



Caracterización y concentración de óxido de litio por proceso de flotación a partir de mineral del yacimiento Macusani, Puno-Perú

German Quille-Calizaya, Teófilo Donaires-Flores, Oswaldo Luzver Maynas-Condori, Sergio Tito Arohuanca-Mamani, Moisés Pérez Capa, Heber Nehemias Chui-Betancur*

Universidad Nacional del Altiplano de Puno, Av. Floral Nº 1153, Puno, Perú

Keys: Aeromina 3030C, Collectors, Flotation, Lithium oxide, Sodium oleate; **Claves:** Aeromina 3030C, Colectores, Flotación, Óxido de litio, Oleato de sodio.

ABSTRACT

Characterization and concentration of lithium oxide by flotation process from ore from the Macusani deposit, Puno-Peru. The study assessed the feasibility of producing lithium oxide concentrate from volcanic tuffs at the Macusani deposit (Puno, Peru). Lithium occurs in aluminosilicates and potassium silicates associated with uranium, complicating direct extraction. X-ray diffraction revealed silicon oxide (46%), aluminum-sodium silicate (32.11%), aluminum-potassium silicate (18.59%), and a complex lithium-bearing compound (3.30%). The initial grade was 2219 ppm Li, which increased to 3217 ppm (0.68% Li₂O) through reverse flotation, achieving 84.67% recovery. Optimal flotation conditions were pH 3, with sodium oleate (NaOL) and Aeromine 3030C dosages of 40 g/t and 56 g/t, respectively. Nevertheless, the method proved limited in effectively separating gangue.

RESUMEN

El estudio evaluó la obtención de concentrado de óxido de litio a partir de tobas volcánicas del yacimiento Macusani (Puno, Perú). El litio se encuentra en aluminosilicatos y silicatos de potasio asociados con uranio, lo que dificulta su extracción. El análisis por difracción de rayos X mostró óxido de silicio (46%), silicato de aluminio-sodio (32.11%), silicato de aluminio-potasio (18.59%) y un compuesto complejo con litio (3.30%). La ley inicial fue de 2219 ppm de Li, aumentando a 3217 ppm (0.68% Li₂O) mediante flotación inversa, con recuperación del 84.67%. El pH óptimo fue 3, y las dosis adecuadas de NaOL y Aeromina 3030C fueron 40 g/t y 56 g/t, respectivamente. Sin embargo, la técnica mostró baja eficacia en separar la ganga.

Revista Boliviana de Química, 2026, 43, 14-25

ISSN 0250-5460, Rev. Bol. Quim. Paper edition

ISSN 2078-3949, Rev. boliv. quim. e-edition, Jan-Jun

30 junio 2026, <https://doi.org/10.53287/pyii9560fa26r>

© 2026 Universidad Mayor de San Andrés,

Facultad de Ciencias Puras y Naturales,

Carrera Ciencias Químicas, Instituto de Investigaciones Químicas

<https://bolivianchemistryjournaliiq.umsa.bo>

¹Received January 16, 2026, accepted May 22, 2026, published June 30, 2026. *Mail to: hchui@unap.edu.pe

INTRODUCCIÓN

El litio, el metal alcalino más ligero con una densidad de 0.534 g/cm^3 , destaca por sus notables propiedades físicas y químicas, lo que ha impulsado su aplicación en múltiples sectores industriales, incluyendo la fabricación de baterías, la industria nuclear, la medicina, la cerámica, el vidrio, los lubricantes y los combustibles sólidos^{1 2}. En particular, las baterías de iones de litio (LIB) poseen ventajas sobresalientes como su elevada capacidad, alta densidad energética específica y carácter ambientalmente favorable³. Debido al crecimiento acelerado de las tecnologías verdes de almacenamiento de energía, el litio ha sido clasificado recientemente como un «material crítico»^{4 5}. Estas baterías han adquirido gran relevancia en el sector de los vehículos eléctricos (EV), gracias a su eficiencia energética, potencia y prolongada vida útil. Frente a los motores de combustión interna (ICE), los EV se consideran una alternativa capaz de reducir de manera significativa las emisiones de gases de efecto invernadero, convirtiéndose en un elemento clave para mitigar el cambio climático global⁶. Dado que el transporte y la generación de energía son las principales fuentes de emisiones, las baterías de litio desempeñan un papel esencial en la disminución de la huella de carbono⁷.

Por otra parte, el litio exhibe una excelente conductividad térmica y eléctrica derivada de su alta reactividad. No se encuentra en estado libre en la naturaleza, sino en forma de compuestos como las sales de litio, presentes en depósitos minerales, salmueras, arcillas, agua marina y aguas geotérmicas. En el ámbito geográfico, los países sudamericanos — Argentina, Chile y Bolivia— concentran más del 70% de los yacimientos mundiales en la denominada región del «triángulo del litio». En cuanto a producción, Australia lidera con el 43,5% del total mundial, seguida por Chile con el 32,8%. Argentina y China también figuran como actores relevantes en la exportación de este recurso estratégico⁸.

En general, los yacimientos de litio pueden clasificarse en tres categorías, a saber, salmueras (y evaporados relacionados), rocas sedimentarias y pegmatitas, que representan el 66%, el 8% y el 26% de los recursos mundiales de litio, respectivamente⁹. Los minerales de litio suelen estar asociados a minerales de ganga, como el cuarzo y el feldespato, por lo que el contenido de óxido de litio en la mena es bajo. Estos componentes útiles se enriquecen mediante el beneficio para obtener concentrado de litio, que suele incluir separación por gravedad, separación magnética, flotación por espuma y otros procesos^{10 11}. La lepidolita se asocia a menudo con minerales de silicato de ganga como la calcita, la moscovita, el feldespato y el cuarzo. Aunque el comportamiento de flotación de estos minerales de ganga es bien conocido, los estudios destinados a separar la lepidolita de estos minerales de silicato por flotación son escasos. En la flotación de la lepidolita se suelen utilizar colectores catiónicos como el dodecilamina¹². Los minerales de litio que se consideran de valor comercial son la espodumena (6,0-7,5% Li_2O), la petalita (3,5-4,5% Li_2O) y las micas de litio (polilitionita, trilitionita, lepidolita, zinnwaldita, 2,0-7,7% Li_2O). Las micas de litio suelen aparecer como mezclas en las pegmatitas LCT (Litio Cesio Tantalio) y no es posible identificar con certeza especies individuales de micas de litio sobre el terreno. Aunque la estructura cristalina, la composición y el politipismo de las diferentes micas basadas en el litio se han estudiado en detalle¹³.

La flotación por espuma es una técnica de separación fisicoquímica ampliamente utilizada que aprovecha las diferencias en la humectabilidad de las superficies de minerales/partículas para separar selectivamente materiales hidrofóbicos de hidrofílicos. El proceso implica el tratamiento químico de una pulpa para crear condiciones favorables para la unión de partículas a las burbujas de aire. Las partículas hidrofóbicas se adhieren a las burbujas de aire y flotan hacia la superficie, formando una capa de espuma que se puede separar, mientras que las partículas hidrofílicas permanecen suspendidas en la fase acuosa¹⁴. Para la flotación de la lepidolita se suelen utilizar colectores catiónicos, entre los cuales la dodecilamina (DA) es el más utilizado¹⁵. En los últimos años, se está prestando atención a la selectividad superior de los colectores mixtos aniónicos/catiónicos, debido a las fuertes interacciones electrostáticas entre cargas opuestas que provocan un mejor rendimiento de flotación que el tensioactivo único¹⁶. En las pruebas de flotación investigada se demostró que la aplicación de un colector mixto como oleato de sodio (NaOL) y cloruro de dodecilamonio (DTAC) exhibía un excelente rendimiento de flotación en comparación con colectores individuales, no solo en la separación por flotación sino también en la reducción de la dosis de reactivos¹⁷. Los colectores aniónicos, como el ácido oleico y el oleato de sodio, son los principales colectores utilizados en la práctica industrial de la flotación de espodumena. Para mejorar la tasa de recuperación del óxido de litio, se agregaron iones metálicos multivalentes como Pb^{2+} y Mg^{2+} , la mayoría de los cuales promueven la adsorción de los colectores¹⁸. El objetivo de la presente investigación es caracterizar y concentrar de óxido de litio por proceso de flotación inversa a partir de mineral en roca proveniente del Yacimiento



Falchani Macusani-Puno. En este trabajo, se utilizaron dos colectores mixtos NaOL/AERO 3030C para la flotación de mineral de litio.

EXPERIMENTAL

Zona de estudio

Las muestras de mineral de litio fueron extraídas del Yacimiento Falchani, ubicada al noreste del Centro poblado de la comunidad Chacaconiza, en el distrito de Macusani, Provincia de Carabaya, Región de Puno-Perú, en la cordillera de los Andes, caracterizada por su formación montañosa. Este Yacimiento se ubica a una altitud de 4764 metros sobre el nivel del mar y tiene coordenadas geográficas UTM (WGS 84) de Este: 318368, Norte: 8451673, Zona: 19L. Para las pruebas de flotación se utilizaron los colectores oleato de sodio (NaOL, 98.0%) y colector catiónico Aeromina 3030C (Aero 3030C, 98.0%) y para el ajuste de pH se utilizaron H_2SO_4 y hidróxido de sodio (NaOH), los mismos que fueron comprados de la Empresa Merck Peruana S. A. Para los experimentos se utilizó agua desionizada con una resistividad de 18.25 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$.

Preparación de muestras de mineral

El mineral se trituró en una chancadora de mandíbulas (single toggle 5" $\times$ 6", 4 kW, 325-375 rpm, Denver) hasta un tamaño de partícula de $\frac{1}{2}$ y $\frac{3}{4}$ pulgadas. A continuación, el material se colocó en un pulverizador de anillos para producir material fino con un tamaño de partícula adecuado. Posteriormente, las muestras fueron separadas para el análisis químico, análisis mineralógico y para flotación. La fracción de mineral obtenida en el rango de tamaño de partícula de $-150\mu\text{m}+105\mu\text{m}$ se utilizó en los experimentos de flotación. Para este estudio se utilizaron colectores mixtos de oleato de sodio (NaOL) y Aeromina 3030C. El pH se ajustó con ácido sulfúrico (H_2SO_4) e hidróxido de sodio (NaOH). Todos los reactivos químicos utilizados en este estudio fueron de grado analítico.

Análisis multielementos de mineral de litio por espectroscopía de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente y espectrometría de masa

La composición elemental del mineral de litio se determinó utilizando métodos de espectroscopía de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) y espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS). El mineral problema, fue disuelto con mezcla multiácida (HF , HNO_3 , HCl , HClO_4) en digestor de microonda. El propósito de la digestión fue descomponer la matriz de la muestra y solubilizar los analitos de interés para la nebulización en el instrumento ICP. Inicialmente se utilizó un programa de microondas a temperatura escalonado de 100 y 190 °C durante 10 minutos cada uno. Posteriormente se ajustó a 200 °C (600 psi) durante 20 min, con ajustes en los tiempos de rampa y temperaturas de mantenimiento de acuerdo con las capacidades de microondas, para mejorar la consistencia de la digestión. Los digestatos se descargaron después de que las temperaturas internas disminuyeron a menos de 50°C, se diluyeron a 30 ml con agua y se almacenaron a temperatura ambiente hasta el momento del análisis. Cada lote de digestión contenía un reactivo en blanco para permitir la corrección de fondo. Se midieron las soluciones en blanco de calibración (ácido nítrico al 2% v/v) y el estándar de control de calidad (es decir, un estándar de calibración de concentración media) cada 20 y 15 muestras. Los elementos presentes en concentraciones relativamente altas, incluyendo Ca, K, Mg, Mn y P, fueron convenientemente analizados por ICP-OES. El análisis ICP-MS es generalmente más susceptible a interferencias que ICP-OES. Elementos presentes en las muestras en concentraciones más baja que el límite de detección de ICP-OES, es decir, Co, Cr, Mo y Ni, solo se midieron mediante ICP-MS. Durante los análisis ICP-OES e ICP-MS, los efectos de la matriz sobre la toma de muestra y la nebulización se controlaron mediante estandarización interna con itrio (ICP-OES) y rodio (ICP-MS). Las mediciones se procesaron automáticamente mediante el programa del instrumento. El contenido de Co, Cr, Cu, Mo y Se de la mayoría de las muestras estuvo por debajo del límite de detección del análisis ICP-OES; mientras que las concentraciones muy altas de algunos elementos, especialmente K, causaron la saturación de la señal en ICP-MS y exigieron el análisis, previa dilución de la solución. Los analitos se detectaron en la longitud de onda que maximiza la intensidad de la señal y minimizaba las superposiciones espectrales. Las concentraciones de Zn fueron determinadas por ICP-OES como por ICP-MS, por lo que la primera era preferible debido al menor costo de operación. La cuantificación ICP-OES de Fe logró un límite de detección más bajo, mayor precisión y mayor repetibilidad que ICP-MS. Elementos presentes en las muestras en concentraciones más bajas que el límite de detección del análisis ICP-OES, solo se midieron mediante ICP-MS. Se esperaba que Cu, Fe y Zn se cuantificaran adecuadamente en el extremo inferior del rango de calibración ICP-OES, o en el extremo superior del rango ICP-MS. De hecho, el contenido de Cu de algunas muestras se acercó al límite de

cuantificación de ICP-OES, lo que hace más confiable para cuantificar en ICP-MS. El análisis por ICP-MS es generalmente más susceptible a interferencias que el método ICP – OES.

Análisis de mineral de litio por difracción de rayos X

Las muestras de polvo finamente molido se cargaron en capilares de poliamida (Kapton) ¹⁹ con un diámetro interno de 0,5 mm y una longitud de aproximadamente 2,2 cm. Estos capilares se sellaron en ambos extremos con adhesivo de cianoacrilato de etilo. En el análisis mediante difracción de rayos X en polvo (XRD) en la estación BXDS (04ID-2) en el CLS, la muestra se cargó directamente en un portamuestras múltiples. En este caso, el capilar se mueve rápidamente hacia adelante y hacia atrás durante aproximadamente 60 segundos frente a un haz de 35.45 keV ($\lambda = 0.3497 \text{ \AA}$) con un flujo de aproximadamente 1.5×10^{11} fotones/segundo. El detector de área Perkin Elmer de BXDS se posicionó a aproximadamente 570 mm de la muestra, y se recolectaron 64 escaneos de un segundo cada uno, obteniendo un rango de 2θ de 1.5-26.5°. Todas las demás referencias se analizaron en la línea de luz CMCF-BM (08B1-1), donde los capilares se cargaron en tubos magnéticos Unipuck, se colocaron en un casete SSRL, se montaron mediante un brazo robótico en el goniómetro utilizando el sistema de montaje automatizado de Stanford y se rotaron durante la exposición de 30 a 60 segundos al haz de 18 keV ($\lambda = 0,6888 \text{ \AA}$) a temperatura ambiente. Los datos resultantes oscilaron entre 2 y 40° 2θ . El detector de rayos X CMCF Pilatus3 S 6M estaba a una distancia de 350 mm y se utilizó una apertura de 200 μm para recolectar hasta seis escaneos de 30 segundos. El flujo en CMCF también fue de aproximadamente $1,5 \times 10^{11}$ fotones/segundo.

Las imágenes concéntricas 2D resultantes se procesaron utilizando el programa GSAS-II⁴, donde primero se calibraron los parámetros del instrumento, incluida la distancia exacta del detector, utilizando un calibrante de LaB6 o Ni(0). Después de la calibración, los archivos de las muestras se importaron a GSAS-II y se restó una imagen de un capilar vacío expuesto al haz durante el mismo tiempo que la muestra asociada. Las imágenes se sumaron con un peso igual y los escaneos se integraron para convertir la imagen bidimensional en un escaneo lineal. Los datos se guardaron como archivos XYE de Topas en polvo y se convirtieron manualmente a archivos asc. Los datos graficados se normalizaron de 0 a 1. A continuación, se presenta el difractograma obtenido al analizar el montaje en polvo. En estos, se observa la abscisa “Counts” que corresponde a las intensidades de cada pico difractado, y la ordenada que muestra el ángulo 2θ de acuerdo a la ley de Bragg.

Como el contenido en Li no era detectable mediante XRF e ICP-MS, se desarrollaron correlaciones y factores de corrección para un análisis preciso. El grado en Li se expresó como Li_2O debido a la gran variabilidad del contenido de litio en la lepidolita.



Figura 1. Mineral de litio Macusani Puno

Flotación de mineral de litio

Las pruebas de flotación del mineral de litio se realizaron con un equipo de flotación de laboratorio (DENVER) la celda tiene una capacidad de 1L, el equipo está provisto con un impulsor de aire para inyectar aire en la pulpa y un agitador mecánico para la agitación de la pulpa. En cada prueba se utilizaron 500 g de muestra con una fracción de tamaño de -150 μm +105 μm . Se añadieron 500 mL de agua desionizada a la celda de flotación, luego se agitó la pulpa a una velocidad de rotación de 1300 ppm durante 3 min para obtener una pulpa uniformemente mezclada. En la etapa de

acondicionamiento la densidad de la pulpa se fijó a 50% de sólidos, la pulpa fue agitada por un tiempo de 5 minutos. Se utilizaron soluciones de H_2SO_4 (10%) y NaOH (5%) para ajustar el pH. Se ajustó la pulpa a pH 3 con solución de ácido sulfúrico al 10%, luego se añadieron los colectores de flotación oleato de sodio y Aeromina 3030C utilizando una micropipeta, registrando la cantidad exacta del colector agregado a la pulpa. Después de añadir los colectores inmediatamente se agitó durante 4 min. Para las pruebas de flotación, la densidad de la pulpa se fijó en 25% en peso sólido lo que se considera un valor adecuado, luego se inyectó aire a la celda de flotación para inducir la formación de burbujas a un flujo de 1.4 L/min durante 10 min. Las pruebas de flotación por espuma de la lepidolita se realizaron a temperaturas de 15°C. Se observó visualmente el mineral flotado en forma de burbujas. Previamente el pH metro fue calibrado utilizando soluciones Buffer 4, 7 y 10, y el valor de pH 3 de la pulpa se mantuvo constante durante el proceso de flotación. Las espumas se recolectaron en diferentes bandejas a diferentes tiempos de flotación para obtener el producto de flotación de litio y los datos requeridos para el tratamiento estadístico. En la prueba de separación por flotación inversa las espumas cargadas de la ganga subieron a la superficie de la pulpa y se separaron mediante una paleta. Las recuperaciones de las muestras se calcularon utilizando los pesos secos de los productos flotados y no flotados. Los concentrados fueron posteriormente filtrados (filtro prensa) y secados en una estufa durante 24 horas a 80°C, los concentrados se enviaron al laboratorio para determinar el contenido de litio, los mismos que fueron determinados por espectroscopía de emisión atómica acoplado inductivamente ICP-OES.



Figura 2. Flotación de mineral de litio

RESULTADOS

Composición química de mineral de litio

La Tabla 1, presenta los resultados de análisis de mineral de litio por espectroscopía de emisión atómica acoplado inductivamente (ICP). Se determinaron 49 elementos, dentro de este grupo se cuantificó el contenido de litio cuya concentración es 2219 ppm (0.47% Li_2O) este valor es bajísimo en comparación de otros minerales como las micas de litio (polilitionita, trilitionita, lepidolita, zinwaldita) contienen 2.0-7.7% Li_2O ¹³.

Composición mineralógica del mineral de litio

La Tabla 2, muestra que la composición de cuarzo es 46.0% y lepidolita 3.30%, el contenido de cuarzo es comparable con otros minerales en roca, sin embargo el contenido de lepidolite es muy bajo (3.30%), según estudios mineralógicos realizados por microscopías óptica y electrónica indicaron que el mineral de pegmatita rico en mica portadora de litio del depósito Gonçalo que contiene el 10% de lepidolita, 40% de cuarzo, 30% de moscovita, 10% de feldespato potásico y 10% de albita⁵. La mineralización de litio de la zona de Macusani se encuentra emplazada en las secuencias volcánicas neógenas (miembros Sapanuta y Chacacuniza de la Formación Quenamari y Formación Picotani), en las secuencias volcánicas sedimentarias pérmicas en las estructuras de secuencias metamórficas paleozoicas cámblicas a devonianas en rocas intrusivas jurásicas y paleógenas, conteniendo micas de hasta 3070 ppm de litio (0.66% Li_2O) en lepidolita y otras especies de mineral.

Tabla 1. Resultados de análisis multi-elemental de mineral de litio por espectroscopía de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente y espectroscopía de masa.

Elemento	Unidad	Concentración
Ag	ppm	0.4
As	ppm	27.6
Bi	ppm	0.79
Cd	ppm	0.24
Ce	ppm	5.9
Co	ppm	0.72
Cs	ppm	284
Ga	ppm	27.85
Al	%	7.23
Ba	ppm	48.0
Be	ppm	61.6
Ca	%	0.13
Cr	ppm	196.0
Cu	ppm	37.5
Fe	%	0.62
K	%	3.18
Mg	%	0.02
Mn	ppm	493.0
Na	%	1.93
P	%	0.21
Sc	ppm	1.8
Sr	ppm	19.3
Ti	%	0.03
V	ppm	3.0
Zn	ppm	91.9
Zr	ppm	32.10
Ge	ppm	1.7
Hf	ppm	1.56
In	ppm	0.10
La	ppm	2.8
Li	ppm	2219.0
Mo	ppm	0.80
Nb	ppm	35.9
Ni	ppm	7.9
Pb	ppm	26.8
Re	ppm	0.008
Rb	ppm	1109.0
Sb	ppm	3.74
Se	ppm	0.2
Sn	ppm	82.3
Ta	ppm	28.6
Tb	ppm	0.10
Te	ppm	0.34
Th	ppm	2.73
Tl	ppm	10.11
U	ppm	9.92
W	ppm	63.2
Y	ppm	2.7
Yb	ppm	0.3

Tabla 2. Resultados de análisis mineralógico de mineral de litio por difracción de rayos X

Nombre del componente identificado	Fórmula	Unidad	Resultado
Óxido de silicio	SiO ₂	%	46.00
Silicato de aluminio y sodio	Na(AlSi ₃ O ₈)	%	32.11
Silicato de aluminio y potasio	K _{0.95} (AlSi ₃ O ₈)	%	18.59
Litio Potasio Manganese Aluminio Hierro Silicio Óxido Fluoruro Hidróxido	KLi _{0.2} Mn _{0.04} Fe _{0.88} Al _{2.02} Si _{3.18} O ₁₀ (OH) _{1.54} F _{0.46}	%	3.30

Difractograma de la muestra de mineral de litio

La figura 3, muestra la composición mineralógica de mineral de litio que contienen los compuestos de óxido de silicio (46.0%), silicato de aluminio y sodio (32.11%), silicato de aluminio y potasio (18.59%) y litio potasio manganese aluminio hierro silicio óxido fluoruro hidróxido (3.30%).

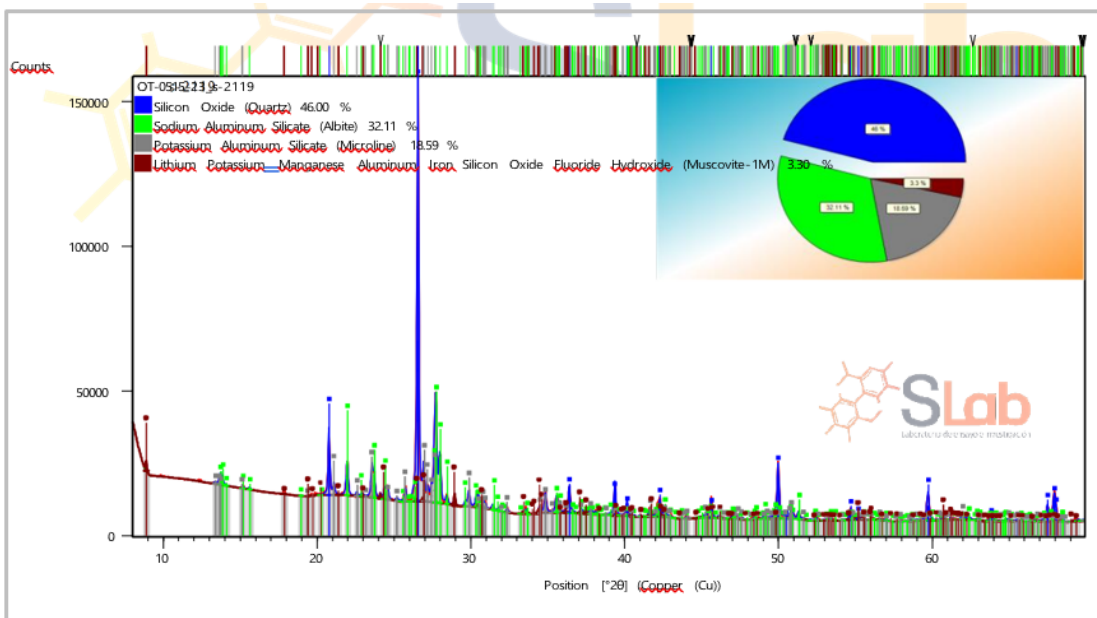


Figura 3. Difractograma de Rx de la muestra de mineral de litio

Flotación inversa de mineral de litio con oleato de sodio y Aeromina 3030C

Tabla 3. Factores estudiados y niveles respectivos diseño factorial de flotación.

Factores	Niveles			Unidad
	Bajo	Central	Alto	
pH (X_1)	2	2.5	3	Escala
(NaOL+Aero3030C)(X_2)	(20+28)=48	(30+42)=72	(40+56)=96	g/ton
Tiempo (X_3)	6	8	10	min

Tabla 4. Matriz de diseño experimental y resultados de concentración de óxido de litio

Nº	X1	X2	X3	pH	NaOL/3030C	Tiempo (min)	%Li ₂ O
1	-	-	-	2	48	6	0.5329
2	+	-	-	3	48	6	0.5546
3	-	+	-	2	96	6	0.6034
4	+	+	-	3	96	6	0.6234
5	-	-	+	2	48	10	0.6034
6	+	-	+	3	48	10	0.6410
7	-	+	+	2	96	10	0.6312
8	+	+	+	3	96	10	0.6867
9	0	0	0	2.5	72	8	0.6246
10	0	0	0	2.5	72	8	0.6256
11	0	0	0	2.5	72	8	0.6267
12	0	0	0	2.5	72	8	0.6223

Tabla 5. Análisis de varianza para concentración de óxido de litio

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:pH	0.00227138	1	0.00227138	16.78	0.0094
B:NaOL/3030C	0.00566048	1	0.00566048	41.82	0.0013
C:Tiempo	0.007688	1	0.007688	56.81	0.0007
AB	0.0000328	1	0.00003280	0.24	0.6433
AC	0.0003302	1	0.00033024	2.44	0.1790
BC	0.0005412	1	0.00054120	4.00	0.1020
Error total	0.0006766	5	0.00013533		
Total (corr.)	0.0172008	11			

La tabla 5 ANOVA muestra que 3 efectos tienen un valor-P menor que 0.05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95.0%. El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 96.0659% de la variabilidad en concentración de óxido de litio. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 91.345%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 0.0116335. El error medio absoluto (MAE) de 0.00676667 es el valor promedio de los residuos. Los factores pH, concentración de colectores y tiempo de flotación son significativos con nivel de significancia de 99.06%, 99.87% y 99.93% respectivamente.

Tabla 6. Coeficiente de regresión para concentración de óxido de litio

Coeficiente	Estimado
constante	0.386775
A:pH	-0.02985
B:NaOL/3030C	0.004937
C:Tiempo	0.011775
AB	0.000405
AC	0.006425
BC	-0.000411

La ecuación del modelo ajustado es: Concentración de óxido de litio = $0.386775 - 0.02985 \cdot \text{pH} + 0.0049375 \cdot \text{NaOL/3030C} + 0.011775 \cdot \text{Tiempo} + 0.000405 \cdot \text{pH} \cdot \text{NaOL/3030C} + 0.006425 \cdot \text{pH} \cdot \text{Tiempo} - 0.00041125 \cdot \text{NaOL/3030C} \cdot \text{Tiempo}$.

La ecuación del modelo relaciona la concentración de óxido de litio en función de pH, concentración de colectores y tiempo de flotación. Este modelo matemático lineal permite optimizar las variables del proceso de flotación de mineral de litio.

Optimización de concentración de óxido de litio

Valor óptimo de concentración = 0.68% Li_2O

Tabla 7. Optimización de factores

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
pH (escala)	2.0	3.0	3.0
NaOL/3030C (g/t)	48.0	96.0	96.0
Tiempo (min)	6.0	10.0	10.0

La tabla 7 muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza concentración de óxido de litio sobre la región indicada. Los valores óptimos son: pH 3, concentración de colectores NaOL/3030C 96g/t y tiempo de flotación 10 min, bajo estas condiciones la concentración de óxido de litio alcanza 0.68% de Li_2O , y una recuperación de 84.67% de Li_2O .

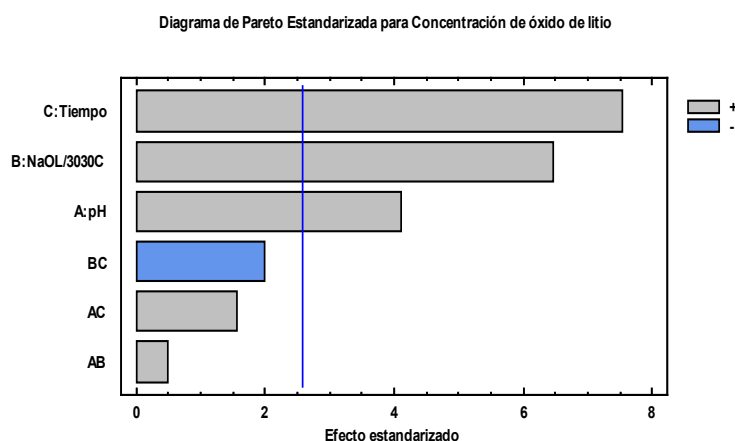


Figura 4. Diagrama de pareto

La figura 4 muestra el diagrama de Pareto estandarizado el cual permite identificar los factores que tienen mayor significancia con respecto a la concentración de óxido de litio. El tiempo de lixiviación, concentración de colectores y pH son significativos. Las interacciones BC, AC y AB no son significativos. La línea vertical azul indica el umbral de significancia estadística. Los efectos que sobrepasan esta línea son estadísticamente significativos.

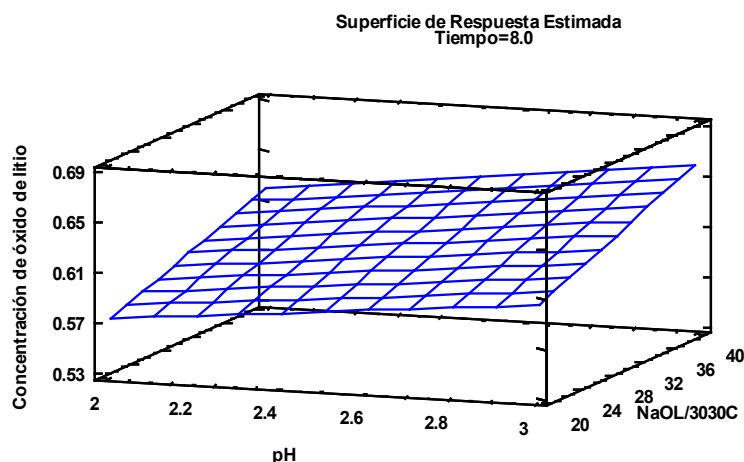


Figura 5. Superficie de respuesta

La figura 5, presenta el gráfico de superficie de respuesta, el cual muestra la estimación para los factores de pH, concentración de colectores y tiempo de flotación. Además, se observa que el porcentaje de concentrado de óxido de litio en el mineral alcanza aproximadamente el 0.68 % de Li_2O .

Gráfica de Efectos Principales para Concentración de óxido de litio

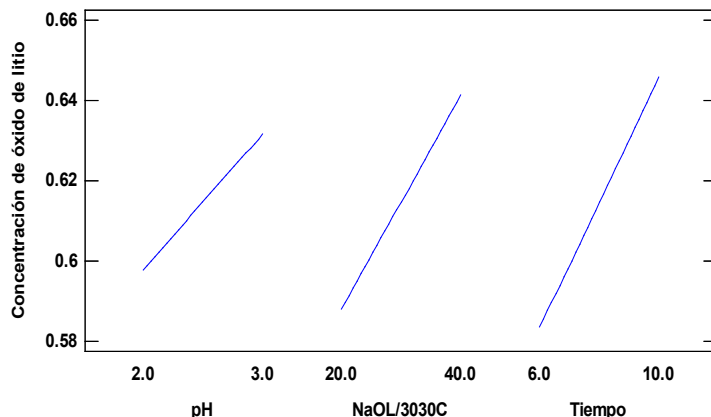


Figura 6. Efectos principales de concentración de óxido de litio

La figura 6, muestra efectos principales para la concentración de óxido de litio. Las gráficas de concentración de óxido de litio en función de pH, NaOL/3030C y Tiempo, las líneas tienen pendiente positivo, indica que son directamente proporcionales, es decir cuando incrementa las variables del proceso también incrementa la concentración de óxido de litio.

DISCUSIÓN

Se determinaron 49 elementos, dentro de este grupo se cuantificó el contenido de litio cuya concentración es 2219 ppm (0.47% Li_2O) este valor es bajísimo en comparación de otros minerales como las micas de litio (polilitionita, trilitionita, lepidolita, zinwaldita) contienen 2.0-7.7% Li_2O ¹³. En mineral de lepidolita el contenido de litio puede variar significativamente desde 1.39 % (3.0 % de Li_2O) hasta 3.58 % de Li (7.7 % de Li_2O)¹². Estos minerales de litio en rocas son de 2,5 a 10 veces mayores en comparación a los minerales de Macusani Puno. El mineral de Macusani, además, contiene uranio con una concentración de 9.92 ppm de U. Mediante la técnica de ICP también se determinaron la presencia de Rubidio (1109 ppm) y Cesio (284 ppm) que son elementos de valor económico. En una eventual explotación de litio se obtendría como subproducto Rb y Cs. Otros componentes como impurezas en mayor concentración se encuentran los elementos Al (7.23%), As (27.6 ppm), Na(1.93%), K(3.18%), Mg(0.02%), Mn(493ppm), W(63.2ppm), Sn(82.3ppm), Tl(10.11ppm) y Zn(91.9ppm). Estos elementos también pueden ser aprovechados como subproducto por tener alto contenido y valor económico.

Los valores óptimos son: pH 3, concentración de colectores NaOL/3030C 96g/t y tiempo de flotación 10 min, bajo estas condiciones la concentración de óxido de litio alcanza 0.68% de Li_2O , y una recuperación de 84.67% de Li_2O . Esta concentración es menor en comparación con otras investigaciones realizadas con minerales de lepidolita por⁵ cuyos resultados indican que durante la prueba de flotación, después de 300 segundos, se recuperó el 77.1 % de Li, alcanzando una concentración del 4% de Li_2O con una ley de alimentación del 1.80 % de Li_2O . La ley máxima obtenida fue del 4.5 % de Li_2O . En nuestro proceso de flotación sólo recuperó hasta 0.68% Li_2O , debido que la ley de mineral de litio del Yacimiento Macusani Puno es de muy baja concentración (0.47% Li_2O). Otros estudios realizados con el colector Aeromine 3000C, se llevó a cabo un diseño de experimentos (DOE) para optimizar la recuperación de lepidolita. En la prueba óptima (es decir, tiempo de flotación de 12 minutos, dosificación del colector de 478 g/t y pH de 2), se lograron una concentración de 4,2% de Li_2O y una recuperación de 92,50 % de Li_2O ¹⁰.

CONCLUSIÓN



Se caracterizó el mineral de litio por difracción de rayos X, cuya composición mineralógica está conformado por óxido de silicio (46.0%), silicato de aluminio y sodio (32.11%), silicato de aluminio y potasio (18.59%) y litio potasio manganeso aluminio hierro silicio óxido fluoruro hidróxido (3.30%). En análisis granulométrico se determinó que el 80% de partículas pasante son en la malla ASTM -150µm+ 105µm y este resultado es adecuado para flotación de mineral de litio. Mediante el proceso de flotación inversa por espuma utilizando colectores mixtos NaOL/Aeromina 3030C, el mineral de litio fue concentrado de 2219 ppm de Li (0.47% Li₂O) a 3217 ppm de Li (0.68% Li₂O), y la recuperación de Li₂O alcanzó el 84.67 %. No se logra altas concentraciones de Li₂O debido que el mineral es de baja ley y composición mineralógica variada.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad Nacional del Altiplano de Puno por el financiamiento de proyectos de investigación por medio de FEDU.

REFERENCIAS

- ¹ Z. Xue, Y. Feng, H. Li, J. Ju, X. Du, A stepwise approach to enhancing flotation of low-grade zinnwaldite through the cationic/DL-2-octanol/anionic reagent combinations: Behavior and mechanism analysis, *Int. J. Min. Sci. Technol.*, 2024, **34**, 881, <https://doi.org/10.1016/j.ijmst.2024.04.004>
- ² R. Xie, Z. Zhao, X. Tong, X. Xie, Q. Song, P. Fan, Review of the research on the development and utilization of clay-type lithium resources, *Particuology*, 2024, **87**, 46, <https://doi.org/10.1016/j.partic.2023.07.009>.
- ³ R. Xu, Y. Liu, N. Sun, J. Kang, W. Sun, H. Tang, L. Wang, The activation role of Mg²⁺ in the lepidolite flotation using NaOL, *Sep. Purif. Technol.*, 2024, **351**, 128035. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.128035>.
- ⁴ Y. Tang, Q. Zhang, W. Yang, Y. Miao, Q. Feng, A novel combined collector with superior selectivity for flotation separation of lepidolite from feldspar: Experimental insight and MD simulation, *Sep. Purif. Technol.*, 2024, **347**, 127627. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2024.127627>.
- ⁵ L. O. Filippov, I. V. Filippova, G. Crumiere, R. Sousa, M. Machado Leite, A. Botelho de Sousa, C. Korbel, S. K. Tripathy, Separation of lepidolite from hard-rock pegmatite ore via dry processing and flotation, *Miner. Eng.*, 2022, **187**, 107768, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107768>.
- ⁶ H. Sahivirta, B. P. Wilson, M. Lundström, R. Serna-Guerrero, A study on recovery strategies of graphite from mixed lithium-ion battery chemistries using froth flotation, *Waste Manag.*, 2024, **180**, 96, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2024.03.032>.
- ⁷ V. Balaran, M. Santosh, M. Satyanarayanan, N. Srinivas, H. Gupta, Lithium: A review of applications, occurrence, exploration, extraction, recycling, analysis, and environmental impact, *Geosci. Front.*, 2024, **15**, 101868, <https://doi.org/10.1016/j.gsf.2024.101868>.
- ⁸ M. Kaya, State-of-the-art lithium-ion battery recycling technologies, *Circ. Econ.*, 2022, **1**, 100015, <https://doi.org/10.1016/j.ccc.2022.100015>.
- ⁹ H. Li, J. Eksteen, G. Kuang, Recovery of lithium from mineral resources: State-of-the-art and perspectives – A review, *Hydrometallurgy*, 2019, **189**, 105129, <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2019.105129>.
- ¹⁰ C. Korbel, I. V. Filippova, y L. O. Filippov, Froth flotation of lithium micas – A review, *Miner. Eng.*, 2023, **192**, 107986, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107986>.
- ¹¹ T. ming Gao, N. Fan, W. Chen, T. Dai, Lithium extraction from hard rock lithium ores (spodumene, lepidolite, zinnwaldite, petalite): Technology, resources, environment and cost, *China Geol.*, 2023, **6**, 137, DOI: 10.31035/cg2022088.
- ¹² B. Tadesse, F. Makuei, B. Albijanic, L. Dyer, The beneficiation of lithium minerals from hard rock ores: A review, *Miner. Eng.*, 2019, **131**, 170. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11.023>.
- ¹³ M. G. Aylmore, K. Merigot, Z. Quadir, W. D.A. Rickard, N. J. Evans, B. J. McDonald, E. Catovic, P. Spitalny, Applications of advanced analytical and mass spectrometry techniques to the characterisation of micaceous lithium-bearing ores, *Miner. Eng.*, 2018, **116**, 182, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2017.08.004>.
- ¹⁴ S. Nazari, A. B. Vakylabad, K. Asgari, J. Li, H. Khoshdast, Y. He, A. Hassanzadeh, Bubbles to batteries: A review of froth flotation for sustainably recycling spent lithium-ion batteries, 2024, *J. Energy Storage*, 110702, <https://doi.org/10.1016/j.est.2024.110702>.



- ¹⁵ Z. Huang, S. Shuai, H. Wang, R. Liu, S. Zhang, C. Cheng, Y. Hu, X. Yu, G. He, W. Fu., Froth flotation separation of lepidolite ore using a new Gemini surfactant as the flotation collector, *Sep. Purif. Technol.*, 2022, **282**, 119122, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2021.119122>.
- ¹⁶ H. Li, Y. Feng, H. Li, Z. Liu, Microbial pretreatment of microfine-grained low-grade zinnwaldite tailings for enhanced flotation to recover lithium and rubidium resources, *Miner. Eng.*, 2022, **181**, 107503, <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107503>.
- ¹⁷ J. Tian, L. Xu, H. Wu, S. Fang, W. Deng, T. Peng, W. Sun, Y. Hu, A novel approach for flotation recovery of spodumene, mica and feldspar from a lithium pegmatite ore, *J. Clean. Prod.*, 2018, **174**, 625, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.331>.
- ¹⁸ Z. Bian, H. Zhang, J. Ye, Z. Ning, Flotation behavior of oleate and dodecylamine as mixed collector for recovery of lithium and rubidium from low-grade spodumene tailings: Experiment, characterization and DFT calculation, *Appl. Surf. Sci.*, 2023, **638**, 158117, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2023.158117>.
- ¹⁹ V. A. Schoepfer, H. E. Jamieson, M. B. J. Lindsay, Arsenic mineral and compound data as analyzed by X-ray absorption spectroscopy and X-ray diffraction, *Data Brief*, 2024, **55**, 110634, <https://doi.org/10.1016/j.dib.2024.110634>.