

# JATRAMI

## SALTA 2023





**JATRAMI**  
SALTA 2023



**LIBRO DE LAS  
XIII JORNADAS  
ARGENTINAS DE  
TRATAMIENTO DE  
MINERALES  
(XIII JATRAMI)**

**4, 5 y 6 DE OCTUBRE DE 2023  
SALTA, ARGENTINA**



XVI Jornadas Nacionales de Tratamiento de Minerales

Universidad Nacional de Salta

Facultad de Ingeniería

Instituto de Beneficio de Minerales

Libro Digital: descarga y online

I.S.B.N. N°: 978-987-633-617-8

Universidad Nacional de Salta

Av. Bolivia 5150 – Salta Capital – CP 4400 – Arg.

Tel: 0387-4258707 – FAX: 0387-4325745

E-mail: [seu@unsa.edu.ar](mailto:seu@unsa.edu.ar)

Web: [www.seu.unsa.edu.ar](http://www.seu.unsa.edu.ar)

EUNSa – Editorial de la Universidad Nacional de Salta

-Dirección: Rubén Emilio Correa.

Secretario de Extensión Universitaria.

-Coordinación y Registro: Juan Carlos Palavecino.

E-mail: [editorialuniversitaria.eunsa@gmail.ar](mailto:editorialuniversitaria.eunsa@gmail.ar)

Queda prohibida la reproducción total o parcial del texto de la presente obra en cualquiera de sus formas, electrónica o mecánica, sin el consentimiento previo y escrito del autor.

I.S.B.N. N°: 978-987-633-617-8

## **Comité Organizador**

**Presidente:** Dra. Silvana Valdez

**Vicepresidente:** Ing. Leung Kwok

**Secretaria:** Lic. Mabel Magarzo

## **Vocales:**

Dra. Agustina Orce

Ing. Adolfo Riveros Zapata

Ing. Martín Thames Cantolla

Dra. Noemí Tolaba

Ing. Judith Angélica Arenas

Dra. María Virginia Quintana

Dra. María de los Ángeles Tinte Montalbetti

Dra. Silvina Echazú

Geo. Marianela De Paul

Geo. Natalia Salado Paz

## **Colaboradores:**

Tco. Martín Esteban Bonini

Tco. Roque Nicolás Álvarez

Tco. Matías Alejandro Suyo

Tco. Enrique Soria

Sr. Albornoz Pablo Facundo

Sr. Enrique Morales

Srta. Selva Guanuco

Sr. Orlando Vaca

## **Comité Científico**

Dra. Silvana Valdez (INBEMI- UNSa)  
Dra. Agustina Orce (INBEMI- UNSa)  
Ing. Adolfo Riveros Zapata (INBEMI- UNSa)  
Ing. Horacio R. Flores (INBEMI-UNSA)  
Dra. María de los Ángeles Tinte Montalbetti (INBEMI- UNSa)  
Ing. Marianella De Paul (UNSa)  
Dra. María Vicich (UNSa)  
Ing. Lucia Garaventa (CIPROMIN-INTEMIN)  
Mag. Luis Gutierrez (IIM-UNSJ)  
Dr. Marcelo Bellini (IIM-UNSJ)  
Dr. Marcelo Esquivel (CNEA-CONICET-UNCo)  
Dr. Mario Rodríguez (UNCu)  
Dra. Natalia Marchevsky (UNSL)  
Dr. Nicolás Carrizo Rosales (UNLaR)  
Dra. Patricia Chiacchiarini (UNCo. CONICET)  
Dra. Vanesa Bazán (IIM-UNSJ)  
Mag. Roberto Meissl (IIM-UNSJ)  
Mag. Ivana Orozco (IIM-UNSJ)  
Dra. Alejandra Giaveno (UNCo. CONICET)  
Mag. Andre Santos (UFMG-BRASIL)  
Dr. Eduardo Donati (CINDEFI-CONICET)  
Dr. Eduardo Marchevsky (UNSL. CONICET)  
Dra. Elena Brandaleze (FRSN-UTM)  
Dr. Fernando Torres (IDIM-UNCA)  
Dr. Luis Gonzaga Santos Sobral (CETEM-BRASIL)  
Dr. Patricio Navarro Donoso (USACH-CHILE)  
Dr. Paulo Braga (CETEM-BRASIL)  
Dr. Roberto Parra (UdeC-Chile)

# ORGANIZA



# AUSPICIA



# COLABORA



Subsecretaría de Ciencia y Tecnología  
Ministerio de Educación,  
Cultura, Ciencia y Tecnología  
**Gobierno de Salta**

## **PREFACIO**

Este libro contiene los trabajos de investigación presentados en las XVI Jornadas Argentinas de Tratamiento de Minerales. Estas jornadas se llevaron a cabo en la ciudad de Salta, del 4 al 6 de Octubre de 2023.

El objetivo de estas Jornadas es estrechar vínculos entre los ámbitos académico, empresarial y gubernamental y promover el intercambio de experiencias; ellas constituyen un medio para divulgar nuevas tecnologías de procesamiento de minerales y salmueras como así también del tratamiento de residuos y efluentes para la conservación del medio ambiente y estrechar vínculos universidad-empresa-sociedad.

Esta edición de las Jornadas se realizó de manera mixta, permitiendo participar de manera activa a nuestros colegas de Mendoza, San Juan, San Luis, Catamarca, Neuquén, Buenos Aires, Chile y Brasil, independientemente de las circunstancias que les impidieron estar de manera presencial.

Las áreas temáticas propuestas fueron:

- **HIDROMETALURGIA, PIROMETALURGIA Y BIOMETALURGIA**
- **MODELADO, SIMULACIÓN Y CONTROL DE PROCESOS**
- **CARACTERIZACIÓN Y PROCESAMIENTO DE MINERALES**
- **MEDIO AMBIENTE (Tecnologías limpias)**
- **OTRAS TÉCNICAS APLICADAS AL PROCESAMIENTO DE MINERALES**
- **GEOLOGÍA ECONÓMICA Y YACIMIENTO MINERALES**
- **ECONOMÍA Y LEGISLACIÓN MINERA. GESTIÓN EMPRESARIAL.**

Las conferencias plenarias fueron dictadas por reconocidos profesionales del medio, quienes comentaron sobre el litio y su rol en la transición energética, innovación en la caracterización de yacimientos de litio, y el empleo de la inteligencia artificial aplicada al mantenimiento. Contamos con una Mesa Panel conformada por mujeres exitosas del ámbito académico, empresarial y gubernamental, quienes presentaron su experiencia, y los desafíos que se les presentan al ocupar puestos que tradicionalmente se destinaban a los hombres.

Les agradecemos su participación, presencial y virtual, sin Uds estas jornadas no serían una realidad.

Comité organizador XVI JATRAMI

## ÍNDICE DE TRABAJOS

### **HIDROMETALURGIA, PIROMETALURGIA Y BIOMETALURGIA**

**CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE ARSÉNICO REMANENTE EN CALCITAS PROVENIENTES DE CONCENTRADOS SULFURADOS DE MOLIBDENO-COBRE – RENIO** 14

Orozco I.

**MODELADO DE LA LIXIVIACION DEL COBRE A PARTIR DE RAEE UTILIZANDO TECNICAS DE PROCESAMIENTO DE MINERALES** 21

Orozco, I.; García L.; Salem, C.; Quiroga, V.; Gaspar, F.

**PROCESAMIENTO DE UN MINERAL AURÍFERO CARBONOSO CON MODERADO PREGROBBING** 28

Meissl, R.J.; Quinzano, V.A.; Caroprese, M.A.

**SÍNTESIS DE FORSTERITA Y ESPINELA DE ALUMINATO DE MAGNESIO Y EXTRACCIÓN DE PLATA MEDIANTE LA CALCINACIÓN DE CELDAS SOLARES DE SILICIO DE PANELES SOLARES FOTOVOLTAICOS DESCARTADOS CON BISCHOFITA** 35

Ramos I. D. E.; Orosco P. R.; Barrios O. C.; Paéz Jerez A. L.; Ling Sham E.; Tesio A. Y.

**RECICLAJE DEL ALUMINIO PROVENIENTE DE LAS BATERÍAS DE ION-LITIO AGOTADAS PARA LA SÍNTESIS DE  $MgAl_2O_4$**  41

Barrios, O.; Ramos, I.; Barbosa, L.; Orosco P.

**SÍNTESIS DE SÍLICE AMORFA A PARTIR DE PRODUCTOS DE FLUORACIÓN DE MINERALES CON BIFLUORURO DE AMONIO** 48

Alexander C. Resentera; Dalma S. Olima; Marcelo R. Esquivel; y Mario H. Rodriguez

**SÍNTESIS DE FLUROSILICATOS DE AMONIO Y SU COMPORTAMIENTO TERMOCINÉTICO** 54

Resentera, A.; Esquivel, M.; Rodriguez, M.

**ESTUDIO DE LA DISOLUCIÓN DE  $LiF$  CON SULFATO DE ALUMINIO: OPTIMIZACIÓN Y TESTEO EN EL SISTEMA  $\alpha$ -ESPODUMENO/KF** 60

Finno, J.; Pinna E.G.; Braga, P.; Rosales G.D.

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE CLORACIÓN DE ESPODUMENO CON CLORURO DE CALCIO PARA LA OBTENCIÓN DE CLORURO DE LITIO** 66

Barbosa, L.; González, E.; Orosco, P.

**DETERMINACIÓN DE LAS RUTAS DE PROCESAMIENTO EN MUESTRAS DE ORO UTILIZANDO LA LIXIVIACIÓN DE DIAGNOSTICO (DL), Y COMPARANDO CON MÉTODOS MINERALÓGICOS ACTUALES Y ENSAYOS EN FRASCOS** 72

Héctor Arias; German Rodriguez; Fernando Torres

**ESTUDIOS DE FACTIBILIDAD EN LA APLICACIÓN DE LA BIOLIXIVIACIÓN SOBRE MINERALES DEL YACIMIENTO TACA TACA, SALTA, ARGENTINA** 78

Amar, A.; Castro, C.; Costa, S. C.; Donati, E.

**ALTERNATIVAS DE TRATAMIENTO DEL RESIDUO ALCALINO DE LA INDUSTRIA DE LITIO CON MIRAS A SU POSTERIOR APROVECHAMIENTO. RESULTADOS PRELIMINARES** 84

Valdez, S.; Orce Schwarz, A.; Thames Cantolla, M.; Sanguino, M.

## **CARACTERIZACIÓN Y PROCESAMIENTO DE MINERALES**

**AVANCES EN UNA METODOLOGÍA APLICABLE A ESTUDIOS DE ÁRIDOS COMO FUENTE DE INTERÉS ECONOMICO** 92

Romero, M., Neyra, G., Negrelli, M., Castro, M. I., Directora: Cano, E. N.

**CARACTERIZACIÓN MINERALÓGICA POR FRACCIONES DE UN ANTIGUO RELAVE MINERO DE SAN LUIS** 98

Escudero A.A.D.; Fuentes M.N.; Rosales G.D.; González J.A.

**APLICACIONES DE LA TÉCNICA DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS DIFRACTADOS (EBSD) EN LA CARACTERIZACIÓN DE PRODUCTOS DEL PROCESAMIENTO DE MINERALES: Ni COMO CASO EJEMPLO** 104

Esquivel, M.R.

**ENSAIOS DE CARACTERIZAÇÃO E PURIFICAÇÃO DO HIDRÓXIDO DE LITIO PRODUZIDO NO BRASIL** 110

Rosales, G.; Brigido, C. R. dos S.; Batista, B.T.; Braga, P. F. A.

**CARACTERIZACIÓN DE BORATOS Y PRODUCTOS CORRESPONDIENTES A LA PRODUCCION DE ACIDO BORICO A BAJA TEMPERATURA** 116

Tolaba, N.; Bonini M.; Riveros, A.

## **OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE CLORACIÓN DE ESPODUMENO CON CLORURO DE CALCIO PARA LA OBTENCIÓN DE CLORURO DE LITIO**

## **OPTIMISATION OF THE CHLORINATION PROCESS OF SPODUMENE WITH CALCIUM CHLORIDE TO OBTAIN LITHIUM CHLORIDE**

Barbosa, L.<sup>1</sup>, González, E.<sup>1</sup>, Orosco, P.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instituto de Investigación en Tecnología Química (CONICET - UNSL), Almirante Brown 1455, CP 5700, Argentina.

<sup>2</sup> Centro de Investigación y Desarrollo en Materiales Avanzados y Almacenamiento de Energía de Jujuy (CONICET-UNJu), Juan A. Rojas esq. San Martín, CP 4612, Argentina. Contacto: lucia.ib100@gmail.com

### **RESUMEN**

La demanda de litio ha aumentado enormemente por su aplicación en el sector energético. Las pegmatitas constituyen el segundo gran recurso de litio. El espodumeno es el mineral con mayor contenido de litio en las pegmatitas. En el presente trabajo se estudió el proceso de cloración del mineral espodumeno de la mina "Las Tapias" de la provincia de Córdoba en atmósfera de aire usando como agente clorante  $\text{CaCl}_2$  para producir  $\text{LiCl}$ . Además, se añadió grafito al sistema para minimizar las pérdidas del producto por liberación de parte del producto volátil generado y mejorar el rendimiento del proceso. Se estudió el efecto de la temperatura (900 - 1050 °C) y del tiempo de reacción (30 - 120 min) sobre la reacción de cloración. Los reactivos y productos se analizaron por diversas técnicas: espectrometría de absorción atómica (AAS), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectrometría de rayos X dispersiva en energía (EDXS). Se determinó que la reacción de cloración es efectiva en atmósfera de aire. Además, la presencia de grafito disminuye la cantidad de  $\text{LiCl}$  que volatiliza y es removido del sistema, evitando así también que el litio se incorpore en el crisol o en el material cerámico del reactor. Estos resultados indican que la cloración de  $\beta$ -espodumeno con  $\text{CaCl}_2$  tiene potencial de ser aplicada a una mayor escala.

**Palabras Clave:** espodumeno, cloruro de calcio, cloruro de litio, grafito.

### **ABSTRACT**

The demand for lithium has increased enormously due to its application in the energy sector. Pegmatites are the second largest lithium resource. Spodumene is the key lithium-bearing mineral in pegmatites. In the present work, the chlorination process of spodumene ore from the "Las Tapias" mine in the province of Cordoba was studied in an air atmosphere using  $\text{CaCl}_2$  as the chlorinating agent to produce  $\text{LiCl}$ . In addition, graphite was added to the system to minimize product loss through the release of the volatile product and improve the process yield. The effect of temperature (900 - 1050 °C) and reaction time (30 - 120 min) on the chlorination reaction was studied. The reagents and products were analyzed by different techniques: atomic absorption spectrometry (AAS), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectrometry (EDXS). It was determined that the chlorination reaction is effective in air atmosphere. In addition, the presence of graphite decreases the

quantity of LiCl that is volatilized and removed from the system. These results indicate that the chlorination of spodumene with CaCl<sub>2</sub> could be applied on a larger scale.

**Keywords:** spodumene, calcium chloride, lithium chloride, graphite.

## INTRODUCCIÓN

El litio se aplica ampliamente en la industria de alta tecnología debido a que ofrece una combinación de propiedades físicas y químicas excepcionales. Así, el consumo global de litio experimentó un gran aumento en los últimos años. De igual manera, la producción mundial de litio se incrementó debido principalmente a la fuerte demanda de baterías de iones litio y al incremento del precio de dicho metal por la limitada oferta que existe. Por lo tanto, la seguridad del suministro de litio se ha convertido en una prioridad importante en el sector tecnológico a nivel mundial para poder satisfacer la demanda. Las principales fuentes de litio son de tres tipos: salmueras y evaporitas relacionadas, pegmatitas y rocas sedimentarias. Actualmente, la mayor producción de litio se obtiene a partir del mineral espodumeno (LiAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>), que es la pegmatita con mayor contenido de litio. En la República Argentina, los principales depósitos de espodumeno se encuentran en las provincias de San Luis, Córdoba, Catamarca, y Salta.

El espodumeno se presenta naturalmente en forma monoclinica (C2/c) como miembro del grupo de los piroxenos y se encuentra asociado a cuarzo, albita, microclino y micas en yacimientos pegmatíticos. La composición química estequiométrica pura del espodumeno consiste en 8,0 % p/p de Li<sub>2</sub>O, 27,4 % p/p de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y 64,6 % p/p de SiO<sub>2</sub>. Los procesos industriales más comunes para la extracción de litio a partir de espodumeno requieren la conversión de la forma  $\alpha$ -espodumeno a temperaturas elevadas (1000-1100 °C) a la forma  $\beta$ -espodumeno para generar un material poroso que es más susceptible a una digestión ácida o alcalina para la extracción de litio [1]. En investigaciones previas del grupo, se estudió la extracción de litio desde  $\beta$ -espodumeno mediante cloración con CaCl<sub>2</sub> en atmósfera inerte de N<sub>2</sub>, obteniéndose altos grados de extracción [2]. Sin embargo, el proceso requiere mejorar el rendimiento debido a que durante el proceso parte del LiCl que volatiliza se libera del sistema y se incorpora en el crisol y en el reactor; dicho ataque puede inducir roturas en los mismos. En el presente trabajo se investiga la cloración de desde  $\beta$ -espodumeno mediante cloración con CaCl<sub>2</sub> en atmósfera de aire con agregado de grafito para capturar el litio volátil.

## PARTE EXPERIMENTAL

### Materiales

El mineral espodumeno proviene de la mina “Las Tapias”, provincia de Córdoba, Argentina. Este mineral se sometió a una reducción de tamaño y luego fue molido en un molino de anillos. La muestra en polvo resultante se calcinó en una mufla 1050 °C durante 30 min para producir la transformación de la fase  $\alpha$  a la  $\beta$ . El mineral calcinado fue caracterizado mediante difracción de rayos X (XRD por sus siglas en inglés), espectroscopia de absorción atómica, microscopia de electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y espectroscopia de rayos X dispersiva en energía (EDXS, por sus siglas en inglés). El agente clorante utilizado fue CaCl<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O grado analítico marca Mallinckrodt. El  $\beta$ -espodumeno y el CaCl<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O se mezclaron en proporciones de manera tal de obtener la mezcla  $\beta$ -espodumeno/CaCl<sub>2</sub> 75/25 %p/p. Además, se usó grafito 99,99 %p/p marca Fluka.

### Equipo

Las calcinaciones se llevaron a cabo en una mufla marca ORL calefaccionada por varillas de carburo de silicio. Los ensayos de difracción de rayos X se llevaron a cabo en un difractor Rigaku Ultima IV type II. Se obtuvieron micrografías y microanálisis de las muestras de  $\beta$ -espodumeno y las mezclas calcinadas en un microscopio electrónico Leo 1450VP y un espectrómetro dispersivo en energía (EDS) Génesis 2000, respectivamente. Se determinó el contenido de litio y calcio en las soluciones obtenidas a partir del proceso de cloración en un equipo de absorción atómica Shimadzu modelo AA- 6800.

### Procedimiento

El grafito se colocó en un crisol de porcelana acomodando la muestra en la base y en las paredes del crisol de manera tal de obtener un hueco en forma de cono. En dicho hueco se colocó la mezcla  $\beta$ -espodumeno/ $\text{CaCl}_2$ , seguidamente se tapó con más grafito y finalmente se tapó el crisol. El mismo se llevó a la mufla y se inició el programa de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de trabajo. La muestra se mantuvo a dicha temperatura durante el periodo de reacción deseado. Se realizaron ensayos a temperaturas de 900, 950 y 1050 °C y tiempos de 30 y 120 min. Luego de cumplido el periodo de reacción, la muestra se dejó enfriar. A continuación, se separó la muestra calcinada del grafito raspando cuidadosamente el grafito con una espátula. Esto fue posible ya que la muestra calcinada queda en forma de bloque. Ambos se lavaron con agua destilada a 70 °C bajo agitación durante 30 min. La suspensión obtenida se filtró y la solución filtrada se llevó a un matraz de 250 mL para determinar las concentraciones de Li y Ca por AAS. La muestra retenida en el papel de filtro se secó en una estufa a 70 °C y luego la muestra seca se analizó por DRX, SEM y EDXS.

## RESULTADOS Y DISCUSION

### Caracterización del mineral

La Figura 1 muestra la caracterización del mineral mediante XRD. El difractograma de la muestra obtenida luego de la molienda (Figura 1a) indica que la muestra mineral está compuesta por  $\alpha$ -espodumeno como fase mayoritaria y por cuarzo como fase minoritaria. El difractograma de la muestra mineral calcinada a 1050 °C por 30 min confirma la transformación de fase debido a la presencia de la fase  $\beta$  y la ausencia de la fase  $\alpha$ . La Figura 2 presenta micrografías de la muestra mineral calcinada. Una vista general de la muestra (Figura 2a) indica que está compuesta por partículas con una amplia distribución de tamaños. La Figura 2b presenta una magnificación de la partícula de mayor tamaño observada en la Figura 2a; se puede notar que tiene una forma irregular con un cierto grado de porosidad. La relación atómica Si/Al = 2,5 obtenida mediante el análisis EDXS realizado sobre la partícula donde marca la cruz se aproxima a la relación Si/Al = 2 del  $\beta$ -espodumeno. Además, la Figura 2c exhibe una partícula compacta de forma alargada. Dicha partícula está compuesta por K, Al, Si, O y en forma minoritaria por Ti de acuerdo con el análisis EDXS realizado en la zona marcada con un triángulo. Esta partícula puede tratarse de un mineral de K presente en la muestra como impureza no cristalina ya que no fue detectada por XRD. La muestra mineral calcinada fue sometida a fusión ácida con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y HF para poder realizar medidas de AAS. Los resultados de AAS (Figura 3) revelan que la muestra mineral contiene 7,81 % p/p de  $\text{Li}_2\text{O}$ . Además, se puede notar que están presentes varias impurezas metálicas (Fe, As, Ca, Zn, Na, K, Cu, Cd, Rb, Cs), siendo el Fe la impureza de mayor concentración.

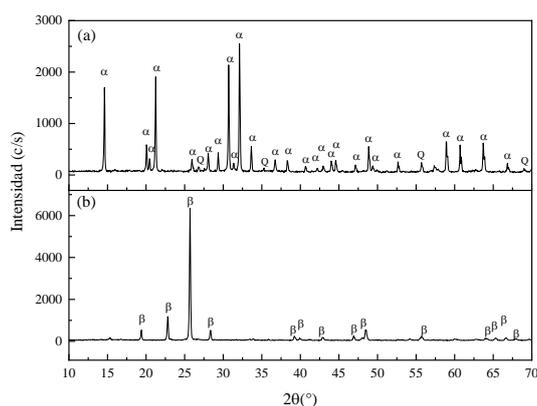


Figura 1. Difractograma de la muestra mineral: (a) sin calcinar y (b) calcinada a 1050 °C por 30 min.

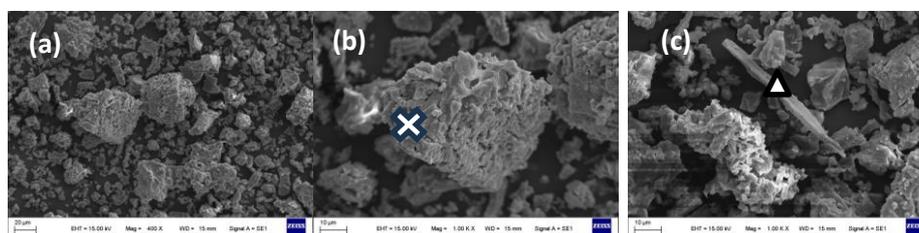


Figura 2. Micrografías de la muestra mineral calcinada a 1050 °C por 30 min.

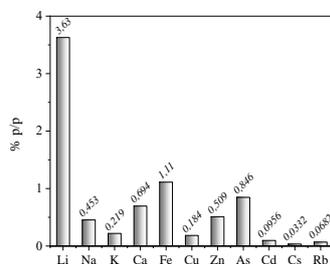


Figura 3. Composición de la muestra mineral.

### Cloración de $\beta$ -espodumeno con $\text{CaCl}_2$ en presencia de grafito

La Figura 4 presenta los difractogramas de la muestra obtenida luego de los procesos de cloración, lavado y secado. El difractograma de la cloración de  $\beta$ -espodumeno a 900 °C durante 2 h indica que la reacción tuvo lugar, ya que la intensidad de los picos de la fase  $\beta$ -espodumeno disminuye marcadamente en comparación con los picos de la muestra de partida. Además, se identifican las fases de anortita ( $\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ) y wollastonita ( $\text{CaSiO}_3$ ) que también son productos de la reacción de cloración ( $2\beta\text{-LiAlSi}_2\text{O}_6 + \text{CaCl}_2 \rightarrow 2\text{LiCl} + 2\text{SiO}_2 + \text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ ) [2]. Las micrografías de esta muestra confirman lo detectado por XRD puesto que se identificaron dos tipos partículas: partículas porosas con morfología irregular (Figura 5a) y con relación Si/Al cercana a 2 según el análisis EDXS y partículas formadas por placas apiladas de forma irregular y composición similar a la fase anortita. De manera similar, el difractograma de la cloración de  $\beta$ -espodumeno a 950 °C durante 2 h muestra una disminución de los picos de  $\beta$ -espodumeno y la presencia de las fases anortita y wollastonita. En este caso, las micrografías

de esta muestra Figura 6 confirman lo detectado por XRD, puesto que se identificaron partículas que tienen zonas de placas aglomeradas cuya composición determinada por EDXS realizado donde indica la cruz (Figura 6a) es similar a la composición de la anortita y zonas de superficie lisa cuya composición analizada por EDXS realizado donde marca el triángulo (Figura 6b) indica una relación Si/Al similar a la de  $\beta$ -espodumeno. Esta última observación puede indicar que el progreso de la fase anortita se lleva a cabo a expensas de la fase de  $\beta$ -espodumeno. Para el caso de la cloración a 1050 °C durante 30 min se identificó una fase de aluminosilicato de litio de composición no estequiométrica ( $\text{Li}_{0.6}\text{Al}_{0.6}\text{Si}_{2.4}\text{O}_6$ ) y anortita. La fase con menor contenido de litio indica que la extracción de litio es significativa. De acuerdo con el análisis SEM, se pudieron identificar partículas que tienen zonas de superficie lisa (Figura 7a) cuyo análisis EDXS realizado donde marca la cruz indica una relación Si/Al mayor que 2 lo que concuerda con la relación Si/Al de la fase  $\text{Li}_{0.6}\text{Al}_{0.6}\text{Si}_{2.4}\text{O}_6$  y partículas con forma de placas de composición similar a la anortita. En la misma muestra también se observan partículas constituidas solamente de placas aglomeradas, lo cual indica un progreso importante de la reacción de cloración.

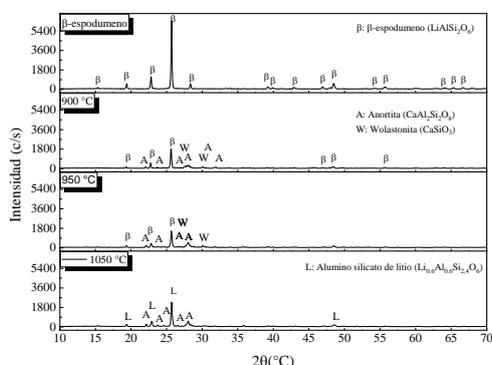


Figura 4. Difractograma de la mezcla  $\beta$ -espodumeno/ $\text{CaCl}_2$  calcinada a distintas temperaturas por 2 h.

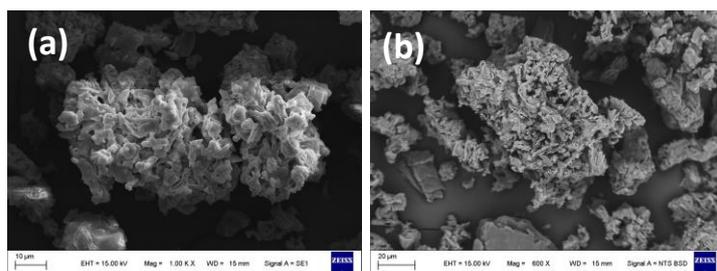


Figura 5. Micrografías de partículas de la muestra calcinada a 900 °C por 2 h.

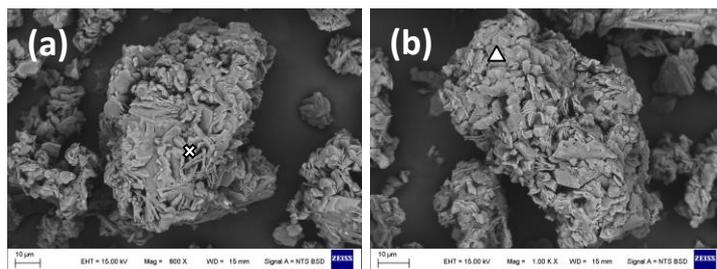


Figura 6. Micrografías de partículas de la muestra calcinada a 950 °C por 2 h.

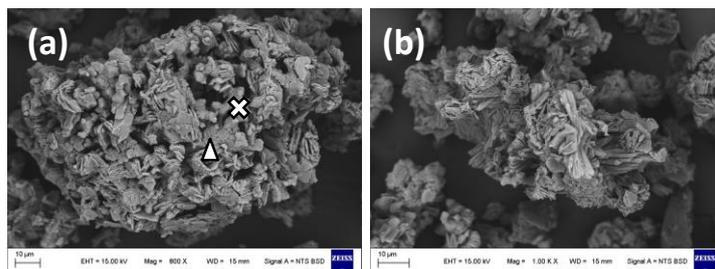


Figura 7. Micrografías de partículas de la muestra calcinada a 1050 °C por 30 min.

Finalmente, para confirmar que la extracción de litio es efectiva se determinó la concentración de Li y Ca en el líquido de filtrado obtenida después de lavar la mezcla reaccionante (Tabla 1). Se puede observar que, al aumentar la temperatura, aumenta la concentración de Li en la solución de filtrado por ende la recuperación de litio como LiCl. También aumenta la concentración de calcio, indicando que quedo remanente CaCl<sub>2</sub> sin reaccionar. Además, se detecta la presencia de Li en la solución de filtrado proveniente del lavado del grafito. Por lo que se confirma que el grafito que rodea la mezcla reaccionante logra capturar el LiCl volátil producido durante la reacción de cloración. De acuerdo con la Tabla 1, también retiene el CaCl<sub>2</sub> volátil sin reaccionar.

Tabla 1. Concentración de Li y Ca en la solución de filtrado (ppm)

Temperatura (°C)	Filtrado del lavado de la mezcla reaccionante calcinada		Filtrado del lavado de grafito	
	Li	Ca	Li (ppm)	Ca
900	1,67	6,09	-	-
950	17,74	32,45	15,27	30,64
1050	132,34	885,45	4,66	16,09

## CONCLUSIONES

La reacción de cloración de  $\beta$ -espodumeno con CaCl<sub>2</sub> es efectiva en atmósfera de aire y la extracción de litio aumenta con la temperatura. Sin embargo, la reacción no es completa ya que queda Li sin reaccionar. El grafito logra capturar el LiCl producido y que tiene una presión de vapor suficiente para se produzca una volatilización parcial. Esto evita pérdidas de producto y daños en los crisoles y en el reactor por incorporación de litio. En futuras investigaciones se debe aumentar el tiempo de reacción a 1050 °C ya que es la temperatura a la que se obtuvo la mayor extracción de Li.

## REFERENCIAS

1. M. G. Aylmore, K. Merigot, W. D.A. Rickard, N. J. Evans, Bradley J. McDonald, Enej Catovic, Peter Spitalny. "Assessment of a spodumene ore by advanced analytical and mass spectrometry techniques to determine its amenability to processing for the extraction of lithium". Minerals Engineering. 119; 137-148. 2018.
2. L. I. Barbosa, J. A. González, M. D. C. Ruiz. "Extraction of lithium from b-spodumene using chlorination roasting with calcium chloride" Thermochimica Acta. 605; 63–67. 2015.