	e Worksheet at
15	12 8.7		the	time of Connect the time of	or Connect
16	13 8.4	3		Controller Messages	
1/	14 8.20			PLY_DAO Status	
18	15 8.0			- EX-DAQ Status	
19	16 /.8	5			
20	1/ /./.	2			
21	18 (.5)				
22	19 7.4	2			
23	20 7.	5			
24	21 7.1	5			
25	22 7.0	3			
26	23 6.9	3			
27	24 6.8	3			
Sim	ple Data (+)				E 4

Figura No. 62. Recolección de datos de concentración de oxígeno disuelto en hoja de cálculo Excel por herramienta PLX-DAQ.

Sin embargo, si se desea ejecutar alguno de los comandos que se muestran en el Anexo III es necesario desconectar el sensor de la herramienta PLX-DAQ, abrir el monitor serial y ejecutar el comando desde ahí.

Nota: no es posible registrar los datos en una hoja de cálculo al mismo tiempo que se muestren los datos de la concentración de oxígeno en el LCD puesto que son dos códigos distintos. Por lo que, una vez terminada la recolección de datos en Excel, se debe cargar el código del anexo dos para volver a ver los datos en el LCD.

Anexo VII. Cálculo de mineral y reactivos utilizados en las pruebas de flotación

Cálculo del mineral

$$\left(\frac{\emptyset_{S}^{M}}{\emptyset_{S}^{M}+\emptyset_{L}^{M}}\right)*100 = \% sol.wt.$$
(ec. 34)

$$\left(\frac{\phi_{S}^{M}}{\phi_{S}^{M}+1100g_{H_{2}O}}\right)*100 = 20\% sol.wt.$$
(ec.34)

Despejando ϕ_S^M :

Cálculo de XAK para obtener una concentración de 1.5x10⁻⁴ M en la pulpa.

$$1.1L\left(\frac{1.5x10^{-4}mol}{L}\right) * \left(\frac{202.37g}{1\ mol\ XAK}\right) = 0.0334\ g.\ XAK \qquad (ec.\ 35)$$

Anexo VIII. Balance Metalúrgico de pruebas de flotación bulk en Celda Denver Lab

Condiciones fijas:

- pH = 11
- 20%wt
- Tiempo de acondicionamiento: 5 minutos
- Velocidad de agitación en tanques aireador y acondicionador: 700 RPM
- Colector: 1.5x10⁻⁴ XAK
- Espumante: MIBC
- Modificador de pH: NaOH

Tabla. No. 18. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2 4a). Sin tiempo de aireación.

Producto	Peso [g]	%Peso	%Ley Zn	%Ley Cu	CM Zn	CM Cu	%Rec. Zn	%Rec Cu
Concentrado Cu-Zn	44.7	16.58	2.70	4.36	1.21	1.95	74.31	100.00
Colas	224.9	83.42	0.19	0.00	0.42	0.00	25.69	0.00
Alimentación	269.6	100.00	1.87	1.96	1.63	1.95	100.00	100.00

Tabla. No. 19. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2 4b). Tiempo de aireación: 100 segundos.

Producto	Peso [g]	%Peso	%Ley Zn	%Ley Cu	CM Zn	CM Cu	%Rec. Zn	%Rec Cu
Concentrado Cu-Zn	39.2	14.48	2.39	8.34	0.94	3.27	59.33	100
Colas	231.5	85.52	0.28	0.00	0.64	0.00	40.67	0
Alimentación	270.7	100.00	1.87	1.96	1.58	3.27	100.00	100

Tabla. No. 20. Balance metalúrgico de concentración de valores de ZnS-CuFeS2 4c). Tiempo de aireación: 300 segundos.

Producto	Peso [g]	%Peso	%Ley Zn	%Ley Cu	CM Zn	CM Cu	%Rec. Zn	%Rec Cu
Concentrado Cu-Zn	37.2	14.07	11.56	4.47	4.30	1.66	89.54	41.44
Colas	227.2	85.93	0.22	1.03	0.50	2.35	10.46	58.56
Alimentación	264.4	100.00	1.87	1.96	4.80	4.01	100.00	100.00

Anexo IX. Balance metalúrgico

A continuación, se enumeran las ecuaciones que se utilizaron para realizar el balance metalúrgico de la flotación para Zinc y Cobre.

$$F = C + T \tag{ec. 17}$$

$$F\left(\frac{\Lambda_F}{100}\right) = C\left(\frac{\Lambda_C}{100}\right) + T\left(\frac{\Lambda_T}{100}\right) \tag{ec. 17^\circ}$$

Donde:

$$F = alimentación [gr]$$

$$C = concentrado [gr]$$

$$T = colas [gr]$$

$$X = \% ley$$

$$g = matal do intería (domendo oi se paté cualvando ol halanco nama Tr o Cu)$$

a = metal de interés (depende si se esté evaluando el balance para Zn o Cu)

Para calcular el porcentaje en peso, se utilizaron las ecuaciones 18, 19 y 20.

$$PC = \left(\frac{C}{F}\right)100\tag{ec. 18}$$

$$PT = \left(\frac{T}{F}\right)100\tag{ec. 19}$$

$$PF = PC + PT \tag{ec. 20}$$

Donde:

PC = porcentaje en peso de concentrado PT = porcentaje en peso de colas PF = porcentaje en peso de aliemntación

Para el contenido metálico de cada especie se emplearon las ecuaciones 21 y 22.

$$CM_b^a = \frac{b(X_b^a)}{100}$$
 (ec.21)

Donde:

 $CM_b^a = contenido metálico de metal de interes (a) en corriente (b)$

a = metal que se está evaluando o metal de interes

b = flujo másico de la corriente que se está evaluando [gr] $X_b^a = \%$ ley del elemento a en la corriente b

$$CM_F^a = CM_c^a + CM_T^a \tag{ec.22}$$

Por último, las ecuaciones utilizadas para calcular el porcentaje de recuperación son las siguientes:

$$R_F^a = R_C^a + R_T^a = 100\% (ec.23)$$

Donde:

 $R_F^a = porcentaje de recuperación del metal de interés a en la corriente F$

$$R_C^a = \frac{CM_C^a}{CM_F^a} x 100 \tag{ec. 24}$$

Anexo X. Calibración de Espectroscopio de Absorción Atómica E.A.A. 3100 PerkinElmer

Los patrones que se emplearon en las curvas de calibración, así como las longitudes de onda y el Slit de cada elemento de interés a analizar se muestran en la Tabla No. 21.

	Cobre		Z	linc
	[ppm]	Abs	[ppm]	Abs
Estándar 1	4	0.184	4	0.0527
Estándar 2	8	0.307	40	0.4786
Estándar 3	16	0.615	100	1.3562
Estándar 4	50	1.917		
Estándar 5	100	4.127		
Long. de onda [nm]	324.75	213.86		
Slit	0.	7	().7

Tabla. No. 21. Condiciones empleadas para realizar la calibración del equipo de Espectroscopio deAbsorción Atómica 3100 PerkinElmer

Las curvas de calibración para el cobre y zinc se muestran en la Figuras No. 63 y 64 respectivamente.



Figura No. 63. Curva de calibración de cobre para E.A.A.



Figura No. 64. Curva de calibración de Zinc para E.A.A.

Anexo XI. Análisis Químico. Espectroscopia de Absorción Atómica

Tabla. No. 22. Resultados de concentración de muestras de flotación por Espectroscopia de Absorción Atómica.

Muestra	Peso [g]	Cu [ppm]	%Ley Cu	Zn [ppm]	%Ley Zn
Alimentación	0.1005	19.72	1.96	18.76	1.87
4a-C	0.1005	43.85	4.36	27.16	2.70
4a-T	0.1002	-0.06	-0.01	1.87	0.19
4b-C	0.1003	83.69	8.34	24.01	2.39
4b-T	0.1005	-0.19	-0.02	2.79	0.28
4c-C	0.1024	45.79	4.47	118.33	11.56
4c-T	0.1010	10.45	1.03	2.23	0.22

$$%p/p = \frac{(L.E.[ppm]) * (Vol.aforo [mL])}{(muestra [g]) * 10000}$$

(ec.36)

L.E. = lectura del equipo [ppm]

10000 = factor de conversión ppm a %

Bibliografía y Mesografía

- 1. Zhengchang S. (2021) *Principles and Technologies of Flotation Machines.* Springer.
- 2. Vignes Alain. (2011) *Extractive Metallurgy 3. Processing Operations and Routes.* ISTE. Wiley.
- 3. Bravo C. A. (2004) *Manual de flotación.* Empresa Minera Los Quenuales S.A. Recuperado de: <u>https://es.slideshare.net/gadivc102/flotacion-de-minerales-empresa-minera-los-quenuales-sa</u>
- 4. (2015) PROCESO DE FLOTACIÓN. https://es.slideshare.net/ZathexKaliz/254213106-procesodeflotacion-55445995
- 5. CODELCO EDUCA. (2018). FLOTACIÓN. Burbujas de cobre. <u>https://www.codelcoeduca.cl/codelcoeduca/site/artic/20190109/asocfile/201</u> <u>90109005132/flotacion_media_t_cnico_060119.pdf</u>
- 6. Introducción. Reactivos de flotación. https://ocw.bib.upct.es/pluginfile.php/14085/mod_resource/content/3/Introdu cci%C3%B3n%20a%20Ia%20Flotaci%C3%B3n.%20Reactivos%20%28I%2 92.pdf
- 7. Fernández, A., Velasco, M., (2015). SUSTITUCIÓN PARCIAL DEL HIDROSULFURO DE SODIO COMO DEPRESOR DE COBRE EN EL PROCESO DE FLOTACIÓN DE MOLIBDENO A ESCALA DE LABORATORIO. [Tesis para obtener Título Profesional, Universidad Nacional de San Agustín] http://repositorio.unsa.edu.pe/bitstream/handle/UNSA/3220/IQcafeal.pdf?se quence=1&isAllowed=y
- 8. Fundamentos de flotación de minerales. Recuperado de: http://biblioteca.esucomex.cl/RCA/Fundamentos%20de%20flotaci%C3%B3 n%20de%20minerales.pdf
- 9. Pavez, O. Apuntes Concentración de Minerales. Recuperado de: https://es.calameo.com/read/006011679eb523526ce5d
- 10. Kelly, E. y Spottiswood, D., *Introducción al Procesamiento de Minerales,* México, Ed. Limusa, 1990. ISBN 9681833376.
- 11. Wills, Barry. A., *Mineral Processing Technology*, 6a. Edition, Oxford, Butterworth-Heinemann, 1997. ISBN 0750628383
- Cantu, O. J. Laboratorio de beneficio de materiales II. Flotación. (Práctica No. 5) Gutiérrez, R. A. Recuperado de: <u>https://pdfcoffee.com/practica-5-flotacion-3-pdf-free.html</u>
- 13. Soon, K. (1975). Electrochemical investigations of various sulphidesxanthates systems and suphides-iron-xanthates systems. [Tesis de maestría, The University of British Columbia]. <u>https://open.library.ubc.ca/soa/cIRcle/collections/ubctheses/831/items/1.008</u> <u>1127</u>

- 14. Borie, I. (1968). The role of oxygen in xanthate flotation of galena, pyrite, and chalcopyrite. [Tesis de maestría, McGill University Montreal, Canada]. <u>https://central.bac-lac.gc.ca/.item?id=TC-QMM-</u> 46499&op=pdf&app=Library&oclc number=894994238.
- 15. S.R., Rao, (2014). *Surface Chemistry of froth flotation,* 2nd edition, vol. 2, Jan Leja. 723 p.
- Winter, G. and Woods, R. (1973) The Relation of Collector Redox Potential to Flotation Efficiency: Monothiocarbonates. Sep. Sci., Vol. 8, No. 2. p261-267.
- 17. M.D. Hassialis and C.G. Myers. (1951) *Collector Mobility and Bubble Contact*, Mining Eng, Vol. 3, p. 961-968.
- 18. Hayward and Trapnell. (1964). *Chemisorption,* Butterworths, London, p. 3.
- 19. Mavros, P. Matis, K.A. (1ra ed)1992). *Innovations in Flotation Technology.* Springer Netherlands. 533 p.
- 20. Chander, S. (1988) *Electrochemistry of sulphide mineral flotation,* Minerals Metallurgical. Process.5, 104-114.
- 21. Venegas, S. (2018). Comparación del potencial de reposo y el potencial de flotación original (OPF) en el estudio de la flotación selectiva del sistema Pb-Zn con impurezas de Fe. [Tesis de Licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México, Cuidad de México]
- 22.Owusu, C., Fornasiero, D., Addai-Mensah, J., Zanin, M. (2014) Influence of pulp aeration on the flotation of chalcopyrite with xanthate in chalcopyrite/pyrite mixtures. International Journal of Mineral Processing. ELSEVIER. 134, 50-57.
- 23. Abellán, M. (9 de julio de 2019). *Primeros pasos con una placa Arduino.* PROGRAMO ERGO SUM.

https://www.programoergosum.es/tutoriales/introduccion-a-arduino/

- 24. Arduino UNO. https://arduino.cl/producto/arduino-uno/
- 25. Creus, A.(8va ed). (2010). Instrumentación Industrial. Alfaomega.
- 26. Bishop, R. (2006). *Mechatronics an introduction*. Taylor & Francis Group.
- 27. Castaño, L. (2019) Diseño y construcción de un equipo para la medición de parámetros fisicoquímicos en agua de quebradas. [Informe final de trabajo de grado. Instituto Tecnológico Metropolitano]
- 28. Stein, A. (2017). ¿Cómo funciona un sensor de oxígeno disuelto? <u>https://www.puromotores.com/13121573/como-funciona-un-medidor-de-oxigeno-disuelto</u>
- 29. Atlas Scientific. Environmental Robotics. (2021) *Mini Lab Grade D.O. Probe. https://files.atlas-scientific.com/Mini_DO_probe.pdf*

114

- 30. Atlas Scientific. Environmental Robotics. (Revisado en 2021). *EZO-DO™ Dissolved Oxygen Circuit.* Atlas Scintific. <u>https://atlas-</u> <u>scientific.com/embedded-solutions/ezo-dissolved-oxygen-circuit/#</u>
- 31. Atlas Scientific. Environmental Robotics. (Revisado en 2021). *EZO-DO™ Embedded Dissolved Oxygen Circuit.* Atlas Scintific. <u>https://files.atlas-</u> <u>scientific.com/DO_EZO_Datasheet.pdf</u>
- 32. Diéguez, L. (2019) COMUNICACIONES SERIE EN ARDUINO: UART, I2C Y SPI. Kolwidi. <u>https://kolwidi.com/blogs/blog-kolwidi/comunicaciones-serie-en-arduino-uart-i2c-y-spi</u>
- 33. Guerra, J. Comunicación I2C con Arduino lo mejor de dos mundos. Programarfacil.com. <u>https://programarfacil.com/blog/arduino-blog/comunicacion-i2c-con-arduino/</u>
- 34. Atlas Scientific. Environmental Robotics. (Revised 2019). Arduino UNO Dissolved Oxygen Sample Code. <u>https://files.atlas-scientific.com/Arduino-Uno-DO-sample-code.pdf</u>
- 35. HACH. (2016). Sensor de oxígeno disuelto galvánico de membrana 5740 sc. (2ª ed.) <u>https://co.hach.com/asset-get.download.jsa?id=51325643456</u>
- 36. Amazon. YanTone. <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-pulgadas-v%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/ref=asc_df_B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-pulgadas-v%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/ref=asc_df_B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-pulgadas-v%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/ref=asc_df_B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-pulgadas-v%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=547159586805&hvpos=&hvpos=&hvnetw=g&hvrand=161 <a href="https://www.amazon.com.mx/YanTone-V%C3%A1lvula-inoxidable/dp/B09FKF34M6/?tag=gledskshopmx-20&hvadid=547159586805&hvpos=
- 37. Guerra, J. Comunicación I2C con Arduino lo mejor de dos mundos. Programarfacil.com <u>https://programarfacil.com/blog/arduino-blog/comunicacion-i2c-con-arduino/#Conexion de un bus I2C con Arduino</u>
- 38. El bus I2C. <u>https://www.prometec.net/bus-i2c/</u>
- 39. Fuerstenau, M. (Ed). (2009). *FROTH FLOTATION. A Century of Innovation.* Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. (pp. 237, 241, 248, 283, 286, 288, 425, 426, 432, 439)
- 40. Y. y L. L. Chen. (2012) The influence of the impurities on the flotation behaviors of synthetic ZnS. Science Direct, pp 7.
- 41.Soon, K. (1964). ELECTROCHEMICAL INVESTIGATIONS OF VARIOUS SULPHIDES-XANTHATES SYSTEMS AND SULPHIDES-IRON-XANTHATES SYSTEMS. [Tesis de maestría] B. Sc. Seoul National University. Department of Mineral Engineering.
- 42. Saaverdra, A. (2018). Diseño y desarrollo de sensores y biosensores para monitoreo de procesos biohidrometalúrgicos. [Tesis de Doctorado]

Universidad de Buenos Aires. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Departamento de Química Biológica. https://bibliotecadigital.exactas.uba.ar/download/tesis/tesis_n6381_Saavedr aOlaya.pdf

- 43. Poémape, A. (2012). Fundamentos de flotación de minerales. Slideshare. https://es.slideshare.net/VictorAlvarez2/flotacion
- 44. Yelloji, M.K. Natarajan, K.A. (1989). *Electrochemical Effects of Mineral Mineral Interactions on the Flotation of Chalcopyrite and Sphalerite. International Journal of Mineral Processing*, Volumen 27, 279-293.
- 45. Houot, R. Duhamet D. (1989). *Importance of oxygenation of pulps in the flotation of sulfide ores. International Journal of Mineral Processing,* Volumen 29, 77-87.
- 46. Mavros, P. Matis, K.A. (eds). (1992). Innovations in Flotation Technology. (1^a ed) Springer Science+Business Media Dordrecht. <u>https://zarmesh.com/wp-content/uploads/2021/12/Innovations-in-Flotation-Technology.pdf</u>
- 47. Ross, V. E. Van Deventer, J. S. J. (1985). The interactive effects of the sulphide ion, pH, and disolved oxygen on the flotation of chalcopyrite and galena from Black Mountain ore. Journal of the South African Institute on Minning and Metallurgy, Volumen 85, No. 1. 13-21.
- 48. Li, Y. Kawashima N. Li, J. Chandra, A.P. Gerson A.R. (2013). A review of the structure, and fundamental mechanisms and kinetics of the leaching of chalcopyrite. Advances in Colloid and Interface Science 197-198, 1-32. Published by Elsevier B. V. All rights reserved.
- 49. Shop343255 Store, AEAK. AEAK 1602 16x2 HD44780 Character LCD /w IIC/I2C Serial Interface Adapter Module. [Fotografía] Recuperado de https://www.aliexpress.us/item/2251832360643832.html?gatewayAdapt=es p2usa4itemAdapt&_randl_shipto=US.
- 50. Soto, D. (2017) Detalles de la celda de flotación Denver. [Figura] DOCPLAYER. Recuperado de https://docplayer.es/95530953-Departamento-de-ingenieria-dr-leopoldo-gutierrez-b.html