

**SEPARACIÓN DE CARBONO NO QUEMADO EN CENIZAS VOLANTES USANDO
FLOTACIÓN EN COLUMNA CON BIAS NEGATIVO**

SANTIAGO CHARRIA LÓPEZ

CLAUDIA PATRICIA LUGO MAYOR

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI - COLOMBIA
2015**

**SEPARACIÓN DE CARBONO NO QUEMADO EN CENIZAS VOLANTES USANDO
FLOTACIÓN EN COLUMNA CON BIAS NEGATIVO**

Autores

SANTIAGO CHARRIA LÓPEZ

CLAUDIA PATRICIA LUGO MAYOR

Director

JUAN MANUEL BARRAZA BURGOS

Ingeniero Químico, M.Sc., Ph.D

Codirector

JUAN SEBASTIÁN GUERRERO PÉREZ

Ingeniero Químico, M.Sc.

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de Ingeniero Químico

**UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI - COLOMBIA
2015**

RESUMEN

La cantidad de carbono no quemado presente en las cenizas volantes es la principal limitante que tiene este material para aprovecharse como aditivo en la industria cementera. Es fundamental retirar la mayor cantidad posible de material orgánico de las cenizas volantes con el objetivo de aumentar sus propiedades puzolánicas (sílice-alúmina), y hacer de estas cenizas, que representan una problemática ambiental, una sustancia atractiva en la elaboración de cementos y concretos.

En esta investigación se evaluó el grado de separación de carbono no quemado en las cenizas volantes de un proceso de combustión utilizando flotación en columna con *bias* negativo. Las cenizas volantes, provenientes de una termoeléctrica de Cundinamarca, presentaron un porcentaje de carbono no quemado de 10.0% p/p, y fueron procesadas por flotación con queroseno como colector, aerofroth 65 como espumante y con aire como medio de separación.

Se determinó el potencial de limpieza para concentraciones de sólidos de 5%, 10% y 15% mediante análisis “*release*”, siendo más eficiente a la concentración de 10% de sólidos arrojando como resultado. Los mejores resultados se lograron con 2000 g/ton de queroseno y 1200 g/ton de aerofroth 65, valores de colector y espumante, que representaron el punto central de las pruebas en la columna de flotación.

Los mejores resultados en las pruebas de flotación en columna con *bias* negativo se encontraron usando 2000 g/ton de queroseno, 1200 g/ton de aerofroth 65 y 1 cm/s de velocidad de aire, valores en los que se obtuvo el menor porcentaje de inquemados en los fondos (3.2 % p/p), reducción de inquemados de 65 %, recuperación mineral de 70.3 % y un rendimiento másico de 64 % p/p. Con los datos obtenidos se realizó un modelo estadístico de segundo orden para la reducción de carbono no quemado en función de cantidad de colector, cantidad de espumante y velocidad de aire. El coeficiente de correlación de dicho modelo fue de 0.86.

TABLA DE CONTENIDO.

INTRODUCCIÓN.....	1
1. MARCO TEÓRICO.....	3
1.1. Cenizas volantes.	3
1.2. Carbono no quemado.	5
1.3. Beneficio de ceniza volante.	5
1.4. Flotación.	5
1.4.1. Flotación en celda.	7
1.4.2. Flotación en columna.....	7
1.5. <i>Bias</i>	9
1.6. Reactivos de flotación.....	10
1.6.1. Colectores.....	11
1.6.2. Espumantes.....	11
1.6.3. Otros reactivos de flotación.	12
1.7. Análisis “Release”	12
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	14
2.1. Equipos.	14
2.1.1. Celda de flotación.....	14
2.1.2. Columna de flotación.	15
2.1.3. Sistema de alimentación.	16
2.1.4. Sistema de recolección de fondos.....	17
2.1.5. Sistema de medición de flujo de aire.	17
2.1.6. Sistema de producción de burbujas de aire.....	17
2.1.7. Sistema de filtrado.....	18
2.1.8. Balanza.	19
2.1.9. Horno de secado.	19
2.1.10. Mufla.....	19
2.2. Materiales.	19
2.2.1. Cenizas volantes.	19

2.2.2. Reactivos.....	20
3. PROCEDIMIENTO.....	21
3.1. Preparación y caracterización de la muestra.....	21
3.2. Análisis “Release”.....	21
3.3. Pruebas en columna de flotación para determinar el valor del <i>bias</i>	23
3.4. Pruebas en columna de flotación.....	23
4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	25
4.1. Caracterización de las cenizas volantes.....	25
4.2. Análisis “release” de la flotación de ceniza volante con diferentes concentraciones en el alimento.....	26
4.3. Pruebas en columna de flotación para determinar el <i>bias</i> a usar.....	28
4.4. Pruebas en columna de flotación con <i>bias</i> negativo de 0.218.....	30
5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	45
5.1. CONCLUSIONES.....	45
5.2. RECOMENDACIONES.....	46
6. BIBLIOGRAFÍA.....	47

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema de generación y recolección de las cenizas volantes.....	3
Figura 2. Esquema de adhesión selectiva.....	6
Figura 3. Celda de flotación.....	7
Figura 4. Columna de flotación.....	8
Figura 5. Esquema del procedimiento análisis “release”.....	13
Figura 6. Ejemplo curva “release”.....	13
Figura 7. Celda de flotación.....	14
Figura 8. Esquema de la columna de flotación.....	15
Figura 9. Columna de flotación.....	16
Figura 10. Sistema de producción de aire en la columna de flotación.....	18
Figura 11. Sistema de filtrado.....	18
Figura 12. Esquema de la fase II del análisis “release”.....	22
Figura 13. Análisis “Release” de la flotación de cenizas volantes.....	26
Figura 14. Análisis "Release" de la flotación de cenizas volantes y pruebas de flotación en columna con bias negativo	34
Figura 15. Yfondos vs. concentración de espumante cariando la velocidad de aire a concentración de colector de 1500 g/ton.....	35
Figura 16. Yfondos vs. concentración de espumante variando la velocidad de aire a concentración de colector de 2500 g /ton.....	35
Figura 17. Superficie de respuesta con concentración de espumante fijo	42
Figura 18. Superficie de respuesta con concentración de colector fijo.....	43
Figura 19. Superficie de respuesta con velocidad de aire fija.....	44

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Especificaciones para la ceniza volante según la norma ASTM C-618	4
Tabla 2. Niveles del diseño experimental	24
Tabla 3. Condiciones de operación en la columna de flotación.....	24
Tabla 4. Caracterización de la ceniza volante.....	25
Tabla 5. Relación velocidad lineal - apertura bomba de alimento, %.....	28
Tabla 6. Relación velocidad lineal - apertura bomba de fondos, %.....	29
Tabla 7. Valores del Bias encontrados.....	29
Tabla 8. Resultados de las pruebas de flotación en columna de cenizas volantes con bias negativo de 0.218	31
Tabla 9. Variables reales y normalizados para el modelo estadístico de flotación en columna con bias negativo	37
Tabla 10. ANOVA del modelo estadístico para la flotación en columna con bias negativo de cenizas volantes	39
Tabla 11. Variable de respuesta calculada con el modelo y variable experimental.....	41

INTRODUCCIÓN

El carbón mineral es el combustible más utilizado para la generación de energía eléctrica, debido a su abundancia y al aumento de la demanda mundial de electricidad. Actualmente el carbón proporciona el 40% de la energía necesaria en el mundo (International Energy Agency, 2013).

En las industrias donde se utiliza carbón como combustible para producir energía se generan subproductos no deseados. Uno de ellos lo representan las cenizas volantes, contaminantes tanto para el medio ambiente como para la salud humana. Las cenizas volantes presentan tamaños finos de partículas, por lo cual se arrastran por los gases de la combustión, se recogen por medios mecánicos y se almacenan o en algunos casos se depositan en rellenos. En el 2009 se generaron 650 millones de toneladas de cenizas en todo el mundo, de las cuales el 70% son cenizas volantes, aptas para su aplicación como material de construcción. Desafortunadamente sólo 35 millones de toneladas se utilizan mientras que el resto se depositan, lo cual acarrea una fuente de contaminación de suelos y aguas (Méndez, 2009).

Las cenizas volantes tienen una amplia utilidad a nivel industrial y pueden usarse como productos de valor agregado, para el cemento y el concreto. Sin embargo, debido al alto contenido de carbono no quemado (pérdida por ignición o *Loss of Ignition*, LOI en inglés), se limita su utilización y se reduce el porcentaje de material puzolánico (sílice y alúmina), en las cenizas. El uso de cenizas volantes como aditivo para la industria cementera trae muchos beneficios ambientales al momento de producir cemento y evitar el almacenamiento de grandes cantidades de cenizas que puedan contaminar y generar riesgos de seguridad en las zonas aledañas.

Por lo anterior, es necesario buscar alternativas para retirar el contenido de carbono no quemado de las cenizas volantes, de tal forma que se logre separar la materia inorgánica y se obtengan cenizas con alto contenido de material inorgánico puzolánico. La flotación es un proceso de separación físico que aprovecha la diferencia de

hidrofobicidad de las superficies de las partículas y se emplea en la separación del carbono no quemado, principalmente hidrófobo, de la ceniza, la cual tiene naturaleza hidrofílica. .

El *bias* se define como la diferencia entre los flujos de fondos y de alimento, el cual tiene un importante papel en la recuperación y en la selectividad del material a separarse. Un *bias* negativo (flujo de fondo menor que el de alimento), se usa para procesar altas concentraciones de sólidos en agua (pulpa), teniendo como características que no requiere control de la interface, bajo requerimientos de espacio, bajo costo de capital, reducido mantenimiento y bajos costos de energía y agua.

En este trabajo, una ceniza volante, con contenido de carbono no quemado de 10 p/p %, se procesó en una columna de flotación usando *bias* negativo. Se evaluó el efecto de la velocidad de aire, concentración de espumante y colector sobre el rendimiento de la ceniza de fondo baja en inquemado y su contenido de carbono no quemado (selectividad).

1. MARCO TEÓRICO.

1.1. Cenizas volantes.

Las cenizas volantes se define según la norma ASTM C 618-03 como “un residuo finamente dividido que resulta de la combustión de carbón y que se transporta por los gases de la chimenea” La figura 1 muestra un esquema de la generación y recolección de cenizas volantes. Por lo general las características físicas de las cenizas volantes son difíciles de predecir. El tamaño de las partículas puede variar entre 0.5 y 100 μm ; es de color grisáceo amarillento, más claro si tiene material álcalis, y más oscuro si contiene carbono no quemado. En la mayoría de las ocasiones, los óxidos de Si, Al, Fe, Ca y Na representan una composición entre el 95 y 99% de la ceniza volante.(Rodríguez, 1996)

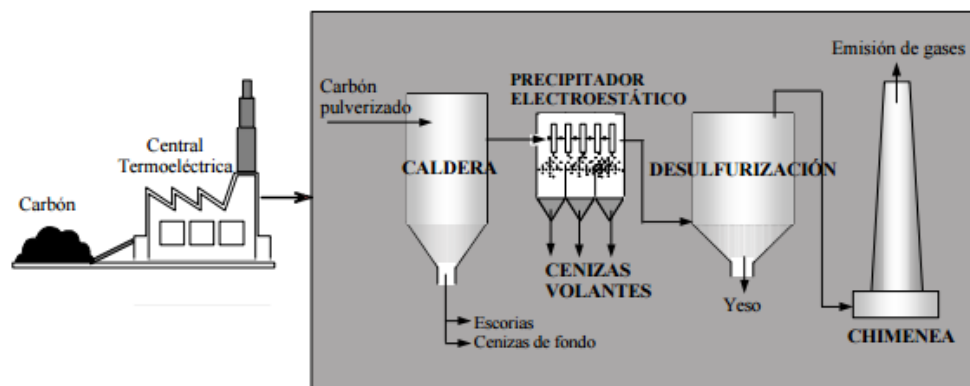


Figura 1. Esquema de generación y recolección de las cenizas volantes.

Según la norma ASTM C-618 existen principalmente dos tipos de cenizas volantes:

Clase C: Presentan propiedades puzolánicas, y se obtienen de lignitos y carbones sub-bituminosos. Las cenizas de clase C deben tener un contenido mínimo de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ del 50% en peso y un máximo en cal del 20% para poder emplearse en hormigones.

Clase F: Son las cenizas volantes obtenidas normalmente en la combustión de antracitas y carbones bituminosos. Tienen un contenido mínimo de $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ del 70% en peso y presentan propiedades puzolánicas.

La tabla 1. Muestra las propiedades de los dos tipos de cenizas según la norma ASTM C-618

Tabla 1. Especificaciones para las cenizas volantes según la norma ASTM C-618.

Propiedad	Clase C	Clase F
$\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$	>50%	>70%
CaO	>10%	<10%
SO_3	<5%	<5%
Álcalis disponibles como Na_2O	<1.5%	<1.5%
Perdida a la incineración (LOI)	<6%	<6%
Humedad	<3%	<3%

Las cenizas volantes al tener características puzolánicas son atractivas para la producción de cemento, concreto, hormigón, también como componente en pavimentos, entre otras aplicaciones. La actividad puzolánica consiste en reacciones químicas entre el contenido silico-aluminico de las cenizas volantes y el hidróxido cálcico liberado en la hidratación del cemento. Debido a esta reacción se forman silicatos y aluminatos cálcicos hidratados que son insolubles en agua; poseen características de gel, por lo que aportan resistencia al material. Además, estos silicatos y aluminatos cálcicos hidratados ocupan espacios porosos, que hace posible un refinamiento y una distribución más homogénea, como resultado de esta estructura homogénea y compacta, mejoran, no solamente las propiedades mecánicas, sino también la durabilidad del material. (Lorenzo, 1993)

1.2. Carbono no quemado.

El carbono no quemado es uno de los principales componentes presentes en la ceniza volante que se producen después de los procesos de combustión del carbón. La cantidad de carbono no quemado presente en las cenizas volantes se puede determinar mediante análisis de pérdida por ignición (*Loss On Ignition*, LOI, por sus siglas en inglés). El carbono no quemado se considera como materia prima para la producción de carbón activado, debido a que posee una gran área superficial activa por su desvolatilización. Sin embargo, para poder utilizarse en la producción de carbón activado primero debe removerse de las cenizas en donde se encuentra.

1.3. Beneficio de ceniza volante.

En el beneficio de carbón se busca remover o reducir la materia mineral presente en el carbón. Caso contrario lo representa el beneficio de la ceniza volante, el cual busca remover o reducir el carbono no quemado (carbón desvolatilizado), producido en la combustión, que se encuentra presente en las cenizas volantes alimentadas. Uno de los métodos más usados para el beneficio de las cenizas volantes es la flotación espumante, en el cual se busca recuperar la mayor cantidad de ceniza conteniendo menor cantidad de carbono no quemado.

1.4. Flotación.

La flotación es un proceso selectivo que se utiliza para realizar la separación de material orgánico del inorgánico, presentes en sólidos, aprovechando las diferencias en las propiedades superficiales de cada uno de ellos. La figura 2 muestra el esquema selectivo de adhesión que experimenta una partícula según su carácter hidrófobo o

hidrofílico. Se considera que la flotación es el proceso más eficaz y de más amplio uso en lo que concierne al procesamiento de minerales. (Vásquez, 1995)

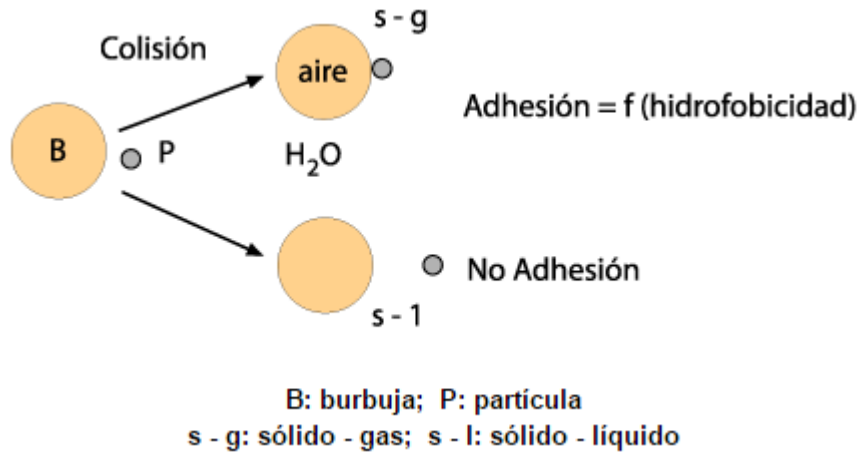


Figura 2. Esquema de adhesión selectiva

La flotación es un proceso de separación que aprovecha las diferencias fisicoquímicas de las superficies de la materia mineral, principalmente hidrofílica, y la materia orgánica, altamente hidrófoba. En esta operación de separación, se introduce un flujo de aire, que produce burbujas de aire, en una suspensión o pulpa acuosa con el objetivo de que la materia orgánica se adhiera a las burbujas de aire mientras que el material mineral se sedimente en la suspensión acuosa. La flotación es un proceso complejo en el que intervienen varias variables, tales como el tamaño de las partículas, la cantidad de reactivos, el pH, el flujo de aire, entre otras. (Guerrero, 2012).

El proceso de flotación se usa muy frecuentemente debido a su bajo costo de operación y altos rendimientos. Este proceso se puede realizar tanto por lotes como en flujo continuo dependiendo de la cantidad de material que se vaya a utilizar y de las condiciones de operación específicas.

1.4.1. Flotación en celda.

La flotación en celda se usa cuando se realiza una operación por lotes. El tipo de celda más clásico (figura 3), contiene un recipiente y en el centro de este se ubica un sistema de agitación mecánica que produce un movimiento centrífugo de la mezcla sólido-líquido. En este tipo de celdas hay un tubo concéntrico al sistema de agitación que permite el flujo de aire. El aire aspirado pasa a la zona donde se encuentra la mezcla en forma de burbujas a las cuales se les adhieren las partículas del material hidrófobo. Por lo general, el sistema de agitación tiene un mecanismo de impacto y cizallamiento que tiene como objetivo la división del aire y la formación de burbujas de aire de igual tamaño. Debido a la diferencia de densidad entre las burbujas y la suspensión se forma una capa de espuma rica en materia orgánica en la parte superior del recipiente, mientras que la materia mineral se decanta y forma la corriente de fondos.

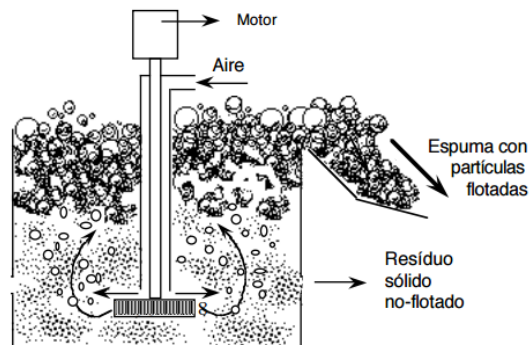


Figura 3. Celda de flotación

1.4.2. Flotación en columna.

La flotación en columna opera bajo el mismo principio que la flotación en la celda convencional. Al igual que en la celda, en la columna, los materiales a separar se encuentran en una pulpa que puede agitarse y/o airearse. En la columna también los materiales a separarse adquieren cierta hidrofobicidad gracias a su acondicionamiento

con reactivos que se usan para su flotación. A pesar de las similitudes que pueden tener estos dos tipos de flotación, la principal diferencia es la operación en continuo que tiene la columna de flotación. El recipiente donde ocurre la separación es la columna misma, y su altura es mucho mayor al ancho que pudiese llegar a tener la celda convencional.

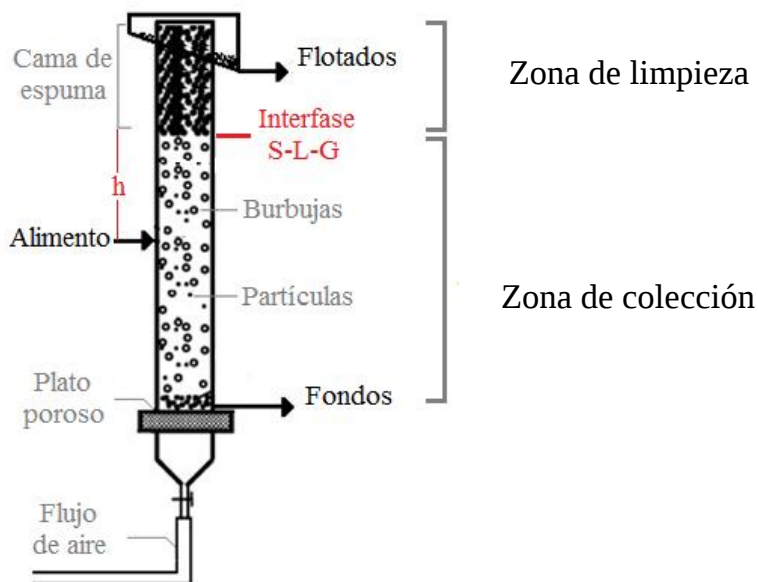


Figura 4. Columna de flotación

En la columna de flotación (figura 4) el aire se introduce a la pulpa a través de un tubo que se encuentra en el fondo, lo que genera un flujo de burbujas de aire a contracorriente. Existen ciertas ventajas con respecto a la celda convencional, por ejemplo: El control es mucho más fácil, la concentración de reactivos a utilizar se reduce, por ende los requisitos de capital son menores, el consumo de energía es más bajo, la instalación es más rentable, y tiene mejoras en el rendimiento. (SGC, 2013)

Como se puede observar en la figura 4, una columna de flotación se divide principalmente en dos secciones, una llamada zona de colección y la otra zona de limpieza. La zona de colección se encuentra en el sector comprendido entre el difusor de aire y la capa de espuma. En esta zona ocurre el contacto partícula-burbuja y el

material flotable alimentado se recolecta gracias a la formación de agregados partícula-burbuja. La zona de limpieza abarca la región comprendida entre la capa de espuma y el borde de la columna. En esta zona se recogen las burbujas que vienen cargadas con el material hidrófobo (Suárez, García, & Amariz, 2005)

1.5. Bias.

El *bias* en la columna de flotación se define como la diferencia entre el flujo de colas o fondo y el flujo de alimentación en estado estacionario. La ecuación 1 presenta la ecuación:

$$Q_b = Q_f - Q_a \quad [1]$$

Donde, Q_b representa el valor del *bias*, (cm^3/s), Q_f el flujo volumétrico de fondo (cm^3/s) y Q_a el flujo volumétrico de alimento (cm^3/s). Dado que la columna tiene el área transversal constante, el *bias* también puede definirse en términos de las velocidades lineales (cm/s) del fondo y del alimento.

Una columna operará bajo un régimen de *bias* positivo siempre y cuando el flujo de colas sea mayor al flujo del alimento, como consecuencia de esta relación una interfase pulpa-espuma se encontrará en algún lugar dentro de la columna por encima de la zona de alimentación. En el caso contrario, una columna operará bajo un régimen de *bias* negativo siempre y cuando el flujo de colas sea menor al flujo de alimentación. Esta diferencia en los flujos hace que la columna opere bajo un constante rebose, dado que al ingresar más flujo del que sale se inunda la columna.

La operación en régimen de *bias* negativo tiende a favorecer el tratamiento de partículas gruesas, debido a que se puede reducir o incluso eliminar por completo la cama de espuma, obteniendo con esto una alta cinética de flotación (Batistella, 2009). La ausencia de la cama de espuma significa un control más simple sobre la operación, pues no es necesario medir el nivel de la interfase pulpa-espuma. Además de lo

anterior, en la flotación en columna con *bias* negativo se reduce la cantidad de reactivos a usar frente a la operación en *bias* positivo.

Una desventaja que tiene la ausencia de la cama de espuma, junto con la falta de una ducha de agua en la cima de la columna, es la probabilidad de arrastre de partículas no deseadas, es decir, la burbuja de aire puede llevar consigo material que no se quiere flotar, y por ende la selectividad del proceso se puede afectar. El agua de lavado, en forma de ducha, rodea las burbujas y las limpia de material hidrofílico, esto hace que la materia mineral no flote y que la burbuja de aire mantenga un menor tamaño (Cruz, 1999).

1.6. Reactivos de flotación.

En la flotación, la eficiencia y el comportamiento del material, no dependen solamente de la hidrofobicidad natural de la sustancia, sino que también dependen de un factor muy importante el cual lo representan los reactivos de flotación. Estos pueden aportar flotabilidad a los materiales que se quieren separar. Debido a que el carbón es hidrofóbico por naturaleza, los reactivos implementados en su flotación deben ser de igual manera hidrofóbicos. (Pinto, 2011)

Los reactivos de flotación se usan para la adecuación y acondicionamiento del sistema. Son sustancias químicas que sirven para la recuperación de materiales deseados o valiosos, despreciando los demás componentes de la mezcla. Estos reactivos se asocian a uno o más elementos de la mezcla, pero no a los demás. Para la flotación se pueden usar una gran variedad de reactivos y por lo general su fórmula o dosificación se determina mediante pruebas preliminares. Los reactivos más usados en procesos de flotación son los colectores y espumantes, pero existen otros tipos de reactivos.

Los colectores y los espumantes son sustancias que generalmente están dosificadas entre 1 a 1000 g/ton de carbón alimentado (Pavez, 2002). Estos reactivos tienen la particularidad de ser químicamente clasificados como surfactantes debido a que son

moléculas de doble carácter, es decir, que consisten de un grupo polar y un grupo no polar. La parte polar de la molécula representa la parte hidrofílica, mientras que la no polar la parte hidrofóbica.

1.6.1. Colectores.

Los colectores son reactivos de origen orgánico, lo que indica un alto nivel de hidrofobicidad. La misión del colector es la hidrofobización selectiva del material orgánico, para crear condiciones que favorezcan la adhesión a las burbujas de aire. Se caracterizan por tener moléculas que contienen un grupo polar y otro no polar. El grupo polar permite al colector quedar adsorbido sobre la superficie de las partículas que se quieren flotar. Por el contrario el grupo no polar queda en dirección de la fase acuosa y esta orientación da como resultado la formación de una película delgada hidrófoba sobre la partícula. Las partículas que tienen esta película hidrófoba se adhieren a las burbujas de aire que ascienden, arrastrando consigo el material que se quiere flotar hasta la superficie. Esta modificación que se realiza sobre la superficie de las partículas orgánicas produce una mayor flotación y de igual manera permite una mayor estabilidad de la interfase sólido-burbuja.

1.6.2. Espumantes.

Los espumantes son sustancias tenso-activas heteropolares que se adsorben en la interface agua-aire. Si se pasa aire a través de agua no se produce espuma, mientras que si se agrega alguna cantidad de estos espumantes, la inyección de aire formará burbujas que ascienden hasta la superficie del líquido. Los espumantes se agregan para controlar el tamaño y la estabilidad de las burbujas de aire debido a la reducción de la tensión superficial del agua, pero el tamaño y la estabilidad de las burbujas depende del tipo de espumante que se utilice. Entre mayor sea la cantidad de

espumante agregado mayor será el material flotado, sin embargo, la selectividad del proceso de flotación podría afectarse.

1.6.3. Otros reactivos de flotación.

En los procesos de flotación se pueden encontrar reactivos modificadores o reguladores, que tienen como función principal el control del pH en el medio. Los reactivos activadores tienen como objetivo aumentar la adsorción de los colectores y fortalecer el enlace entre el colector y la superficie de la partícula a flotar. Los defloculantes o depresores tienen como tarea fundamental disminuir la flotabilidad de algún mineral haciendo su superficie más hidrofílica o impidiendo la adsorción de colectores que puedan hacer a la partícula hidrófoba.

1.7. Análisis “Release”.

El análisis *release* es una técnica de beneficio de minerales que determina idealmente el potencial de limpieza de carbones en pruebas de flotación espumante. El análisis *release* representa un esquema de flotado sistemático para lograr al máximo una buena separación de los componentes alimentados. Todo el proceso debe realizarse con reactivos en exceso puesto que el análisis “*release*” está enfocado en encontrar la máxima separación del material mineral que se ha alimentado. (Guerrero, 2012).

La evaluación de flotación espumante mediante análisis “*release*” se desarrolló en la década de los 60’s, como un avance en la flotación espumante de lodos de la industria metalúrgica (Brown & Hall, 1999).

El análisis “*release*” consiste en dos fases. En la primera de ella, conocida como etapa de pre-limpieza, se realiza una concentración previa al circuito de flotado, y en la segunda se extraen idealmente n cantidad de muestras, según el material a flotar y la hidrofobicidad, con ciertos cambios de las variables de operación, tales como la

dosificación de espumante o el porcentaje de apertura de la válvula de aire. El procedimiento del análisis “*release*” se muestra esquemáticamente en la figura 5.

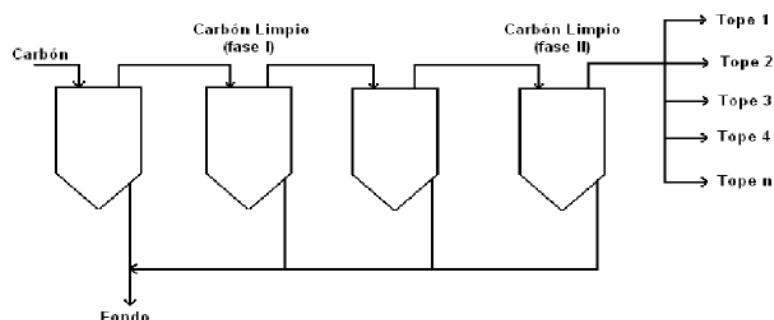


Figura 5. Esquema del procedimiento análisis “*release*”.

Las muestras obtenidas en la segunda fase junto con los fondos se pesan y se les realiza un análisis de humedad y cenizas. Obtenidos los datos de estos análisis se hace una curva “*release*”, en la que se grafica la recuperación orgánica acumulativa vs. el porcentaje de ceniza acumulativa en base seca. La figura 6 muestra un ejemplo de una curva “*release*” en donde la inclinación indica el grado de liberación de la materia mineral del carbón. El codo que se forma en la parte superior evidencia la máxima recuperación de materia orgánica con el menor contenido de materia mineral. Esta curva “*release*” sirve como punto de referencia para evaluar el desempeño de los distintos sistemas de flotación.

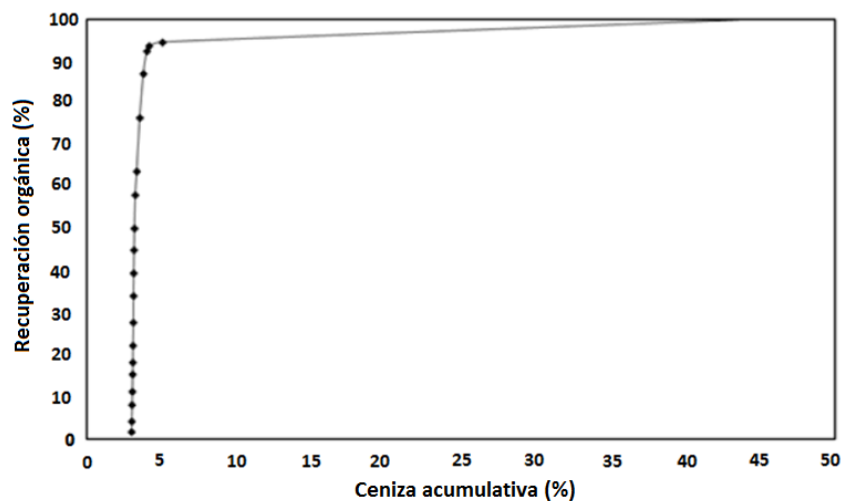


Figura 6. Ejemplo curva “*release*”

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

2.1. Equipos.

2.1.1. Celda de flotación.

Para el análisis “*release*”, se utilizó una celda tipo Denver D-12 de marca METSO. Este equipo tiene la posibilidad de trabajar con celdas de distintos volúmenes. La figura 7 muestra la celda tipo Denver que se encuentra en el laboratorio del Grupo de Ciencia y Tecnología del Carbón (GCTC) en la Universidad del Valle.



Figura 7. Celda de flotación.

Durante el análisis “*release*” se utilizó una celda de acero inoxidable con una capacidad de 2 litros. El equipo dispone de un sistema de agitación mecánica, impulsado por un motor de 0.5 HP, al cual se le puede regular las revoluciones por minuto (RPM) gracias a un mecanismo que se encuentra en la parte superior del aparato. La inyección del aire se realiza mediante succión del sistema de agitación. El flujo de aire se regula por una válvula de paso, que durante el análisis “*release*” varió su porcentaje de apertura.

Adicionalmente se cuenta con una paleta de plástico que ayuda a la remoción del material flotado por la parte superior de la celda.

2.1.2. Columna de flotación.

Las pruebas experimentales se realizaron en una columna de flotación ubicada en el laboratorio del GCTC de la Universidad del Valle. La columna está fabricada en material acrílico, y tiene una altura de 5 m con un diámetro de 5 cm. En las figuras 8 y 9 se pueden observar el diagrama de flujo de la columna de flotación y una fotografía de la parte superior de la columna respectivamente.

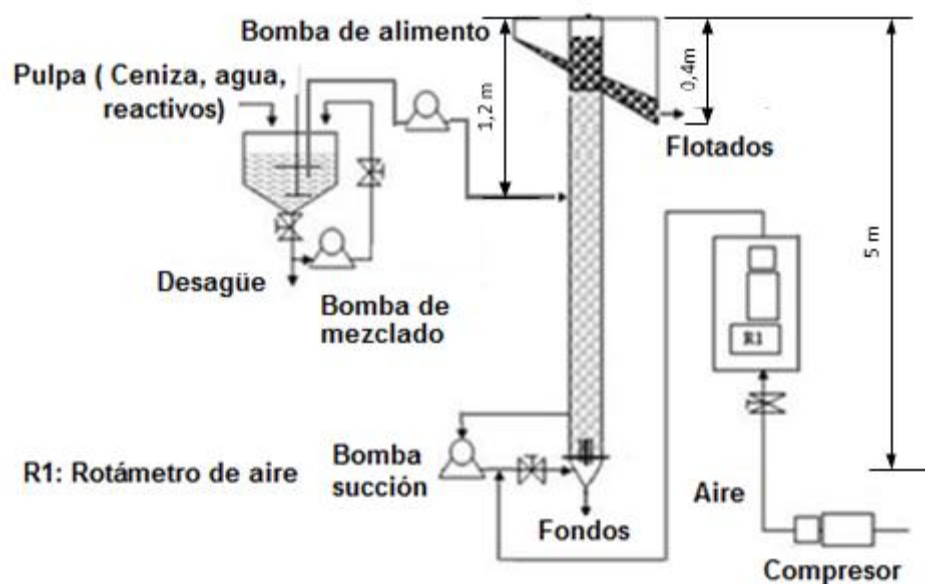


Figura 8. Esquema de la columna de flotación.

La entrada de flujo de alimento se encuentra a 1.2 m por debajo de la cima de la columna. En la parte superior de la columna hay un colector de 25 cm de diámetro, el cual se encuentra a una altura medida desde la cima de 40 cm por la parte delantera y 20 cm por la parte trasera. Esta diferencia en las alturas crea una inclinación que permite al flotado fluir y salir por la manguera de evacuación.

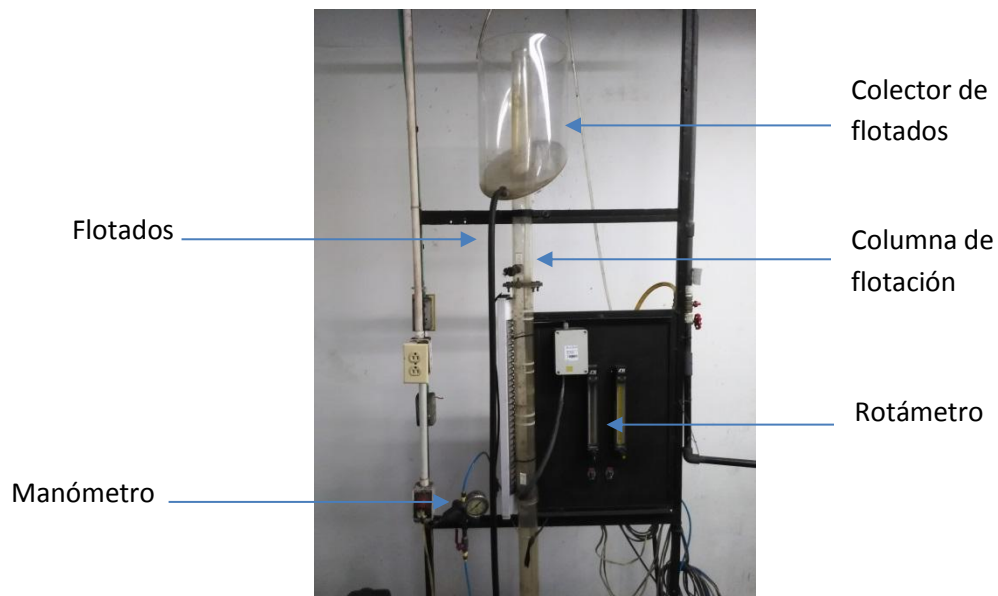


Figura 9. Columna de flotación.

2.1.3. Sistema de alimentación.

El sistema de alimentación se conforma por un tanque de almacenamiento, una bomba centrífuga, una bomba peristáltica y 2 válvulas de compuerta. El tanque de almacenamiento está construido en material acrílico, es de forma cuadrada en la parte superior y piramidal cuadrada en la parte inferior. La parte superior tiene 41 cm de alto por 41 cm de ancho. La parte inferior tiene 30 cm de arista y 25 cm de altura.

La bomba centrífuga que se utiliza para mezclar la pulpa a través de recirculación en el tanque de alimentación, se mueve con un motor de 0.5 HP, 3400 RPM y 110 V. La bomba peristáltica de alimentación es de marca Cole Parmer, cuenta con un motor de 0.35 HP, opera entre 33 y 650 RPM. El flujo de alimentación usado durante las pruebas fue de 12.52 ml/s. Las válvulas que se encuentran en el sistema de alimentación sirven para permitir el paso del recirculado y para el vaciado del tanque de almacenamiento.

2.1.4. Sistema de recolección de fondos.

Para la recolección de los fondos se contó con una bomba peristáltica marca Verder. El flujo de fondos usado por esta bomba fue 8.24 ml/s durante las pruebas.

2.1.5. Sistema de medición de flujo de aire.

La medición de flujo de aire que ingresó a la columna se realizó con un rotámetro de tipo convencional Omega modelo fl3804st. Este rotámetro está conectado a un sistema de regulación y medición de presión que se encuentra acoplado a un compresor de aire marca Maser de 2 HP, el cual puede manejar una presión hasta de 116 psi.

2.1.6. Sistema de producción de burbujas de aire.

Para la producción de burbujas se utilizó un burbujeador tipo "*Static Mixer*", NPT ID 0.62" de 5" de longitud. Este aparato se adquirió a la compañía Cole-Parmer y está construido en acero inoxidable. Una bomba IHM, accionada por un motor de 0.5 HP que maneja un caudal de 120 litros por minuto ubicada en la parte inferior de la columna, se encargó de succionar la suspensión de carbón y re-inyectarla por el fondo del burbujeador. La figura 10 muestra el sistema de producción de burbujas de aire en el fondo de la columna de flotación.

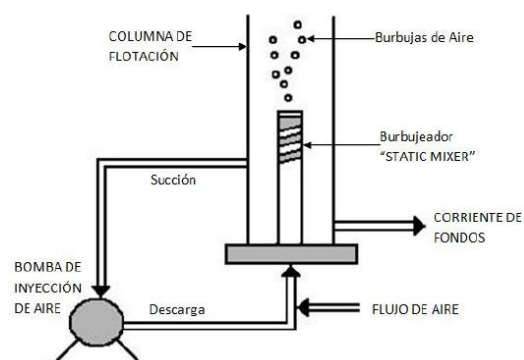


Figura 10. Sistema de producción de aire en la columna de flotación.

2.1.7. Sistema de filtrado.

Para todas las muestras obtenidas, tanto en la celda de flotación como en la columna, se utilizó un sistema de filtrado al vacío. Este sistema consta de una bomba de vacío, marca Gast, que se conectó a través de una manguera a un Erlenmeyer de 1.5 L. Sobre el Erlenmeyer se ubicó un embudo Buchner de 150 mm, al cual se le añadió el papel filtro. El lodo a filtrar se vertió sobre el papel filtro produciendo la torta, después de que se aplicó el vacío sobre el sistema. En la figura 11 se muestra una fotografía del equipo utilizado en la filtración de las muestras.



Figura 11. Sistema de filtrado.

2.1.8. Balanza.

Las muestras recolectadas en los procesos de flotación y los fondos se pesaron en una balanza analítica marca Mettler, con una precisión de ± 0.0001 g. También, en esta misma balanza se pesaron las muestras necesarias para realizar los análisis de humedad y ceniza.

2.1.9. Horno de secado.

Se empleó un horno secador marca Memmert para determinar la humedad de las muestras obtenidas en los procesos de flotación y de la muestra original, siguiendo los parámetros establecidos en la norma ASTM D-3173. El horno secador trabaja en un rango de temperaturas entre 30 y 300 °C. La temperatura de secado se fijó en 105 °C para la determinación de la humedad en las muestras.

2.1.10. Mufla.

Se utilizó una mufla marca Terrigeno para determinar la ceniza de las muestras obtenidas en los procesos de flotación y de la muestra original siguiendo los parámetros establecidos en la norma ASTM D-3174. En esta mufla se pueden programar varias rampas de calentamiento.

2.2. Materiales.

2.2.1. Cenizas volantes.

Se utilizaron cenizas volantes provenientes de una termoeléctrica de Cundinamarca.

2.2.2. Reactivos.

2.2.2.1. Colector.

En todas las pruebas experimentales realizadas se utilizó queroseno como reactivo colector. El queroseno es insoluble en el agua y tiene una densidad de 0.8 g/ml. Este reactivo se adquirió en una estación de gasolina de la ciudad de Cali.

2.2.2.2. Espumante.

En todas las pruebas experimentales realizadas se utilizó como reactivo espumante Propilenglicol, llamado comercialmente Aerofroth-65. Este espumante tiene una densidad de 1.009 g/ml y fue suministrado por la Cia Cytec Industries Inc.

3. PROCEDIMIENTO.

3.1. Preparación y caracterización de la muestra.

Para adecuar las cenizas volantes procedentes de la termoeléctrica de Cundinamarca y obtener la cantidad de muestra necesaria para los experimentos, las cenizas, tal como se recibieron, se secaron al temperatura ambiente durante dos días y se homogenizó el producto seco de forma manual. De la muestra seca (24.8 Kg) se dejó un testigo, se separó material para las pruebas experimentales en la columna de flotación, para establecer el *bías* y para realizar las pruebas “*release*”.

Se determinó la cantidad de cenizas y el porcentaje de humedad residual de las cenizas volantes siguiendo los procedimientos establecidos en la norma ASTM D-3174-04 para determinar las cenizas y ASTM D-3173-03 para determinar la humedad.

3.2. Análisis “Release”.

A diferencia de dos fases que se usa en el análisis “*release*”, en este trabajo con cenizas volantes se realizó en una sola fase debido a su bajo contenido de materia orgánica presente. Un esquema del análisis “*release*”, con solamente la Fase II, se muestra en la figura 12. La concentración de colector y espumante que se utilizaron en el experimento se basaron en investigaciones previas que presentan altos porcentajes de recuperación de cenizas y de rendimiento (Navarro, 2012). En la fase II se separó principalmente el material flotable según los grados de flotabilidad (Barraza, 2011).

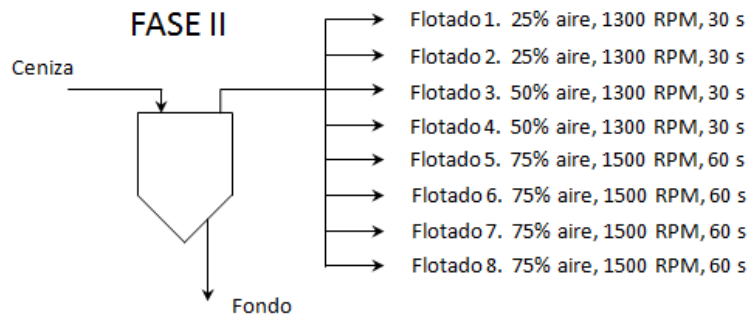


Figura 12. Esquema de la fase II del análisis “*release*”.

En esta Fase II se alimentaron a la celda 2 L de agua y 2000 g/ton de colector. Ambos se mezclaron por 3 minutos para acondicionar la muestra. Posteriormente, se adicionó la cantidad de ceniza volante correspondiente a las concentraciones de 5%, 10% y 15%, agitándose esta mezcla por 8 minutos. Seguidamente se agregaron 600 g/ton de espumante y se acondicionó la muestra por 10 minutos más, con una velocidad de agitación de 1300 RPM. Esta fase se llevó a cabo en ocho etapas donde el material flotado se recolectó. En las primeras dos etapas la válvula de aire se abrió un 25% con una velocidad de agitación de 1300 RPM, y los flotados se recogieron cada 30 segundos. Para las siguientes dos etapas se agregó la mitad de la cantidad de espumante empleada inicialmente con una apertura de la válvula de aire del 50%, el tiempo de flotación y la velocidad de agitación fueron los mismos que en las etapas anteriores.

Nuevamente se agregó la mitad de la cantidad de espumante inicial, se abrió la válvula de aire un 75% con una velocidad de agitación de 1500 RPM y se recolectaron los flotados cada 60 segundos para las cuatro etapas siguientes.

Los fondos y flotados obtenidos se filtraron, secaron, pesaron y se determinó la cantidad de ceniza y humedad. Finalmente se construyó la curva del análisis “*release*”. Para el caso de beneficio de la ceniza volante se graficó el porcentaje acumulativo de recuperación de cenizas de fondos contra el porcentaje acumulativo de inquemados en los fondos.

3.3. Pruebas en columna de flotación para determinar el valor del *bias*.

Con el fin de determinar las velocidades lineales (cm/s) del alimento y del fondo, y calcular los valores de *bias*, se usó un kilogramo de ceniza volante y 20 litros de agua para obtener una concentración inicial de 5%. La ceniza y el agua se mezclaron durante 3 minutos y luego se arrancó la bomba de alimentación.

Para cada apertura de la bomba se tomaron 3 tiempos a un volumen fijo. Posteriormente, se tomaron los tiempos para el flujo de los fondos después de llenar la columna de flotación a rebose. La apertura de la bomba de alimentación se colocó entre 5% y 12%, y la apertura de la bomba del flujo de los fondos entre 5% y 10%. El flujo obtenido para cada una de las aperturas de las dos bombas se dividió por el área transversal de la columna (19.63 cm^2) para conocer las velocidades lineales de los flujos.

3.4. Pruebas en columna de flotación.

En el acondicionamiento del alimento, se mezclaron 1 Kg de ceniza volante en 20 litros de agua durante 4 minutos. Luego, se adicionó el colector (según el diseño experimental) y se mezcló por 3 minutos, posteriormente se agregó espumante (según el diseño experimental) y se revolvió por otros 3 minutos. La pulpa (ceniza, agua, reactivos) se alimentó a la columna hasta que se rebosó en el tope de la columna. Posteriormente, se introdujo aire y transcurrido 1 minuto se empezaron a recoger tanto los fondos como los flotados. El tiempo estipulado para la recolección de las muestras fue de 2 minutos. El material recogido se filtró, secó y pesó para su determinación de humedad y ceniza. Las condiciones de operación usadas en las pruebas en la columna de flotación se presentan en la tabla 3. En la tabla 2 se presentan los niveles para las variables de control que componen el diseño experimental. La variable de respuesta usada fue el porcentaje de carbono no quemado presente en los fondos.

Tabla 2. Niveles del diseño experimental.

	Prueba	Aire cm/s	Colector g/ton	Espumante g/ton
Diseño Factorial	1	0.88	1500	1000
	2	1.16	1500	1000
	3	0.88	2500	1000
	4	1.16	2500	1000
	5	0.88	1500	1400
	6	1.16	1500	1400
	7	0.88	2500	1400
	8	1.16	2500	1400
Puntos Estrella	9	0.80	2000	1200
	10	1.28	2000	1200
	11	1.00	1160	1200
	12	1.00	2840	1200
	13	1.00	2000	864
	14	1.00	2000	1536
Punto central	15	1.00	2000	1200
	16	1.00	2000	1200
	17	1.00	2000	1200

Tabla 3. Condiciones fijas de operación en la columna de flotación.

Parámetro	Valor
Flujo de alimentación, ml/s	12.52
Flujo de fondo, ml/s	8.24
Presión de aire en la entrada del burbujeador, psi	25
Concentración de pulpa, % (1Kg ceniza volante/20 litros de agua)	5

4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.

4.1. Caracterización de las cenizas volantes

La tabla 4 presenta el análisis óxidos metálicos e inquemados de la ceniza volante procedente de la termoeléctrica de Cundinamarca. El análisis mostró un contenido de carbono no quemado de 10.0%.

Según la norma ASTM C-618 esta cenizas se clasifica como una ceniza de clase F, lo que quiere decir que proviene de la combustión de carbones bituminosos y antracitas. Se observa en la tabla 4 que el mayor contenido de óxidos lo representan los óxidos de Si, Al y Fe, intermedios los de Ca, Mg, K y Ti, mientras los de menor concentración los óxidos de Na, Cr, Mn y P. Esta ceniza volante tiene una mediana concentración de carbono no quemado y baja humedad. El objetivo es reducir este contenido de carbono no quemado.

Tabla 4. Caracterización de las cenizas volantes.

Parámetro	Valor (% p/p)
SiO ₂	50.77
Al ₂ O ₃	26.26
Fe ₂ O ₃	10.25
CaO	0.75
MgO	0.44
Na ₂ O	0.00
K ₂ O	1.00
SO ₃	0.00
Cr ₂ O ₃	0.03
Mn ₂ O ₃	0.02
P ₂ O ₅	0.15
TiO ₂	1.06
Carbono no quemado (LOI)	10.0
Humedad	0.60

4.2. Análisis “release” de la flotación de ceniza volante con diferentes concentraciones en el alimento.

La curva “*release*” para la flotación de ceniza volante para concentraciones de sólidos iniciales de 5%, 10% y 15% empleando como reactivos queroseno y aerofroth 65 se muestra en la figura 13.

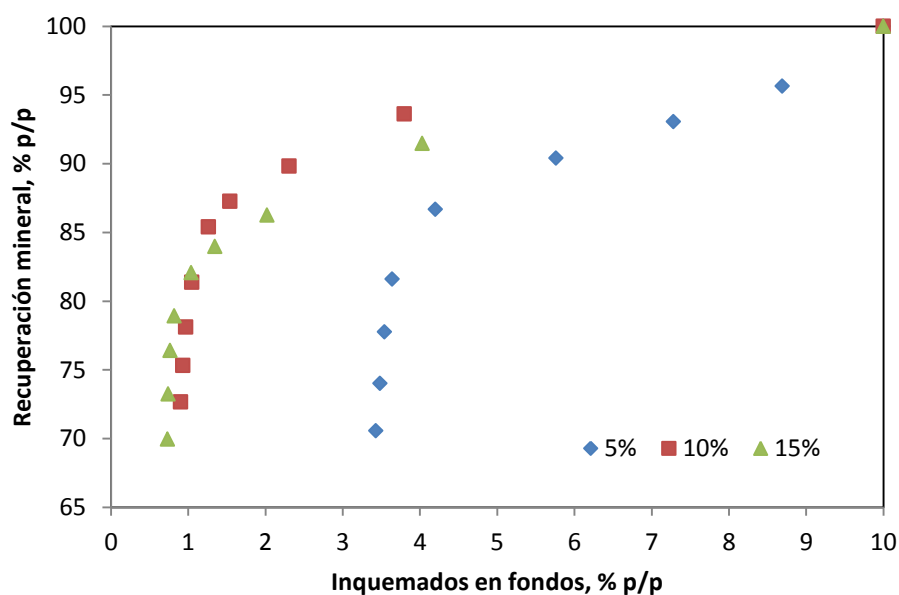


Figura 13. Análisis “*Release*” de la flotación de cenizas volantes.

A pesar de que la curva *release* debe ser la misma para cualquier condición de operación, la figura 13 muestra que existen diferencias en el comportamiento de las curvas “*release*” usando diferentes concentraciones iniciales de ceniza volante en la suspensión. Lo anterior podría deberse a que se usaron las mismas condiciones de flujo de aire y de agitación para diferentes cantidades de material orgánico presente en la ceniza volante.

En la figura 13 se observa que para una concentración de sólidos del 10% se obtienen porcentajes de carbono no quemado menores a 1.4% con una recuperación de ceniza

del 85.4% en los fondos. Con una concentración de 15% se obtiene 1.3% de carbono no quemado con una recuperación de cenizas de 83%, los cuales son valores similares a los obtenidos con una concentración inicial de 10%. En el caso de la concentración de 5% se logró obtener un porcentaje de carbono no quemado de 4.2% con una recuperación de ceniza en los fondos de 87%, con esta concentración de sólidos se obtiene la menor reducción de materia orgánica en los fondos.

Los mejores resultados para las concentraciones de 10% y 15% probablemente se deben a que existe un porcentaje de sólidos óptimo para el proceso que tiene influencia en el tiempo de residencia del material en el sistema; la viscosidad de la pulpa inhibe la dispersión del aire y una buena formación de la burbuja, lo que afecta las recuperaciones (Pinto, 2011), además con una mayor concentración de sólidos las burbujas de aire se ven más cargadas de material lo que afecta el ascenso de estas, pues las fuerzas de separación causantes del rompimiento del enlace burbuja-partícula son mayores. Esta fuerza de separación se refiere al tiempo de ruptura de película de interfase, que es el tiempo que se demora en romperse la película cuando dos cuerpos entran en contacto.

Los rendimientos para un 5% en la concentración de la pulpa no reflejan el comportamiento anteriormente explicado, porque la cantidad de carbón a flotar es muy baja y existe la probabilidad de que el carbón se sedimente en las esquinas del recipiente lejos del rotor generador de burbujas, y por consiguiente no se genera el ascenso de las partículas orgánicas.

Las concentraciones de colector y espumante, para todas las concentraciones de ceniza volante iniciales, que produjeron los mejores resultados en términos de rendimiento y selectividad (contenido de ceniza) se obtuvieron con 2000g/ton y 1200g/ton respectivamente. Estas concentraciones de reactivos se seleccionaron como punto central para las pruebas en la columna de flotación con *bias* negativo.

A pesar de que el análisis “*release*” refleja mejores resultados para las concentraciones de 10% y 15% se optó por realizar las pruebas de flotación en columna con una

concentración de 5%, principalmente por la limitación en la cantidad de material disponible. También, al aumentar la concentración de sólidos en el alimento implicaba incrementar la cantidad de reactivos a emplear y generar problemas operativos al momento de homogenizar la pulpa, dado que con una pulpa más concentrada, a pesar de la agitación, los sólidos tienden a sedimentarse en el tanque de alimentación, lo que conlleva a un gradiente de concentraciones en el tanque y por consiguiente a diferencias en las concentraciones del flujo de alimento durante el proceso.

4.3. Pruebas en columna de flotación para determinar el *bias* a usar

El valor de *bias* adecuado para trabajar en los experimentos se calculó con la diferencia entre la velocidad del flujo de fondo y el flujo de alimentación. Las tablas 5 y 6 muestran la velocidad de flujo y el porcentaje de apertura para la bomba de alimentación y de fondos respectivamente.

Tabla 5. Relación velocidad lineal - apertura bomba de alimento, %.

Velocidad	
(cm/s)	Apertura, %
0.345	5
0.420	6
0.495	7
0.579	8
0.638	9
0.719	10
0.772	11
0.814	12

Tabla 6. Relación velocidad lineal - apertura bomba de fondos, %.

Velocidad (cm/s)	Apertura, %
0.420	5
0.507	6
0.567	7
0.649	8
0.684	9
0.840	10

La tabla 7 muestra los valores de *bias* encontrados usando varias velocidades de corrientes de alimento y de fondo. .

Tabla 7. Valores del *Bias* encontrados.

Velocidad de alimento (cm/s)	Velocidad de fondo (cm/s)					
	0.420	0.507	0.567	0.649	0.684	0.840
0.345	0.075	0.162	0.222	0.304	0.339	0.495
0.42	0.000	0.087	0.147	0.229	0.264	0.420
0.495	-0.075	0.012	0.072	0.154	0.189	0.345
0.579	-0.159	-0.072	-0.012	0.070	0.105	0.261
0.638	-0.218	-0.131	-0.071	0.011	0.046	0.202
0.719	-0.299	-0.212	-0.152	-0.07	-0.035	0.121
0.772	-0.352	-0.265	-0.205	-0.123	-0.088	0.068
0.814	-0.394	-0.307	-0.247	-0.165	-0.130	0.026

Los valores recomendados (Batistella, 2009) para trabajar con bias negativo están entre -0.1 y - 0.3 cm/s. En este trabajo se usó un valor de -0.218 (resaltado en la tabla 7),

dado que obedece al menor flujo de ambas bombas, garantizando un mayor tiempo de residencia de la pulpa en la columna. La diferencia de -0.218 en la velocidad del flujo de alimentación a la columna y del flujo de fondo indica que la columna de flotación opera con un flujo volumétrico de 12.52 ml/s en el alimento y de 8.24 ml/s en el fondo.

4.4. Pruebas en columna de flotación con *bias* negativo de 0.218.

Las condiciones de operación que se emplearon en las pruebas de flotación en columna con *bias* negativo se manejaron con base en los resultados de la mejor recuperación de cenizas en el fondo de la columna con la menor concentración de carbono no quemado en el análisis “release” para una concentración de sólidos de 5%. El porcentaje de apertura de las bombas del flujo de alimentación y fondos durante las pruebas de flotación fue de 9% y 5% respectivamente para un *bias* de -0.218.

Las concentraciones de 2000 g/ton de queroseno y 1200 g/ton de Aerofroth 65, constituyeron el nivel central del diseño experimental mientras que la concentración de sólidos se dejó fija en un 5%. El nivel central fijado para la velocidad de aire inyectado a la columna de 1 cm/s se basó en resultados obtenidos en investigaciones anteriores (Guerrero, 2012). La tabla 2 muestra las condiciones de operación de las pruebas de flotación en continuo con *bias* negativo y las características del diseño experimental.

En la tabla 8 se presentan los resultados de la flotación en columna de las cenizas volantes, que muestra el porcentaje en peso de carbono no quemado presente en el alimento y en los fondos de cada una de las pruebas del diseño experimental. También se presenta el porcentaje de reducción másica de carbono no quemado, la reducción másica de inquemados, el rendimiento másico de los fondos y la recuperación de ceniza en los fondos de todos los experimentos en función de la velocidad del aire inyectado, de la concentración de espumante y de la concentración de colector.

Tabla 8. Resultados de las pruebas de flotación en columna de cenizas volantes con *bias* negativo de 0.218

Prueba	Aire, cm/s	Colector, g/ton	Espumante g/ton	lfondos, %, b.s.	Yfondos, % p/p, b.s	RI, %, b.s	RMI, % p/p, b.s	RCF, % p/p, b.s
Alimento	---	---	---	10.0	100	---	---	---
1	0.88	1500	1000	6.1	55.2	38.9	66.3	57.6
2	1.16	1500	1000	6.1	63.2	39.3	61.6	66.0
3	0.88	2500	1000	4.2	44.5	57.6	81.2	47.3
4	1.16	2500	1000	5.2	47.7	48.4	75.4	50.3
5	0.88	1500	1400	7.5	62.5	25.4	53.4	64.3
6	1.16	1500	1400	6.4	28.6	35.7	81.6	29.8
7	0.88	2500	1400	6.5	51.0	35.2	66.9	53.0
8	1.16	2500	1400	5.8	27.3	42.5	84.3	28.6
9	0.8	2000	1200	5.8	28.4	41.8	83.5	29.7
10	1.28	2000	1200	5.4	55.8	46.3	70.0	58.7
11	1	1160	1200	5.1	30.8	49.0	84.3	32.4
12	1	2840	1200	5.7	28.8	42.8	83.6	30.1
13	1	2000	864	6.1	29.2	39.2	82.2	30.5
14	1	2000	1536	5.9	25.4	40.9	85.0	26.5
15	1	2000	1200	3.3	60.3	67.3	80.3	64.8
16	1	2000	1200	3.2	61.7	67.9	80.2	66.4
17	1	2000	1200	3.5	64.0	65.0	77.6	68.6

El rendimiento másico de los fondos, *Yfondos* (%), se define como la masa de ceniza mejorada en los fondos (con bajo contenido de inquemado), respecto a la masa de ceniza de alimento (alto contenido de inquemado), representada por la ecuación 2.

$$Y_{fondos} (\%) = \left(\frac{\text{masa de fondo}}{\text{masa de alimento}} \right) * 100$$

[2]

La reducción másica de inquemados, (RMI, %) es la cantidad de masa de carbono no quemado que se retira de los fondos respecto a la cantidad de masa de carbono no quemado que se alimenta a la columna de flotación. Este rendimiento se evaluó por balance másico a través de la ecuación 3.

$$RMI, \% = \left(1 - \frac{Y_{fondos}}{100} * \frac{I_{fondos}}{I_{alimento}} \right) * 100$$

[3]

Donde, *Ifondos* representa los inquemados de fondo (%) e *IAlimento*, los inquemados del alimento (%), representados en la ecuación 4 y 5 respectivamente.

$$IFondo, \% = \left(\frac{\text{masa } IFondo}{\text{masa de Fondo}} \right) * 100$$

[4]

$$IAlimento, \% = \left(\frac{\text{masa } IAlimento}{\text{masa de alimento}} \right) * 100$$

[5]

La reducción porcentual de inquemados, (RI, %) es la concentración de materia mineral que se alcanza en los fondos respecto al porcentaje de carbono no quemado presente en el alimento, representada por la ecuación 6.

$$RI, \% = \left(\frac{IAlimento, \% - Ifondos, \%}{IAlimento, \%} \right) * 100$$

[6]

La recuperación de ceniza en los fondos (RCF, %) se define como la masa de cenizas que se recupera en los fondos sobre la masa de ceniza alimentada al sistema. Se representa por la ecuación 7.

$$RCF, \% = \left(\frac{Y_{fondos}}{100} * \frac{(100 - Ifondos)}{(100 - IAlimento)} \right) * 100$$

[7]

De la tabla 8 se observa que el menor porcentaje de carbono no quemado presente en la corriente de fondos fue de 3.2%. En general, se logró para todas las pruebas de flotación una reducción másica de carbono no quemado en las cenizas volantes mayor al 53.4% y una reducción porcentual de inquemados mayor a 25.4%. Utilizando 1200g/ton de concentración de espumante, y las condiciones de operación 2000g/ton de concentración de colector y 1 cm/s de velocidad de aire, correspondiente tanto a concentraciones intermedias de reactivos como de velocidad de aire, se obtuvo el mayor rendimiento (64%).

La prueba que produjo los más altos porcentajes de recuperación de ceniza en fondos se obtuvo de igual forma en una de las pruebas del punto cero del diseño experimental, con condiciones de operación de 1200g/ton de concentración de espumante, 2000g/ton de colector y 1 cm/s de velocidad de aire, en la que se recuperó 68.6 % de la ceniza presente en el alimento. Además, se puede observar que la recuperación másica y la recuperación de ceniza más baja se obtuvo con la mayor concentración de espumante (prueba 14), lo cual está de acuerdo con otro estudio (Guerrero, Barraza, & Colom, 2011), donde se corroboró que la presencia de una alta cantidad de espumante produce una gran cantidad de partículas sólidas flotadas, pero no un aumento de la selectividad.

En otros estudios (Chagueza & García, 2012, Navarro, 2012) quienes utilizaron flotación en celda para separar inquemados de cenizas de escorias, lograron porcentajes de carbono no quemado en los fondos de la celda de 1.8% y rendimientos másicos de 76%. De la misma manera se lograron porcentajes de carbono no quemado en los fondos de celda de 2,5% y recuperaciones másicas de 80%. En el presente estudio de flotación en columna con bias negativo se alcanzaron porcentajes de inquemados en los fondos de 3,2% y rendimientos másicos 64%, todos los fondos de ceniza mejorados, aptos para los procesos de aprovechamiento de las cenizas a nivel industrial.

La figura 14 muestra la curva “reléase” para una concentración en el alimento de 5% y los resultados de las RCF en las pruebas de flotación en columna con bias negativo, que representan las pruebas realizadas a 1200g/ton de espumante, 2000g/ton de colector y 1 cm/s de velocidad de flujo de aire.

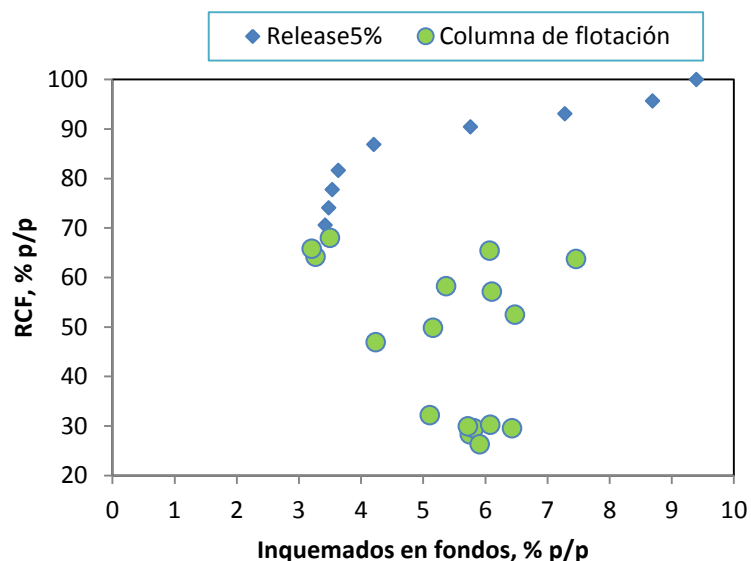


Figura 14. Análisis “*Release*” de la flotación de cenizas volantes y pruebas de flotación en columna con bias negativo

De acuerdo a la curva del análisis “*release*” se podría obtener una ceniza proveniente de los fondos de la columna con RCF de 64% y porcentajes de carbono no quemado de 3.5%. Guerrero, 2012 encontró resultados contrarios a los obtenidos en este trabajo, dado que sus valores obtenidos de RCF en flotación en columna fueron superiores a los del análisis “*release*”. La RCF en columna con régimen de bias negativo es más baja, en comparación con la celda de flotación, debido a las condiciones de operación. Esto porque la RMI y la RCF disminuyen a causa del constante rebose en la cima que experimenta la flotación en columna. En otras palabras, gracias a que la velocidad del flujo del alimento es mayor a la velocidad del flujo de los fondos, flota mayor cantidad de ceniza y las RMI y RCF disminuyen respecto a la corriente de fondos.

Por otro lado, a partir de los datos de la tabla 8 se presentan las figuras 15 y 16, las cuales muestran las tendencias del comportamiento de Yfondos en función de la concentración de espumante manteniendo como parámetros la velocidad de aire y la concentración de colector.

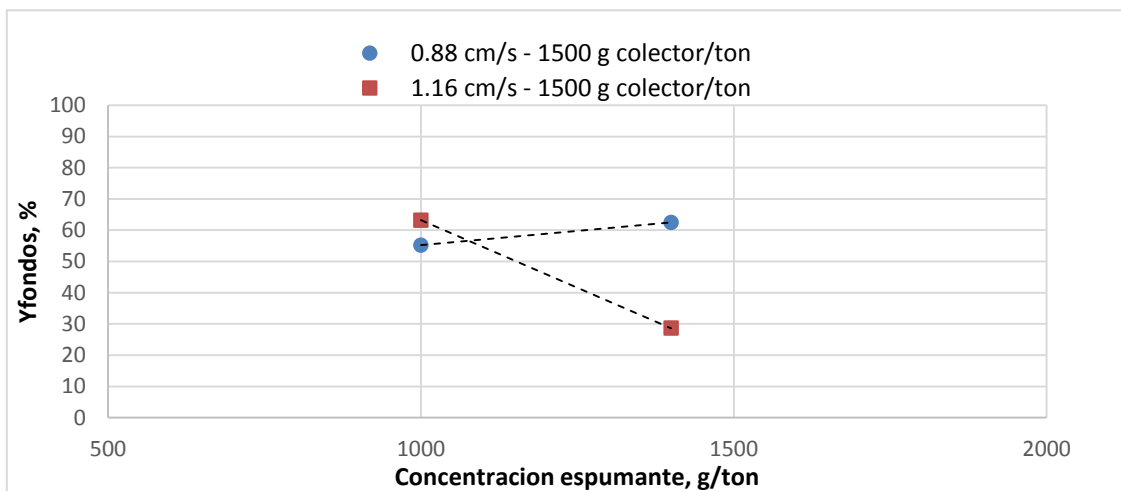


Figura 15. Yfondos vs. concentración de espumante variando la velocidad del aire a concentración de colector de 1500 g/ton

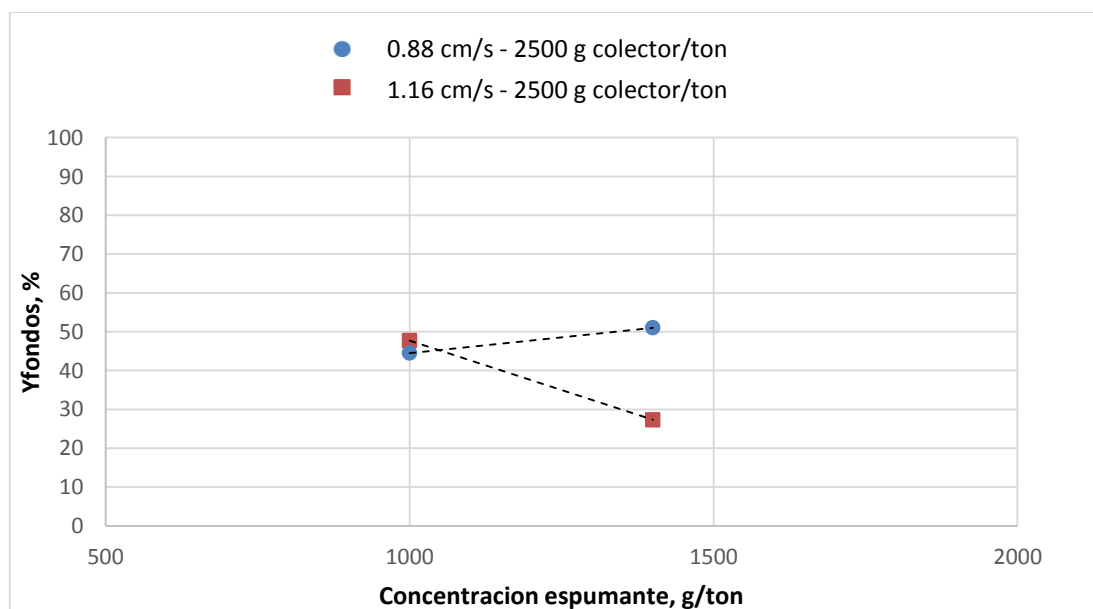


Figura 16. Yfondos vs. Concentración de espumante variando la velocidad del aire a concentración de colector de 2500 g/ton

Tal como se observa en la figura 15, el mayor rendimiento de fondos (63.2%) se obtuvo a la concentración de espumante de 1000 g/ton, concentración de colector de 1500 g/ton y velocidad del aire de 1.16 cm/s. Esas condiciones de operación posiblemente hacen que exista menor atrapamiento del material orgánico en las burbujas de aire y por lo tanto alta recuperación de masa en el fondo de la columna.

En la figura 15 se presenta el Yfondos en función de la concentración de espumante variando la velocidad del aire a la concentración de colector de 1500 g/ton. Se observa que usando baja concentración tanto de colector de 1500 g/ton como de velocidad de aire de 0.88 cm/s, existe la tendencia a incrementarse el Yfondos con el aumento de la concentración de espumante (desde 1000 a 1400 g/ton). Sin embargo, al usar mayor velocidad de aire de 1.16 cm/s con la misma concentración de espumante, se observó un comportamiento contrario. Lo anterior se podría deber a que al usar alta concentración de espumante (1400 g/ton) y alta velocidad de aire (1.16 cm/s) se produce alta concentración de burbujas de aire, las cuales atrapan más materia orgánica, reflejándose en una disminución de la masa de fondos.

En la figura 16 se presenta el Yfondos en función de la concentración de espumante variando la velocidad del aire a la concentración de colector de 2500 g/ton. Al comparar los datos de Yfondos en las figuras 15 y 16 se observa que en general, al incrementar la concentración de colector de 1500 a 2500 g/t, los Yfondos decrecen. Posiblemente mayor concentración de espumante produce partículas de ceniza mas hidrófobas, las cuales son atrapadas por burbujas de aire y son arrastradas al tope de la columna., y por lo tanto, se reduce la masa de los fondos.

4.5 Análisis estadístico de las pruebas en columna de flotación con *bias* negativo de 0.218

Con los datos de la tabla 8 se generó un modelo estadístico que describiese los resultados y se estableció una correlación de la RI en cenizas volantes para un columna de flotación operando en *bias* negativo en función de la concentración de espumante,

colector y velocidad de aire. Para la elaboración del modelo se normalizaron los niveles de concentración de espumante, concentración de colector y velocidad de aire, y con ayuda de un paquete computacional se encontraron los coeficientes del modelo. Los valores normalizados (X_1 , X_2 , X_3) y la variable de respuesta (Y) para cada uno de los pruebas se presentan en la tabla 9.

Tabla 9. Variables reales y normalizadas para el modelo estadístico de flotación en columna con *bias* negativo.

Prueba	Flujo de Aire		Colector		Espumante		RI, %
	λ_1	x_1	λ_2	x_2	λ_3	x_3	Y
1	0.88	-1	1500	-1	1000	-1	38.9
2	1.16	1	1500	-1	1000	-1	39.3
3	0.88	-1	2500	1	1000	-1	57.6
4	1.16	1	2500	1	1000	-1	48.4
5	0.88	-1	1500	-1	1400	1	25.4
6	1.16	1	1500	-1	1400	1	35.7
7	0.88	-1	2500	1	1400	1	35.2
8	1.16	1	2500	1	1400	1	42.5
9	0.8	-1.68	2000	0	1200	0	41.8
10	1.28	1.68	2000	0	1200	0	46.3
11	1	0	1160	-1.68	1200	0	49.0
12	1	0	2840	1.68	1200	0	42.8
13	1	0	2000	0	864	-1.68	39.2
14	1	0	2000	0	1536	1.68	40.9
15	1	0	2000	0	1200	0	67.3
16	1	0	2000	0	1200	0	67.9
17	1	0	2000	0	1200	0	65.0

Con los resultados obtenidos se ajustó un modelo matemático de segundo orden de siguiente forma:

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 + b_{33}x_3^2 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3$$

[8]

Empleando una notación matricial definida por:

$$\beta = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad [9]$$

Y con ayuda del programa computacional Matlab se encontraron las constantes para la ecuación anterior:

$$\begin{aligned} b_0 &= 66.86 & b_1 &= 1.20 & b_2 &= 2.51 & b_3 &= -3.13 & b_{11} &= -8.37 & b_{22} &= -7.72 \\ b_{33} &= -9.80 & b_{12} &= -1.57 & b_{13} &= 3.31 & b_{23} &= -1.41 \end{aligned}$$

La ecuación 10 modela el experimento con los coeficientes calculados.

$$Y = 66.86 + 1.20x_1 + 2.51x_2 - 3.13x_3 - 8.37x_1^2 - 7.72x_2^2 - 9.80x_3^2 - 1.57x_1x_2 + 3.31x_1x_3 - 1.41x_2x_3 \quad [10]$$

Según el modelo, el factor que más influyó sobre la reducción de inquemados en flotación en columna con *bias* negativo de ceniza volante es el efecto individual de la concentración de espumante, donde el coeficiente b_{33} tiene el valor más alto de los coeficientes calculados (-9.80), seguido por el efecto individual de la velocidad de aire (-8.37) y por último el efecto individual de la concentración de colector (-7.72).

La disminución de la tensión superficial, afecta la estabilidad de la interfase aire-agua gracias al efecto de la concentración de espumante. Por eso es de esperar que la concentración de este reactivo afecte considerablemente el proceso de flotación, especialmente la recuperación másica y de minerales, afectando la selectividad de la flotación del material orgánico.

No se observó un efecto significativo por parte de la concentración del colector posiblemente por las altas concentraciones utilizadas en los niveles de este factor para una cantidad baja de materia orgánica disponible para flotar, es decir, que con una cantidad mayor de colector aumenta la hidrofobicidad del material a flotar y se retira

mayor cantidad de inquemados. La ceniza es un producto altamente oxidado debido a la combustión que ha experimentado previamente y esto le confiere una condición hidrofóbica relativamente baja. Lo anterior significa que si hay exceso de colector en el proceso se puede correr el riesgo de aumentar la hidrofobicidad de la ceniza repercutiendo en la flotación de la misma junto con el material orgánico y por consiguiente una reducción en el rendimiento (Navarro, 2012). Si las pruebas están acondicionadas con altas cantidades de colector no se verá un cambio significativo en la flotación del material orgánico, pero afecta el rendimiento, debido a que cuando la cantidad de colector se incrementa, el rendimiento disminuye. Esto se corrobora con datos de la tabla 8, donde con la concentración máxima de colector, el rendimiento másico es bajo (28.8%).

Con bajas velocidades de aire no hay área superficial suficiente para que todo el material potencialmente flotable flote, mientras que con altas velocidades de aire el proceso puede experimentar arrastre hidrodinámico (*entrainment*). El arrastre hidrodinámico ocurre cuando la partícula se arrastra con el líquido (agua), que ocupa los espacios entre las burbujas de aire, y logra alcanzar el tope de la columna recuperándose en la corriente de flotados. (George, Nguyen & Jameson, 2004). En la flotación por columna el arrastre hidrodinámico es conflictivo debido a que este no es un mecanismo selectivo, es decir, tanto el material orgánico como el mineral pueden estar presentes en el líquido que se arrastra entre las burbujas de aire. (Warren, 1985)

El análisis de varianza del modelo estadístico se muestra en la tabla 10.

Tabla 10. ANOVA del modelo estadístico para la flotación en columna con *bias* negativo de cenizas volantes.

Fuente	gl	Suma cuadrados	Promedio de cuadrados	Valor F	Valor p
Modelo	9	1978.85	219.87	4.74	0.026
Error	7	324.81	46.4		
Total	16	2303.65			

De acuerdo a la tabla 10, el modelo descrito por la ecuación 4 representa los resultados del diseño experimental, dado que el valor F calculado es mayor que el F crítico tabulado (3.68) para una confianza del 95%, y el valor de p es inferior al nivel de significancia alfa del 0.05. Esto confirma que el modelo correlaciona adecuadamente los resultados experimentales.

La tabla 11 muestra el valor de la variable de respuesta predicho por el modelo anterior comparándolo con el valor experimental. La desviación con respecto a los valores experimentales y los valores calculados se representan a través del coeficiente de correlación R^2 , que establece si el modelo anterior correlaciona adecuadamente los valores experimentales. La ecuación 11 define este coeficiente.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum (y_{calc,i} - y_{exp,i})^2}{\sum (y_{exp,prom} - y_{exp,i})^2}$$

[11]

El coeficiente de correlación R^2 para este modelo es de 0.86 y como se muestra en la tabla 10 el modelo correlaciona los resultados experimentales con un nivel de confianza de 95%.

Tabla 11. Variable de respuesta calculada con el modelo y variable experimental.

Prueba	Variables			Y _{exp}	Y _{calc}
	X ₁	X ₂	X ₃		
1	-1	-1	-1	38.9	40.7
2	1	-1	-1	39.3	39.6
3	-1	1	-1	57.6	51.7
4	1	1	-1	48.4	44.3
5	-1	-1	1	25.4	30.7
6	1	-1	1	35.7	42.8
7	-1	1	1	35.2	36.0
8	1	1	1	42.5	41.9
9	-1.68	0	0	41.8	41.2
10	1.68	0	0	46.3	45.2
11	0	-1.68	0	49.0	40.8
12	0	1.68	0	42.8	49.3
13	0	0	-1.68	39.2	44.5
14	0	0	1.68	40.9	33.9
15	0	0	0	67.3	66.9
16	0	0	0	67.9	66.9
17	0	0	0	65.0	66.9

Derivando la ecuación del modelo respecto a cada variable e igualando a cero, se determinan los flujos de aire, concentración de colector y espumante que pueden lograr la mayor reducción de carbono no quemado en la separación.

$$\frac{dY}{dx_1} = 1.20 - 16.74x_1 - 1.57x_2 + 3.31x_3 = 0 \quad [12]$$

$$\frac{dY}{dx_2} = 2.51 - 15.44x_2 - 1.57x_1 - 1.41x_3 = 0 \quad [13]$$

$$\frac{dY}{dx_3} = -3.13 - 19.6x_3 + 3.31x_1 - 1.41x_2 = 0 \quad [14]$$

Resolviendo el sistema de tres ecuaciones con tres incógnitas se obtiene:

$$x_1 = 0.022 \quad x_2 = 0.176 \quad x_3 = -0.168$$

Al decodificar los valores x_1 , x_2 y x_3 arriba obtenidos, se obtiene los valores de las variables de control que maximizan la reducción de carbono no quemado, los cuales son 1.00 cm/s de velocidad de aire, 2073 g/ton de colector y 1166 g/ton de espumante. Se hizo una prueba utilizando estas condiciones óptimas, los resultados mostraron un porcentaje de carbono no quemado de 1,7% en los fondos por lo tanto se mostró una reducción de inquemados de 83% y una reducción másica de carbono no quemado de 90.7%.

Las figuras 17,18 y 19 representan las superficies de respuesta que se generan usando el programa Matlab, fijando una de las variables de control en el punto óptimo, en las que se observa una cresta con un punto máximo de reducción de carbono no quemado para los niveles trabajados en el modelo.

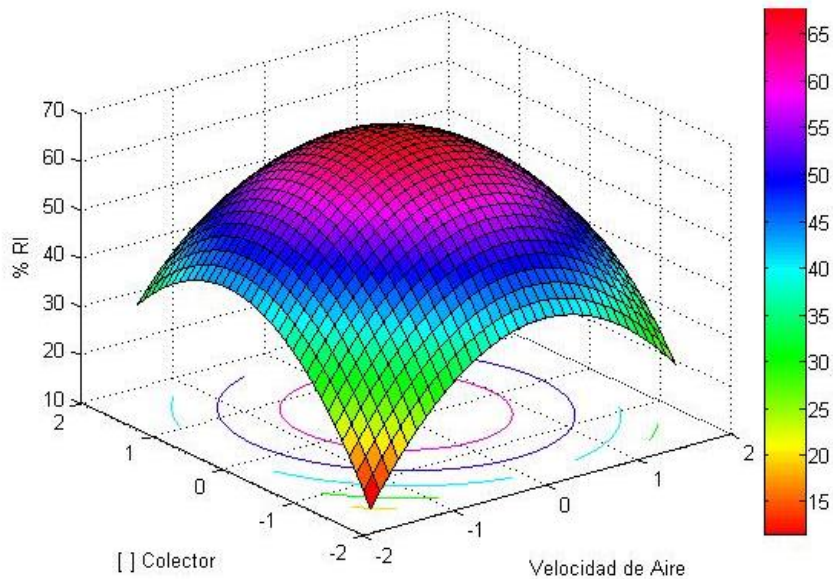


Figura 17. Superficie de respuesta con concentración de espumante fijo.

En la figura 17 se puede observar que dejando la concentración de espumante (1166 g/ton) fija en el punto óptimo se puede lograr una reducción de carbono no quemado de

un orden mayor al 60% cercanos a los puntos cero de concentración de colector y velocidad de flujo de aire, mientras que para los puntos extremos negativos se obtiene la menor reducción de carbono no quemado cercanos al 10%.

Al dejar fija la concentración de colector en 2073 g/ton como se muestra en la figura 18, se observar el efecto que tiene la concentración de espumante y la velocidad de flujo de aire, al utilizar una concentración máxima de espumante (1536g/ton) y una velocidad de flujo de aire de 0.80 cm/s se presentan la menor reducción de carbono no quemado menor al 10%,y la mejor reducción se observa en los puntos cercanos a los puntos centrales de concentración de espumante y velocidad de flujo de aire.

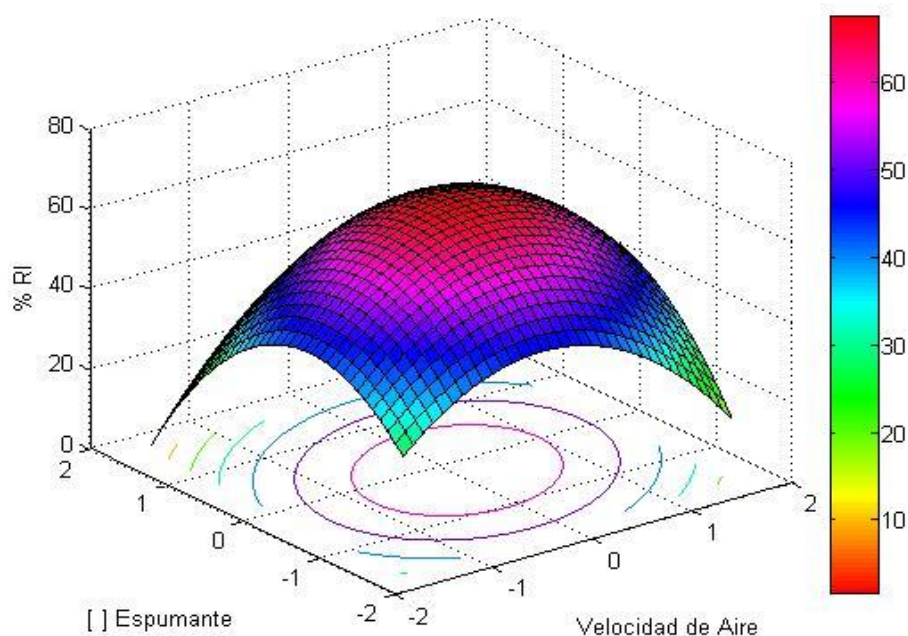


Figura 18. Superficie de respuesta con concentración de colector fijo

En la figura 19, donde se deja fija la velocidad de aire en 1.00 cm/s, se observa que a concentraciones bajas de colector (1160 g/ton) y en los puntos extremos de concentración de espumante (con la mayor concentración de espumante 1536g/ton y la

menor concentración de 864g/ton), se dan las reducciones más bajas de carbono no quemado de las cenizas volantes, al igual que en los casos anteriores los mejores resultados se dan en los puntos centrales de estas variables.

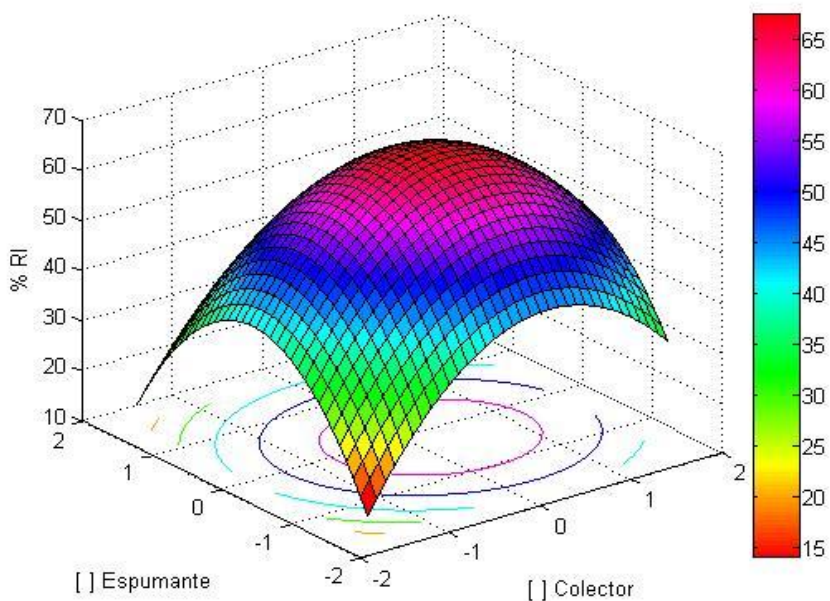


Figura 19. Superficie de respuesta con velocidad de aire fija.

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

5.1. CONCLUSIONES

Experimentalmente se encontró que se puede conseguir una reducción de carbono no quemado hasta del 68%. Es posible encontrar mejores reducciones variando la concentración de reactivos y la velocidad de aire en el experimento. Con el modelo obtenido se puede encontrar un máximo de reducción.

De acuerdo al análisis realizado las cenizas volantes tiene una concentración de carbono no quemado de 9,24 % (p/p, base seca). El porcentaje restante corresponde a material mineral, que está siendo desaprovechado y que representa una problemática tanto económica como ambiental.

El potencial de limpieza, establecido por el análisis “*release*”, indica que para la concentración de 10% se obtienen los mejores resultados de recuperación inorgánica y menor porcentaje de inquemados en los fondos de 85.4% y 1.4% respectivamente.

Las pruebas de flotación en columna con *bias* negativo mostraron una reducción máxima de carbono no quemado de 65%, con un contenido de material orgánico de 3.2%. Estos resultados se lograron con una concentración de 1200 g/ton de espumante aerofroth 65, 2000 g/ton de colector queroseno y un flujo de aire de 1 cm/s, valores para los cuales se alcanzó también la mayor recuperación mineral (70.3%) y rendimiento másico (64%).

También se evidenció que la concentración de espumante es el factor más influyente en la remoción de carbono no quemado, seguido por el flujo de aire, mientras que la concentración de colector y la interacción entre las tres variables no tienen un efecto significativo en la variable de respuesta.

El modelo estadístico generado a partir de los resultados de las pruebas de flotación en columna con *bias* negativo de cenizas volantes, el cual representa la reducción

orgánica de la operación en función de la concentración de espumante, concentración de colector y la velocidad del aire, y cuya validez fue demostrada mediante un análisis de varianza, logró correlacionar adecuadamente los datos experimentales, con un nivel de confianza de 0.95.

5.2. RECOMENDACIONES

Los resultados de esta investigación demostraron la capacidad que tiene la columna de flotación en la reducción de carbono no quemado en las cenizas volantes. Sin embargo, la particularidad y diversidad de cada material a flotar junto con la complejidad de la flotación hacen de esta investigación una posible base para estudios posteriores. Se sugieren entonces las siguientes recomendaciones:

- Implementar otras parejas de reactivos de flotación que puedan mejorar los resultados obtenidos en este proyecto en términos de beneficio del material mineral.
- Determinar los usos potenciales de la corriente de flotados, rica en carbono no quemado, para la producción de carbón activado o como posible fuente combustible.
- Encontrar una cinética de flotación en la que se tenga en cuenta la concentración de reactivos, la velocidad de flujo de aire y la concentración de sólidos en la pulpa a flotar, con el objetivo de realizar escalamientos a nivel industrial.

6. BIBLIOGRAFÍA

- Barraza, J. (2011). Avances en Flotación de Carbones: Aplicación en Colombia
Contenido. Brasil.
- Batistella, M. (2009). *Flotação em coluna sem a adição de água de limpeza: Fundamentos e aplicações*. Universidad Federal do Rio Grande Do Sul.
- Brown, D. W., & Hall, S. T. (1999). Froth flotation: preparation of a laboratory standard. *Fuel*, 78(14), 1621–1629. [http://doi.org/10.1016/S0016-2361\(99\)00108-8](http://doi.org/10.1016/S0016-2361(99)00108-8)
- Chagueza, D., & García, O. (2012). *Efecto de la concentración y del tipo de espumante y colector sobre la cinética de flotación de cenizas de fondo de caldera*. Universidad del Valle.
- George P., A.V. Nguyen., & G.J.Jameson (2004) Assessment of true flotation and entrainment in the flotation of submicron particles by fine bubbles. *Miner. Eng.* 17:847-853
- Cruz, F. (1999). *Instrumentación, control y adquisición de datos de una columna de flotación*. Universidad de Sonora.
- Guerrero, J. (2012). *Cinética de flotación de los lodos finos de carbón de la mina cerrejón (guajira) utilizando celda de flotación*. Universidad del Valle.
- Guerrero, J., Barraza, J., & Colom, P. (2011). Optimización de la eficiencia de separación en la flotación en celda de lodos finos de carbón. Cali, Colombia: IX Congreso Nacional y V Internacional De Ciencia Y Tecnologia Del Carbon Y Combustibles Alternativos.
- International Energy Agency. (2013). Coal.

- Lorenzo, M. (1993). *Influencia de dos tipos de cenizas volantes españolas en la microestructura y durabilidad de la pasta de cemento Portland hidratado*. Universidad Complutense de Madrid.
- Méndez, R. (2009). *Diseño de tejas prefabricadas de bajo coste que incorporan residuos industriales de carácter puzolánico para uso en países en vías de desarrollo*. Universidad Politécnica de Valencia.
- Navarro, I. (2012). *Remoción de carbono no quemado en cenizas de fondo de caldera mediante flotación por lotes*. Universidad del Valle.
- Pavez, O. (2002). *Apuntes Concentración de Minerales I*.
- Pinto, D. (2011). *Implementación de una columna de flotación para reducir el contenido de cenizas en carbones magallánicos*. Universidad de Magallanes.
- Rodríguez, M. (1996). *Estudio de aplicaciones de las cenizas volantes a la estabilización/solidificación en residuos industriales*. Universidad de Sevilla.
- SGC. (2013). Flotación de columna y de celda de contacto.
- Suárez, G., García, E., & Amariz, J. J. (2005). Flotación en columna como técnica de beneficio para minerales finos. *Tecnura*, (17), 4–15.
- Vásquez, J. (1995). *Procesamiento de minerales auríferos*. Bogotá, Colombia: Ministerio de Minas y Energía.
- Warren, L.J. (1985). Determination of the contributions of true flotation and entrainment in batch flotation tests. *Int. J. Miner. Process.* 14:33-44