

**CINÉTICA DE FLOTACIÓN DE LOS LODOS FINOS DE CARBÓN DE LA
MINA CERREJÓN (GUAJIRA) UTILIZANDO CELDA DE FLOTACIÓN**

JUAN SEBASTIÁN GUERRERO PÉREZ

Ingeniero Químico

UNIVERSIDAD DEL VALLE

PROGRAMA DE MAESTRÍA EN INGENIERÍA

ÁREA DE ÉNFASIS EN INGENIERÍA QUÍMICA

CALI – COLOMBIA

DICIEMBRE DE 2012

**CINÉTICA DE FLOTACIÓN DE LOS LODOS FINOS DE CARBÓN DE LA
MINA CERREJÓN (GUAJIRA) UTILIZANDO CELDA DE FLOTACIÓN**

**Tesis presentada como prerrequisito parcial para optar al título
de Magíster en Ingeniería Química**

Por
JUAN SEBASTIÁN GUERRERO PÉREZ
Ingeniero Químico

Director:
JUAN MANUEL BARRAZA BURGOS
Ingeniero Químico, M.Sc., Ph.D

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ÁREA DE ÉNFASIS EN INGENIERÍA QUÍMICA
CALI – COLOMBIA
DICIEMBRE DE 2012

Santiago de Cali, diciembre de 2012

Esta tesis titulada "***Cinética de flotación de los lodos finos de carbón de la mina Cerrejón (Guajira) utilizando celda de flotación***" elaborada por el ingeniero químico Juan Sebastián Guerrero Pérez se presenta a la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad del Valle como requisito parcial para optar al título de Magíster en Ingeniería Química.

Hemos revisado esta tesis y recomendamos su aprobación

JURADOS

RESUMEN

Determinar la cinética de la flotación, en el beneficio de minerales a través de esta técnica, es quizás el paso más relevante en el proceso de aplicar la flotación burbujeante a nivel industrial. Los parámetros cinéticos no sólo representan la rapidez con la que el mineral de interés se recupera a través de esta técnica, sino que constituyen la forma más rigurosa de establecer el efecto de las condiciones de operación sobre la efectividad del proceso, al tiempo que permiten dimensionar sistemas de flotación, y comparar y predecir el funcionamiento de los equipos.

En este estudio se evaluó la cinética de flotación de lodos finos de carbón provenientes de la planta de lavado de la mina Cerrejón (Guajira). Los lodos presentaron un porcentaje de ceniza del 64.9 %, y se procesaron con Queroseno como colector y dos espumantes, Metil Isobutil Carbinol (MIBC) y Aerofroth 65 (AF65), mediante pruebas cinéticas en una celda de flotación.

Los mejores resultados del estudio cinético se obtuvieron en las pruebas con AF65 y Queroseno. La mayor constante de la cinética rápida (0.6464 min^{-1}) se obtuvo a 907 g de Queroseno/ton Lodo Seco (LS) y 200 g/ton LS de AF65, concentraciones a las que se alcanzó la mayor recuperación orgánica (74.8 %) y el menor contenido de ceniza (22.5 %). Los datos cinéticos se ajustaron a los modelos de flotación de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu, en los cuales se obtuvieron coeficientes de correlación superiores a 0.98.

Sobre la base de los mejores resultados de las pruebas cinéticas, se realizaron corridas de flotación en columna, en las que a condiciones de concentración de espumante de 200 g/ton LS y velocidad de aire de 2.0 cm/s, se obtuvo el menor porcentaje de ceniza en los flotados (9 %), alta recuperación orgánica (93 %) y alto rendimiento másico (76 %).

Finalmente se realizaron una prueba de flotación en columna en dos etapas y otra empleando agua de los lodos proveniente de la mina Cerrejón en la preparación de la pulpa. Durante la corrida en dos etapas, los flotados se concentraron en materia

orgánica hasta alcanzar un porcentaje de ceniza de 8.3 % y un rendimiento másico de 67.8 %. Por su parte, la prueba con el agua de los lodos mostró no tener efecto apreciable sobre la efectividad de la flotación en el beneficio de los lodos en comparación con el agua potable usada en las demás pruebas en columna.

ÍNDICE GENERAL

INTRODUCCIÓN.....	12
1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS	14
1.1 CARBÓN.....	14
1.2 BENEFICIO DE CARBONES.....	16
1.3 FLOTACIÓN.....	17
1.3.1 Flotación por lotes.....	19
1.3.2 Flotación en continuo.....	19
1.3.3 Reactivos de Flotación	21
1.4 CINÉTICA DE FLOTACIÓN.....	22
1.4.1 Modelo cinético clásico.....	22
1.4.2 Otros enfoques cinéticos.....	25
1.4.3 Otros modelos cinéticos de flotación.....	26
1.5 ANALISIS “RELEASE”	27
1.6 TENSIÓN SUPERFICIAL.....	30
2. EQUIPOS, MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL 32	
2.1 EQUIPOS.....	32
2.1.1 Celda de flotación.....	32
2.1.2 Columna de flotación.....	33
2.1.3 Sistema de Filtración	37
2.1.4 Balanza	37
2.1.5 Horno de secado para determinación de humedad.....	38
2.1.6 Mufla para determinación de cenizas.....	38
2.1.7 Análisis Infrarojo (FTIR)	38
2.1.8 Difracción de Rayos X (DRX)	38
2.2 MATERIALES.....	39
2.2.1 Lodos de carbón	39
2.2.2 Reactivos de flotación	39
2.2.3 Agua.....	40

2.3	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	40
2.3.1	Obtención y separación de lodos secos.....	40
2.3.2	Caracterización del lodo seco.....	40
2.3.3	Pruebas preliminares de flotación en celda.....	41
2.3.4	Pruebas cinéticas de flotación en celda	42
2.3.5	Análisis “Release”	45
2.3.6	Pruebas en columna de flotación.....	46
3.	ANÁLISIS Y RESULTADOS	49
3.1	CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS FINOS DE CARBÓN.....	49
3.1.1	Contenido de cenizas.....	49
3.1.2	Análisis de Infrarrojo (FTIR)	50
3.1.3	Análisis de Difracción de Rayos X (DRX)	51
3.2	PRUEBAS PRELIMINARES DE FLOTACIÓN EN CELDA.....	52
3.2.1	Pareja MIBC-Queroseno	52
3.2.2	Pareja AF65-Queroseno	53
3.3	ESTUDIO CINÉTICO DE FLOTACIÓN DE LODOS FINOS DE CARBÓN	54
3.3.1	Pareja MIBC-Queroseno	54
3.3.2	Pareja AF65-Queroseno	61
3.3.3	Modelos cinéticos de primer orden en la flotación de lodos.....	68
3.4	ANÁLISIS “RELEASE” DE LA FLOTACIÓN DE LODOS FINOS DE CARBÓN CON LA PAREJA AF65-Queroseno	71
3.5	PRUEBAS EN COLUMNA DE FLOTACIÓN	73
3.5.1	Diseño experimental para la flotación en columna de lodos finos de carbón .	73
3.5.2	Análisis de DRX de muestras flotadas y fondos obtenidas en columna	78
3.5.3	Corrida de flotación en columna en dos etapas.....	79
3.5.4	Efecto del agua proveniente de la planta de lavado de la mina Cerrejón (Guajira) en la flotación.....	82
4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	83
4.1	CONCLUSIONES	83
4.2	RECOMENDACIONES	86
5.	BIBLIOGRAFÍA.....	88
6.	ANEXOS	90

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Proceso de flotación de carbón por lotes	19
Figura 2. Esquema de flotación en continuo.....	20
Figura 3. Enfoque del modelo cinético clásico de flotación.....	23
Figura 4. Esquema del procedimiento de análisis “release” (Piñeres, 2008)	28
Figura 5. Ejemplo de curva “Release” (Piñeres, 2008)	29
Figura 6. Celda de flotación.....	32
Figura 7. Esquema de la columna de flotación.....	34
Figura 8. Columna de flotación: (a) Zona de limpieza, (b) Zona de alimentación ..	34
Figura 9. Esquema del sistema de alimentación de la columna de flotación	35
Figura 10. Sistema de inyección de aire a la columna de flotación.....	37
Figura 11. Obtención de las constantes del modelo cinético clásico a partir de datos de recuperación de materia orgánica vs. tiempo.....	44
Figura 12. Espectro infrarrojo de la muestra original de lodos finos de carbón	51
Figura 13. Difractograma de la muestra original de lodos finos de carbón	52
Figura 14. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 227 g/ton LS de Queroseno	55
Figura 15. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 454 g/ton LS de Queroseno	55
Figura 16. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 907 g/ton LS de Queroseno	56
Figura 17. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 227 g/ton LS de Queroseno	62
Figura 18. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 454 g/ton LS de Queroseno	63
Figura 19. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 907 g/ton LS de Queroseno	63
Figura 20. Análisis “release” de la flotación de lodos finos de carbón con la mezcla AF65-Queroseno	72

Figura 21. Grado de ajuste del modelo estadístico a los datos experimentales de la flotación en columna de lodos finos de carbón	78
Figura 22. Difractogramas de la muestra original de alimento y corrientes de fondo y flotado en la corrida LF1J2	79
Figura 23. Esquema y resultados de la flotación en columna en dos etapas de lodos finos de carbón.....	81

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación de los carbones de acuerdo al rango.....	15
Tabla 2. Características de los espumantes empleados.....	39
Tabla 3. Condiciones de operación usadas en la columna de flotación	47
Tabla 4. Diseño experimental usado en las pruebas en columna	47
Tabla 5. Análisis próximo de lodos, base seca (bs), -60M	49
Tabla 6. Pruebas preliminares de flotación en celda con MIBC.....	53
Tabla 7. Pruebas preliminares de flotación en celda con AF65	54
Tabla 8. Constantes cinéticas rápidas y lentas de flotación de lodos (Modelo clásico), cenizas, recuperaciones orgánicas y rendimiento másico acumulado usando la mezcla MIBC-Kerosene.....	58
Tabla 9. ANOVA del efecto de las concentraciones de los reactivos sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la pareja MIBC-Queroseno.....	59
Tabla 10. Constantes cinéticas rápidas y lentas de flotación de lodos (Modelo clásico), cenizas, recuperaciones orgánicas y rendimiento másico acumulado usando la mezcla AF65-Queroseno.....	64
Tabla 11. ANOVA del efecto de las concentraciones de los reactivos sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la pareja AF65-Queroseno.....	66
Tabla 12. Parámetros de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu para la flotación de lodos finos de carbón	68
Tabla 13. Grado de ajuste de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu para la flotación de lodos finos de carbón	70
Tabla 14. Resultados de las corridas de flotación en columna de lodos finos de carbón.....	74
Tabla 15. Variables reales y normalizadas requeridas para el modelo estadístico de flotación en columna.....	76

Tabla 16. ANOVA del modelo estadístico para la flotación en columna de lodos finos de carbón (Recuperación orgánica en función de la concentración de espumante y la velocidad de aire).....	77
---	----

Tabla 17. Efecto del agua del Cerrejón (Guajira) sobre el rendimiento y el contenido de ceniza en la flotación en columna de lodos finos de carbón	82
---	----

INTRODUCCIÓN

El Cerrejón (Guajira) es la mina de carbón a cielo abierto más grande del mundo y se destaca a nivel nacional y mundial en la producción de carbones “limpios”, sin embargo, carbones con alto contenido de materia mineral que se obtienen en algunos frentes de explotación se procesan en una planta de lavado que mejora sus características.

La planta de lavado procesa entre 350 y 500 ton/h de carbón y genera alrededor de 195 ton/h de lodos finos los cuales presentan alto contenido de materia mineral. Se espera que esta cifra se duplique a corto plazo con la ampliación de la capacidad de lavado de la planta a 1000 ton/h. Actualmente, los lodos se disponen en el embalse Cantor, donde se han almacenado durante todo el tiempo de operación de la planta y cuya vida útil está terminando, debido a la inminente saturación que se espera como consecuencia del aumento de flujo de estos lodos.

El problema económico y ambiental que representa la disposición de estos residuos para la compañía Cerrejón y las comunidades vecinas, precisa buscar la forma de valorizar estos lodos finos de carbón, disminuyendo su porcentaje de materia mineral a través de procesos de mejoramiento o limpieza, que eviten que dicho material sea simplemente desechado en un embalse y que permitan aprovechar todas sus potencialidades.

Pese a que existen diversas técnicas de limpieza que pueden aplicarse para recuperar el material combustible presente en los lodos producidos en la planta de lavado de la mina El Cerrejón, la más apropiada es la flotación espumante, la cual se aplica preferencialmente a tamaños de partícula finos donde la materia orgánica se encuentre liberada. Ésta técnica genera altas recuperaciones y selectividades para diferentes condiciones de operación, de acuerdo a las características del material flotado.

Además de determinar el potencial de limpieza de estos lodos finos, es necesario, para la implementación de la técnica a nivel industrial, determinar los parámetros cinéticos de la operación, que permitan dimensionar los equipos necesarios para acoplar a la planta de lavado una unidad de recuperación de carbón. Para ello, se requieren pruebas cinéticas de flotación en operación por lotes, cuyos resultados son la base para experimentos en equipos de operación en continuo, como los que se requerirían a escala industrial.

Con miras a plantear una solución al problema de disposición de estos lodos y aprovechar su material combustible, en este trabajo se evaluó la cinética de flotación del material en un equipo de operación por lotes empleando dos parejas distintas de reactivos, evaluando el efecto de la concentración de espumante y la concentración de colector sobre los parámetros cinéticos. Sobre la base de los mejores resultados obtenidos en las pruebas cinéticas, se realizaron ensayos de flotación en continuo en columna, donde se analizó el efecto de la velocidad de aire y la concentración de espumante sobre el porcentaje de recuperación del material orgánico presente en los lodos finos de carbón. Lo anterior con el fin de demostrar la viabilidad técnica de la flotación como proceso de beneficio del material estudiado.

El documento se ha dividido en 4 capítulos: En el primer capítulo se presenta un marco teórico general del estudio; en el segundo capítulo se exhibe el desarrollo experimental; en el tercer capítulo se muestran los resultados y análisis de resultados, mientras que en el cuarto capítulo se presentan las conclusiones y recomendaciones del estudio.

1. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.1 CARBÓN

El carbón es una roca sedimentaria, localizada generalmente bajo una capa de arena, pizarra o arcilla, que se utiliza como combustible fósil gracias a su alto contenido de carbono. El carbón se origina como un producto de la descomposición de diversos materiales orgánicos provenientes de los abundantes bosques de la era carbonífera, hace aproximadamente 300 millones de años (Hernández, 2006). Estos restos orgánicos se depositaron en las aguas colindantes a las orillas costeras o muchas veces pantanosas, quedando bajo intensas y cuantiosas capas de agua, donde comenzaron a descomponerse en presencia de bacterias anaeróbicas.

Este combustible, compuesto principalmente por carbono, hidrógeno, nitrógeno, oxígeno y azufre, debe su formación a un proceso en dos etapas: la diagénesis, donde los restos orgánicos se descomponen; y el metamorfismo, procedimiento tras el cual los sedimentos se consolidan gracias a las diferentes presiones y altas temperaturas (Danús y Vera, 2010). Por ello, cada muestra de carbón es esencialmente única, pues depende de factores como el tipo de material donde inicia la carbonización, el entorno donde se madura y el tipo de bacterias que contribuyen a su formación.

Existen varios tipos de carbón que van desde la turba, que es el carbón de menor rango, pasando por lignitos, bituminosos y la antracita, el cual es el carbón de mayor rango. Los criterios de clasificación están en función de variables como el grado de carbonización o porcentaje de carbono fijo, contenido de materia volátil, humedad y poder calorífico, características que además determinan los usos de este combustible dependiendo de la calidad del mineral. La Tabla 1 muestra la clasificación de los carbones según la American Society for Testing and Materials (UPME, 2005).

Tabla 1. Clasificación de los carbones de acuerdo al rango (UPME, 2005)

Tipo	Carbono Fijo (%)	Material Volátil (%)	Contenido Humedad (%)	Poder Calorífico (Btu/lb)	Poder Calorífico (MJ/Kg)	Poder Calorífico (Kcal/Kg)
Antracita	86 – 98	1	< 15	> 14.000	> 32.6	> 7.780
Bituminoso	45 – 86	32	15 – 20	10.500 – 14.000	24.5 – 32.6	5.800 – 7.780
Subbituminoso	35 – 45	50	20 – 30	7.800 – 10.500	18.2 – 24.5	4.300 – 7.780
Lignito y Turba	25 – 35	96	> 30	4.000 – 7.800	9.3 – 18.2	2.200 – 4.300

El carbón se encuentra geológicamente dispuesto en mantos formados de estructuras mineralizadas horizontales o cercanas a la horizontal que pueden tener diversos espesores y encontrarse a distintas profundidades, intercaladas por capas de rocas sedimentarias. La disposición de los mantos carboníferos y las formaciones rocosas que los acompañan, definen las tecnologías de extracción y, en gran parte, el contenido de materia mineral no combustible que acompaña al carbón. Esta materia mineral influye negativamente al usar el carbón en procesos como la generación de energía eléctrica, la conversión en coque para fines químicos y metalúrgicos, y la transformación a productos de mayor valor comercial por gasificación y licuefacción (Montoya, 2000).

Entre los recursos energéticos no renovables, el carbón ocupa el primer lugar en abundancia, siendo a largo plazo la reserva energética mundial más importante. Los grandes volúmenes de reservas y los bajos costos de aprovechamiento han sido determinantes para mantener el carbón como una importante fuente de energía primaria en el mundo, rol en el que supera al gas natural y las hidroeléctricas. Sus mayores reservas se encuentran en países como Estados Unidos, Rusia, China, India y el sur de África. En América Latina son importantes como recurso económico las reservas de Brasil, Colombia y Venezuela (Ruiz, 2009).

Por otro lado, los mayores productores de carbón son al mismo tiempo los países que más consumen energía proveniente del mismo. Tal es el caso de China, India y Estados Unidos, grandes productores cuyas economías

requieren un elevado consumo energético que en su mayoría se suple a partir de carbón. De la producción mundial de carbón, sólo un porcentaje cercano al 7% se utiliza como coque en la industria metalúrgica, la producción restante se destina principalmente a la generación de energía de eléctrica, suministrando el 41% de la necesidad mundial de este tipo de energía (EIA, 2007).

1.2 BENEFICIO DE CARBONES

Las características del carbón extraído dependen de muchos factores, entre los que se destacan las tecnologías utilizadas en la extracción del material, el método de extracción y el proceso de formación del carbón. Debido a estas condiciones, el carbón presenta en su composición materiales inorgánicos que forman parte del material combustible de dos maneras distintas. En un primer caso proceden de los elementos inorgánicos presentes en la estructura íntima de los vegetales superiores que dieron origen al carbón. En un segundo caso, el material inorgánico procede de los sedimentos rocosos, que se produjeron simultáneamente durante la formación del carbón.

La materia mineral del primer tipo, que puede denominarse intrínseca, no puede eliminarse mediante procesos de beneficio, pero afortunadamente tienen menor importancia frente a la materia mineral de origen sedimentario. La eliminación o separación de este material inorgánico es el objetivo de los procesos de beneficio de carbones (Alcaide y Alonso, 2007). La preparación o beneficio de carbones es el conjunto de técnicas que permiten separar las impurezas inorgánicas de la materia carbonosa, teniendo como finalidad mejorar la calidad de un carbón, disminuyendo su contenido de cenizas y consecuentemente, aumentando su poder calorífico.

Estas técnicas pretenden recuperar la mayor cantidad posible de material carbonoso, al mismo tiempo busca que el material inorgánico separado, presente ciertas características para que su disposición final origine un

menor impacto al medio ambiente. Debido al incremento en la demanda mundial de carbón y las leyes ambientales y de salud, la necesidad de mejorar la calidad de carbón aumentó significativamente en los últimos años (WCI, 2007). Entre los métodos de beneficio de carbón, los más destacados son la separación gravimétrica en medio denso y la flotación espumante, técnicas que tiene usos específicos debido a sus condiciones de operación y a las características del material a beneficiar.

En la separación gravimétrica en medio denso que se realiza en las plantas de lavado de carbón, se aprovechan las diferencias de densidades existentes entre la materia orgánica y la materia mineral, para reducir el contenido de impurezas del material extraído. En estas plantas, el carbón previamente se acondiciona en un proceso de molienda para homogenizar el tamaño y liberar la materia orgánica. Posteriormente, el carbón se lava utilizando usualmente magnetita como medio de separación en un ciclón. La materia orgánica por tener una densidad menor que la materia mineral sale por el tope del ciclón, mientras que la materia mineral sale por el fondo. Posteriormente se recupera la magnetita con la ayuda de electroimanes que la separan para reutilizarla (Rojas y Barraza, 2008).

Los lodos finos de carbón provenientes de las colas de las plantas de lavado, constituyen el tipo de material indicado para beneficiarse mediante flotación espumante, otra de las técnicas de beneficio más comunes que busca recuperar la mayor cantidad de materia orgánica presente en fracciones finas de carbón.

1.3 FLOTACIÓN

La flotación es un proceso selectivo empleado en la separación de partículas liberadas y mezcladas, en las cuales existe diferencia de hidrofobicidad. Esta importante técnica permite la concentración de materia orgánica en minerales complejos, aumentando su calidad y la rentabilidad económica de su utilización (Montoya, 2000). La flotación espumante se usa ampliamente

para la separación de minerales y materiales no metálicos como el carbón y puede realizarse en operación por lotes en celdas de flotación o de forma continua usando columnas de flotación o circuitos de celdas, con materiales de granulometría fina.

Debido a la heterogeneidad del carbón, su flotabilidad depende de factores tales como su composición petrográfica, grado de carbonificación y oxidación. Además, la hidrofobicidad de la superficie del carbón está relacionada con el contenido de carbono y con los grupos funcionales que contienen oxígeno (Piñeres, 2008). Básicamente, la flotación espumante de carbón, se conoce como un proceso de beneficio que aprovecha las diferencias fisicoquímicas de las superficies de la materia combustible altamente hidrófoba y la materia mineral, principalmente hidrofílica.

En la flotación, se introduce un flujo de aire a una suspensión acuosa de partículas finas de carbón (pulpa), de tal manera que se generen burbujas a las cuales se adhiere la materia orgánica, mientras que la materia mineral tiende a quedarse en la suspensión acuosa. Este proceso se considera complejo, debido a la cantidad de variables que intervienen en él, entre las cuales, además de las características superficiales del carbón relacionadas con su composición, rango y grado de oxidación, se resaltan el tamaño de partícula, flujo de aire, agitación, pH de la suspensión y reactivos de flotación (Montoya, 2000; Piñeres, 2008).

Pese a su complejidad, este proceso es común a nivel mundial en la limpieza de carbones debido a su bajo costo de diseño, montaje, operación y espacio requerido, además de los altos rendimiento de material combustible que se obtienen en un amplio rango de condiciones de operación. Dependiendo de la cantidad y necesidades de tratamiento, la flotación puede realizarse en operación por lotes o continúa.

1.3.1 Flotación por lotes

La flotación por lotes se utiliza principalmente a nivel de laboratorio, aunque se dispone de equipos industriales de volúmenes mayores de 200 m³. El equipo, conocido como celda de flotación, se compone de un tanque donde se encuentra la suspensión, que se agita continuamente para promover una mezcla homogénea. Se inyecta aire desde la parte inferior del tanque, formando burbujas, a las cuales se les adhieren las partículas hidrofóbicas. Por diferencia de densidad entre las burbujas y la suspensión se forma una capa de espuma en la parte superior de la celda (corriente de concentrado), mientras las partículas hidrofílicas se mantienen en la solución, las cuales se decantan y forman los residuos (corriente de fondos). Típicamente en la flotación directa, es la corriente de concentrado la que contiene los componentes deseados. La Figura 1, presenta un esquema del proceso de flotación de carbón por lotes.

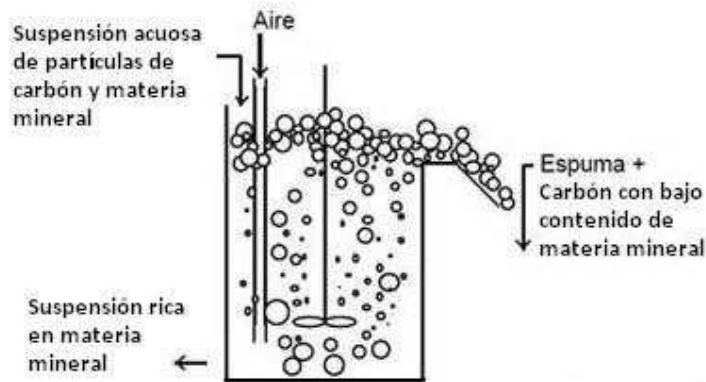


Figura 1. Proceso de flotación de carbón por lotes

1.3.2 Flotación en continuo

La flotación continua es el proceso de mayor aplicación debido a su bajo costo de diseño, montaje, operación y espacio requerido, además de los altos rendimientos que se obtienen en un amplio rango de condiciones

(Matis, Gallios y Kydros, 1993; Huang et. al., 2003; Barraza y Piñeres, 2005). El principio de operación es similar a la flotación por lotes.

En la columna, la suspensión se alimenta continuamente en algún punto de la parte superior del equipo, mientras se inyecta aire por la parte inferior del mismo y se hace pasar por un plato poroso o burbujeador con el fin de distribuir de manera uniforme las burbujas a través de toda el área transversal de la columna. El contacto a contracorriente permite la adhesión de las partículas hidrofóbicas a las burbujas, las cuales ascienden y se ubican en la parte superior de la columna donde se depositan en un recipiente donde pueden retirarse de manera mecánica. Un esquema del funcionamiento de la columna de flotación se presenta en la Figura 2.

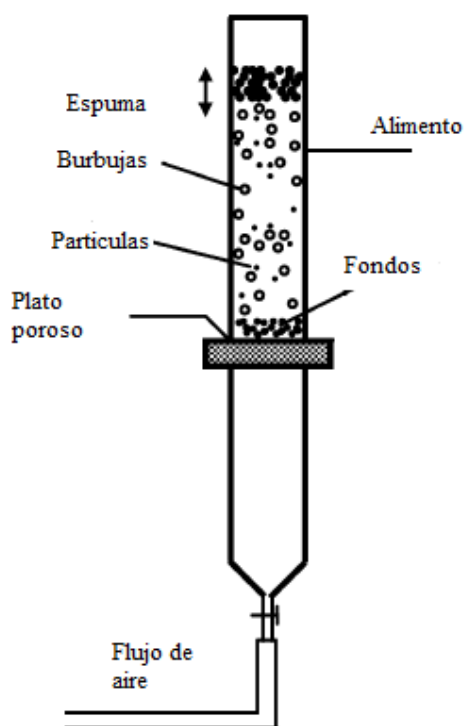


Figura 2. Esquema de flotación en continuo

1.3.3 Reactivos de Flotación

Para el acondicionamiento de las características del sistema se utiliza una gran variedad de reactivos cuyas dosificaciones se determinan por recomendaciones bibliográficas o por pruebas preliminares efectuadas sobre el material a flotar.

1.3.3.1 *Colectores*

Son reactivos de origen orgánico, lo que indica su alta hidrofobicidad. Usualmente el colector se agrega al agua donde se diluye la pulpa y se permite un periodo de acondicionamiento entre estas dos sustancias con la ayuda del sistema de agitación. La función de este reactivo es promover el contacto y la adhesión selectiva entre las partículas orgánicas y las burbujas de aire, produciendo una delgada capa sobre la partícula a flotar, la cual reemplaza la capa de agua que recubre el material, adsorbiéndose en la superficie y produciendo en el sólido un aumento considerable de su hidrofobicidad. Dicha modificación superficial del carbón produce una mayor flotación de la partícula y una mayor estabilidad de la interface burbuja-sólido.

1.3.3.2 *Espumantes*

El espumante se agrega con el fin de controlar el tamaño y la estabilidad de las burbujas de aire, por medio de la reducción de la tensión superficial del agua. Son sustancias tensoactivas heteropolaes que aumentan la interface aire-agua, generando una burbuja estable de buen tamaño y geometría y una acción concordante de la espuma. En general, una alta cantidad de espumante conlleva a flotar una gran cantidad de partículas sólidas, sin embargo, no puede garantizarse un aumento de la selectividad al aumentar la concentración de espumante.

1.3.3.3 Otros reactivos de flotación

Dentro de estos reactivos de flotación se encuentran los *activadores*, usados con el fin de que la superficie mineral se preste al recubrimiento del colector. Los *reguladores*, para ajustar el pH de la pulpa. Los *depresores*, que mejoran la selectividad, impidiendo la flotación de partículas no orgánicas y los *defloculantes* que controlan lodos que obstaculizan y aumentan el consumo de reactivos.

1.4 CINÉTICA DE FLOTACIÓN

Describir la cinética de la flotación a través de un modelo matemático ha sido tema de investigación durante casi 80 años. Disponer de una constante cinética es indispensable para dimensionar equipos a escala industrial y semi-industrial a partir de resultados obtenidos en el laboratorio. Los modelos matemáticos suministran un medio para evaluar y predecir el desempeño de los equipos de flotación y, por otro lado, permiten realizar comparaciones entre equipos y establecer el efecto de los parámetros de operación sobre la efectividad del proceso.

Sin embargo, la complejidad del proceso de flotación en el que influyen un gran número de variables, dificulta que esta técnica de beneficio sea descrita matemáticamente. Esto ha conducido a la incorporación de un gran número de modelos, que sólo son aceptables para determinados materiales o para condiciones de operación específicas. Ningún modelo, por lo tanto, ha obtenido una aceptación predominante en el área y depende del tipo de material flotado, el equipo y los parámetros de operación.

1.4.1 Modelo cinético clásico

En el enfoque del modelo cinético clásico, se considera que el evento de flotación ocurre análogo a una reacción química, como la representada en la Figura 3. En ella, la burbuja (esfera azul) se une a la partícula de carbón

(hexágono marrón) para formar el agregado partícula-burbuja que finalmente abandonará el equipo y constituirá el flotado de la operación.



Figura 3. Enfoque del modelo cinético clásico de flotación

En una reacción química del tipo ($A + B \rightarrow C$) en un reactor batch a volumen constante, el cambio de la concentración del componente A con respecto al tiempo está representado por la tasa de reacción r_A , así:

$$\frac{dC_A}{dt} = r_A \quad [1]$$

La tasa de reacción, que indica el número de moles de A reaccionando (desapareciendo) por unidad de tiempo por unidad de volumen, depende de las especies que reaccionan y es proporcional a su concentración:

$$-r_A = kC_A^n C_B^m \quad [2]$$

Donde n y m representan el orden de la reacción para la especie A y B respectivamente y k, la constante de proporcionalidad, se conoce como constante cinética. Asumiendo que la flotación se comporta como una reacción química de este tipo, la cinética del proceso de flotación se representa por la Ecuación 3:

$$-\frac{dC_p}{dt} = kC_p^n C_b^m \quad [3]$$

Donde los subíndices p y b hacen referencia a la partícula de carbón y la burbuja respectivamente. El modelo cinético clásico considera que el proceso de flotación, en forma análoga a los procesos químicos, responde a una reacción de primer orden, $n = 1$ (Brozek y Mlynarczykowska, 2007), en la que dado que el flujo de aire se mantiene constante durante la operación, la tasa de reacción depende de una de las especies (las partículas de carbón) y es linealmente dependiente de su concentración, Así, la colisión partícula-burbuja puede definirse por la Ecuación 4:

$$-\frac{dC_p}{dt} = kC_p \quad [4]$$

Integrando la Ecuación 4, desde un tiempo $t = 0$ a un tiempo $t = t$, la expresión cinética resultante en términos de la concentración de partículas de carbón remanentes en el sistema de flotación es:

$$\ln\left(\frac{C_t}{C_0}\right) = -kt \quad \text{o} \quad \frac{C_t}{C_0} = \exp(-kt) \quad [5]$$

La recuperación del material orgánico, puede expresarse en función de la concentración inicial, C_0 , y de la concentración en las partículas remanentes C_t , en un tiempo t , como sigue:

$$R = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \quad [6]$$

La cinética del proceso flotación, en términos de la recuperación del material orgánico se representa por:

$$\ln(1 - R) = -kt \quad \text{ó} \quad 1 - R = \exp(-kt) \quad [7]$$

La Ecuación 7 representa el modelo cinético clásico que asume la flotación como un proceso de primer orden. De acuerdo a este modelo, la constante cinética k puede obtenerse a partir de datos de recuperación orgánica en

función del tiempo, los cuales se obtienen usualmente en un equipo de flotación por lotes (Wierink, 2012). Para tener en cuenta que en un proceso de flotación difícilmente se alcanzan recuperaciones orgánicas del 100% ($R = 1$), incluso a tiempos de operación muy largos, el modelo clásico se modifica incluyendo un nuevo parámetro:

$$\ln\left(1 - \frac{R}{R_{\infty}}\right) = -kt \quad \text{o} \quad R = R_{\infty}[1 - \exp(-kt)] \quad [8]$$

Donde R_{∞} representa la recuperación máxima a tiempos largos de operación.

1.4.2 Otros enfoques cinéticos

Las expresiones presentadas en las Ecuaciones 7 y 8, se basan en la suposición de una cinética de primera orden, lo cual ha resultado conveniente y simple, y han sido usadas satisfactoriamente desde que fueron propuestas por García Zúñiga en 1953. Sin embargo, la controversia por el orden del proceso nunca ha sido resuelta, sobre todo entre una cinética de primer orden y una de segundo orden. Klassen y Mokrousov en 1963, plantearon que el orden de flotación n es frecuentemente igual a uno, menos frecuentemente igual a dos y en contadas ocasiones igual a tres o mayor. En el mismo año, Tomlinson y Fleming, propusieron que la cinética de la flotación es de orden uno sobre todo en casos en los que la concentración de sólidos en la pulpa es baja.

Otros investigadores han dado otros enfoques que buscan superar las falencias e incertidumbres sobre el orden del proceso de flotación. Tal es el caso de Imaizumi e Inoue en 1963, quienes argumentaron que el valor de la constante cinética k , cambia con el tiempo y por lo tanto es una función variable. Sin embargo, el enfoque sobre el que se basan gran cantidad de investigaciones considera más razonable que k esté estadísticamente distribuido. Los distintos enfoques que se tienen de la cinética de flotación

lo que demuestra es que el parámetro cinético k es una función compleja (Dobby, 1984).

La constante cinética de flotación k depende de la concentración de reactivos, del tamaño de las partículas y las burbujas, la agitación, la velocidad del aire, la concentración de pulpa y todas las demás variables que intervienen en la flotación, y solo se mantiene constante si todas estas variables se mantienen constantes. Para cualquier conjunto de condiciones, k es una medida cuantitativa de la probabilidad de las partículas a recuperarse en la corriente de concentrados, y puede usarse para comparar diferentes concentraciones de reactivos en el mismo equipo ó diferentes equipos en el tratamiento de la misma pulpa (Mohns, 1997).

1.4.3 Otros modelos cinéticos de flotación

Dentro de los modelos cinéticos de primer orden que buscan describir el proceso de flotación sin las restricciones del modelo cinético clásico, el cual es aplicable sólo a tiempos de flotación cortos (del orden del primer minuto) pero incapaz de describir acertadamente la operación a tiempos más largos, el propuesto por Kelsall en 1962, ha demostrado su capacidad para representar el proceso a tiempos largos de flotación. El modelo de Kelsall integra dos constantes cinéticas, una lenta y una rápida, k_s y k_f , además del parámetro Φ que hace referencia a la fracción de materia orgánica que tiene una flotación lenta. El modelo de Kelsall representa la recuperación orgánica del carbón en función del tiempo, a través de la Ecuación 9:

$$R = (1 - \Phi)[1 - \exp(k_f t)] + \Phi[1 - \exp(k_s t)]$$

[9]

Además de la gran aceptación de los modelos cinéticos que consideran el principio de la flotación como una reacción química de primer orden, las llamadas distribuciones de probabilidad de la flotabilidad de las partículas se integran con frecuencia a este principio con el fin de simular los procesos

de flotación. Entre ellos se destacan el de Meyer y Klimpel en 1984, el cual asume una distribución rectangular de flotabilidades, donde R_{∞} es la recuperación final a tiempos de flotación largos:

$$R = R_{\infty} \left[1 - \frac{1}{kt} (1 - \exp(-kt)) \right] \quad [10]$$

Huber-Panu en 1976, por su parte, plantearon un modelo considerando una distribución gamma de flotabilidades. Esta distribución puede describirse como la suma de P distribuciones exponenciales con parámetro lambda:

$$R = R_{\infty} \left\{ 1 - \left[\frac{\lambda}{\lambda + t} \right]^P \right\} \quad [11]$$

Estos dos modelos tienen la ventaja de encontrar la recuperación máxima que se puede obtener bajo las condiciones sobre las que se realizó la prueba cinética, así como también han demostrado ajustar datos experimentales de la flotación de materiales ferrosos produciendo altos coeficientes de correlación (Saleh, 2010).

1.5 ANALISIS “RELEASE”

El análisis “release” es una técnica de beneficio de minerales desarrollada inicialmente para pulpas metalúrgicas, que se aplica a muestras de carbón desde la década de los cincuentas. Dicha técnica determina idealmente el potencial de limpieza de carbones en pruebas de flotación espumante, lo cual permite diagnosticar fallas en circuitos de flotación, comparar máquinas de flotación y evaluar su desempeño. Este análisis representa un sistema de reflatado sistemático para agudizar al máximo el nivel de separación entre los componentes alimentados, agregando de manera estratégica dosis de reactivos durante el desarrollo de la corrida.

El procedimiento consiste en dos fases. La primera se conoce como etapa de pre limpieza, en la cual se realiza una concentración previa al circuito de refltado y la segunda fase, donde se extraen idealmente n topes, dependiendo de la muestra y de acuerdo al grado de hidrofobicidad, recolectados a tiempos estipulados; con cambios de algunas de las variables de operación como la apertura de la válvula de aire y las dosificaciones de espumante. El procedimiento de esta técnica se muestra esquemáticamente en la Figura 4.

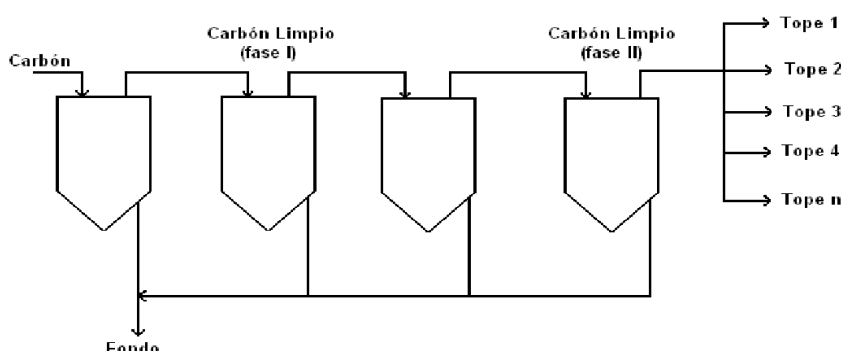


Figura 4. Esquema del procedimiento de análisis “release” (Piñeres, 2008)

El tipo y la cantidad de los reactivos químicos alimentados durante el análisis “release” se obtienen mediante consultas bibliográficas ó por medio de pruebas preliminares de flotación en las que se evalúan los comportamientos de diferentes combinaciones de reactivos a diferentes concentraciones. Este último método es el más recomendado debido que cada muestra de carbón es una mezcla muy heterogénea de diferentes materiales, lo que las hace prácticamente únicas.

La dosificación encontrada en las pruebas primarias es la base para la etapa de pre limpieza. Sin embargo, todo el procedimiento debe hacerse con exceso de reactivo debido a que éste método se enfoca en la máxima separación de la materia orgánica alimentada. No obstante una sobredosis de reactivos puede perjudicar el proceso de flotación, alterando las características del sistema hasta el punto de disminuir considerablemente

los datos de rendimiento. Por lo anterior, es importante tener un buen balance entre la información proporcionada por la literatura y la obtenida de manera experimental.

Las muestras de material flotado obtenidos por el tope del equipo de flotación, y los fondos de flotación se pesan y se someten a un análisis de determinación de cenizas y humedad. Con estos datos se construye una curva “release”, tal como la presentada en la Figura 5, donde se grafica la recuperación orgánica acumulativa en función del porcentaje de ceniza acumulativa (en base seca).

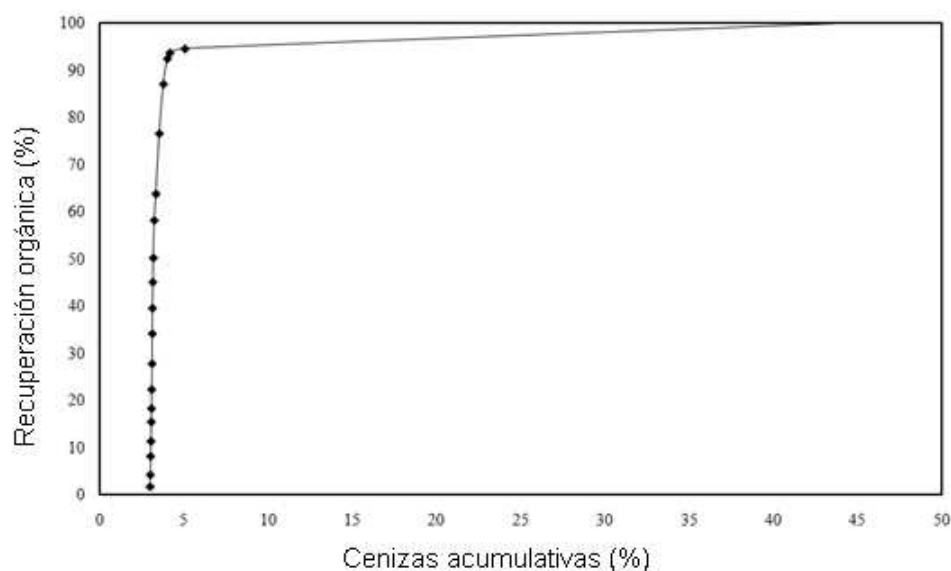


Figura 5. Ejemplo de curva “Release” (Piñeres, 2008)

La inclinación de la curva indica el grado de liberación de la materia mineral del carbón. El codo superior revela la máxima recuperación de materia orgánica con el menor contenido de materia mineral. A medida que este punto se ubique en la parte superior izquierda de esta gráfica, representa cual es la máxima recuperación posible por medio de flotación espumante, sirviendo esto como criterio o punto de referencia para la evaluación del desempeño de los sistemas de flotación industrial.

1.6 TENSION SUPERFICIAL

Uno de los factores de mayor influencia sobre el comportamiento de los sistemas de flotación lo representa la tensión superficial de la solución a flotar, la cual se modifica por la acción de los reactivos, la naturaleza del agua empleada y las características del material a tratar.

Los líquidos tienden a minimizar su área superficial debido a que se requiere energía para crear una superficie, es por esto que forman gotas esféricas. La cantidad de trabajo necesario, a temperatura y presión constante, para crear una unidad de superficie se conoce como energía libre de superficie, concepto que se encuentra relacionado con la tensión superficial de los líquidos (Erbil, 2006).

Una molécula en el interior de un líquido está sometida a la acción de fuerzas atractivas de cohesión en todas las direcciones, siendo la resultante de todas ellas una fuerza nula. Pero si la molécula está situada en la superficie del líquido, está sometida a la acción de fuerzas de cohesión que no están balanceadas y cuya resultante es una fuerza perpendicular a la superficie dirigida hacia el interior del líquido.

Puesto que las moléculas de la superficie tienen más energía que las moléculas interiores, tienden a irse al seno del líquido, por lo que la superficie tiende a contraerse o reducirse formando una tensión superficial, tratando de ocupar el área más pequeña posible. De aquí que sea necesario consumir cierto trabajo para mover las moléculas hacia la superficie venciendo la resistencia de estas fuerzas.

La tensión superficial de un líquido se define como el trabajo requerido para llevar moléculas en número suficiente desde el interior del líquido hacia afuera para crear una nueva unidad de superficie. En los líquidos, la tensión superficial y la energía libre de superficie son numéricamente

iguales siempre que la viscosidad del líquido no sea muy grande (Erbil, 2006).

En la flotación, la formación de espuma está acompañada por un drástico incremento del área de la interface liquido-gas, por lo tanto el proceso se favorece por la presencia en el líquido de cualquier sustancia que disminuya su tensión superficial y de esta manera disminuya el trabajo, para aumentar el área de la interface burbuja-agua. Se ha encontrado, que al incrementarse la concentración de espumante, la tensión superficial de la interface gas-liquido disminuye, evitándose la coalescencia de burbujas y disminuyéndose el tamaño de las mismas (Adamson y Gast, 1997).

Si la concentración de espumante en el líquido se aumenta, habrá un punto en donde la tensión superficial no disminuirá más y las moléculas del espumante se asociarán para formar micelas. La concentración del espumante en este punto se denomina Concentración Micelar Crítica (CMC). En la flotación y en cualquier proceso en el que se empleen espumantes, es necesario conocer la CMC para aprovechar las propiedades tensoactivas de estas sustancias sin incurrir en un exceso de reactivo, evitando sobrecostos en el proceso.

2. EQUIPOS, MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los equipos, materiales y procedimientos de los experimentos desarrollados en esta investigación se presentan a continuación.

2.1 EQUIPOS

2.1.1 Celda de flotación

El equipo de flotación por lotes utilizado fue una celda tipo Denver D-12 fabricada por METSO la cual tiene la capacidad de operar con celdas de varios volúmenes. La Figura 6 muestra una fotografía del equipo existente en el Laboratorio del Grupo de Ciencia y Tecnología del Carbón (GCTC) de la Universidad del Valle.



Figura 6. Celda de flotación

La celda de flotación utilizada consta de un recipiente en acero inoxidable de 2 litros de capacidad donde se procesa la pulpa. La celda dispone de un sistema de agitación mecánica, que puede regular su velocidad (RPM) por medio de un tornillo, accionado por un motor de 0.5 hp. El aire ingresa al sistema por succión del sistema de agitación, el cual cuenta con una válvula para regular el flujo de entrada de aire. Dicha válvula se mantuvo en su apertura máxima durante todos los experimentos realizados en este estudio.

2.1.2 Columna de flotación

El equipo de flotación en continuo empleado fue una columna de flotación de tipo convencional, fabricada en material acrílico. En la Figura 7, se muestra un esquema del equipo, mientras que en la Figura 8 se muestra la columna de flotación, donde se observa la zona de limpieza (tope de la columna) y la zona de alimentación.

La columna tiene 5 m de altura y un diámetro de 5 cm, la entrada del flujo de alimentación está ubicada a 120 cm medidos desde el tope y presenta un vertedero a 22 cm del tope, con un diámetro de 25 cm y una altura de 40 cm de frente y 20 cm por detrás de la columna. Esta diferencia de altura se colocó con el objeto de que tuviese una inclinación de 39° y el material saliente por el tope pudiera fluir y evacuarse fácilmente. La alimentación de aire se encuentra en el tubo de succión de la bomba de fondo de la columna. La columna está dividida en 6 secciones de 80 cm cada una, unidas entre sí por bridas.

En la Figura 9 se observa un esquema del sistema de alimentación utilizado, conformado por un tanque de alimentación, una bomba centrífuga y 3 válvulas de compuerta. El tanque de alimentación está construido en acrílico, es cuadrado en la parte superior y tiene forma de pirámide cuadrada en la parte inferior. La parte cuadrada tiene una altura de 41 cm y una anchura de 41 cm. La parte inferior en forma de pirámide mide 30 cm

de arista y 25 cm de altura. Este tanque se encuentra ubicado por encima de la parte central de la columna.

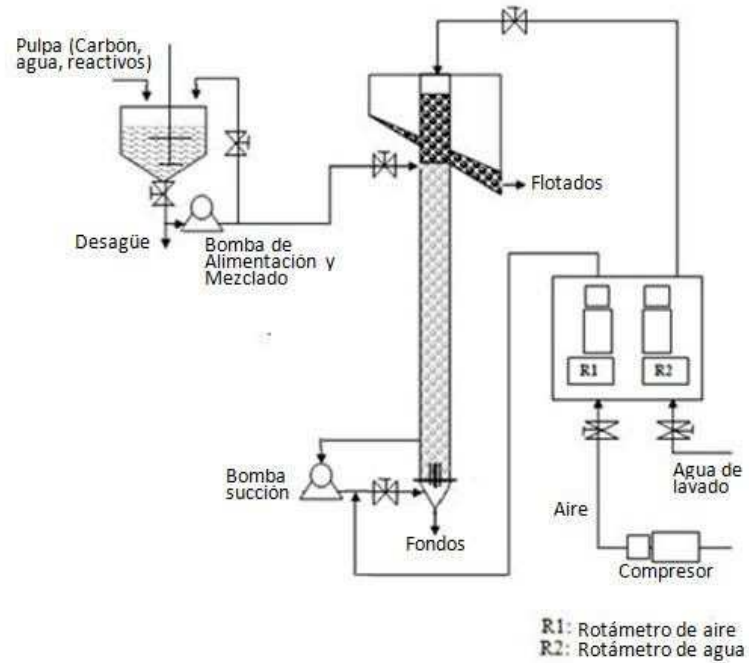


Figura 7. Esquema de la columna de flotación

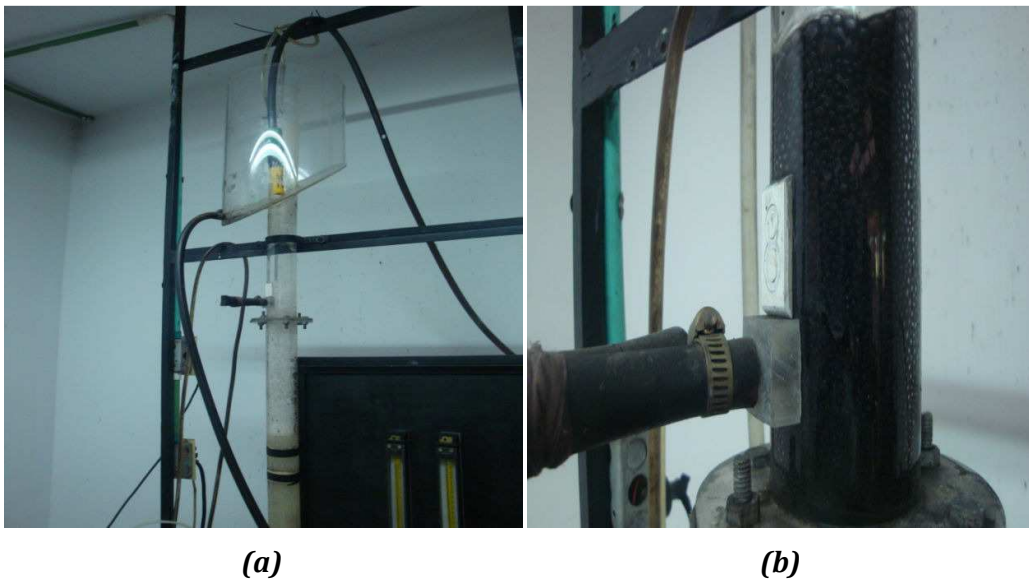


Figura 8. Columna de flotación: (a) Zona de limpieza, (b) Zona de alimentación

2.1.2.1 Sistema de alimentación

La bomba de alimentación es de tipo centrífuga de 0.5 hp, 3400 RPM, y 110 V. El sistema de válvulas está conformado por una válvula de mezclado que retorna la pulpa al mismo tanque con el objeto de homogenizar la mezcla agua - carbón - reactivos, una válvula de alimentación que introduce la pulpa a la columna de flotación y una válvula de descargue que se utiliza para el lavado del tanque.

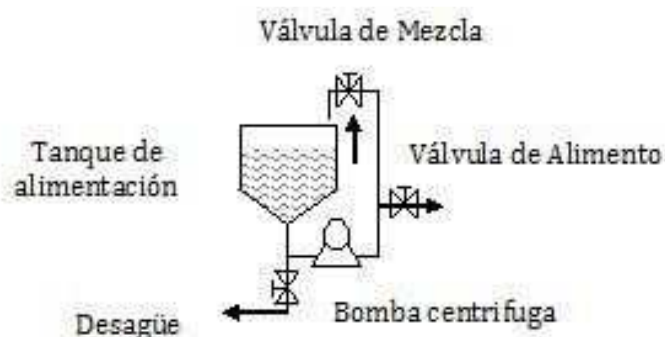


Figura 9. Esquema del sistema de alimentación de la columna de flotación

2.1.2.2 Sistema de medición de flujos

El sistema de medición de flujos está conformado por un rotámetro de agua el cual se utiliza para medir el flujo de agua de lavado que se adiciona al tope de la columna y un rotámetro encargado de medir el flujo de aire que entra al sistema de generación de burbujas.

El rotámetro de agua es de tipo convencional, tiene una escala que se calibra según el flujo que se utilice. Se calibró con agua y maneja flujos en el rango de 1.30 – 4.09 mL/s.

La calibración de este rotámetro arrojó la siguiente ecuación lineal:

$$Q(mL/s) = 0.4651H - 0.5851$$

[12]

donde, H es la altura del flotador y Q el caudal.

El rotámetro de aire utilizado es de tipo convencional, está conectado a un sistema de regulación y medición de presión, el cual a su vez se conecta a un compresor de aire. La calibración de este rotámetro produjo la siguiente ecuación cúbica:

$$Q(mL/s) = 0.0539H^3 - 0.9876H^2 + 9.5734H - 15.065$$

[13]

Donde H es la altura del flotador y Q el caudal. La presión del aire utilizada para la calibración del rotámetro fue 25 psi (1.7 atm), la cual se mantuvo constante en todas las corridas experimentales.

2.1.2.3 Sistema de producción de burbujas de aire

El burbujeador utilizado fue de tipo "STATIC MIXER", de ½" NPT, ID 0.62" y longitud de 5". El burbujeador fue adquirido a la Compañía Cole-Parmer y está fabricado en acero inoxidable. Se encuentra ubicado en el fondo de la columna soportado a través de un niple de PVC de ½". Una bomba de fondo succiona el lodo por la parte lateral de la columna y lo re-inyecta a través del fondo del burbujeador. Este sistema es similar a los que se usan a nivel industrial. La Figura 10 muestra un esquema general del sistema de inyección de aire a la columna de flotación.

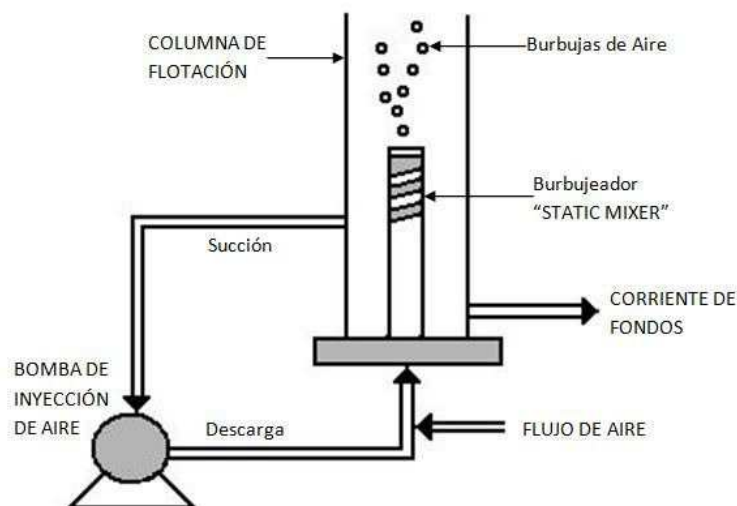


Figura 10. Sistema de inyección de aire a la columna de flotación

2.1.3 Sistema de Filtración

Para la filtración de las fracciones de flotados en la pruebas cinéticas y las corrientes de flotados y fondos obtenidas en columna, se utilizó un sistema de filtración empleando vacío. El sistema básicamente se compone de un erlenmeyer de 1500 mL conectado por su salida lateral a una bomba de vacío marca DVP y sobre el que se fija un embudo Büchner de 150 mm. El lodo a filtrar se ubica en el embudo Büchner, donde queda la torta una vez se aplica el vacío.

2.1.4 Balanza

La cantidad de masa recuperada en el proceso de flotación, los fondos y las muestras necesarias para determinar el contenido de ceniza y humedad de estos materiales, fueron pesados en una balanza analítica marca Mettler, con una precisión de ± 0.0001 g.

2.1.5 Horno de secado para determinación de humedad

La determinación de humedad de las muestras originales y procesadas se hizo siguiendo la norma ASTM D-3173-03, empleando un horno E&Q. El equipo maneja un rango de temperatura entre 30-300 °C y dispone de panel de control de fácil manipulación.

2.1.6 Mufla para determinación de cenizas

Para determinar el porcentaje de cenizas del material original y procesado se utilizó una mufla marca Terrígeno. El equipo dispone de un sistema para programar varios rampas de calentamiento. La determinación de cenizas se hizo siguiendo el procedimiento detallado en la norma ASTM D-3174-04.

2.1.7 Análisis Infrarojo (FTIR)

El equipo FTIR usado para el análisis infrarojo es de marca Jasco, modelo FTIR-4100 con una resolución de 0.9 cm^{-1} , el cual se encuentra en el Laboratorio de Investigación y Servicios de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad del Valle.

2.1.8 Difracción de Rayos X (DRX)

El difractómetro de rayos X usado es de marca PANalytical, serie X'Pert Pro conteniendo un tubo de cobre a 45 kV y 40 mA, localizado en el Departamento de Física de la Universidad del Valle.

2.2 MATERIALES

2.2.1 Lodos de carbón

Se utilizaron lodos finos de carbón provenientes de la mina Cerrejón (Guajira), los cuales se encontraban dispuestos en un tambor de 55 litros. Estos lodos, con una concentración de sólidos del 22 % (p/p), corresponden a la corriente de colas (tailings) que sale de la planta de lavado con la que cuenta la mina Cerrejón para la limpieza de sus carbones.

2.2.2 Reactivos de flotación

2.2.2.1 Espumantes

En las pruebas cinéticas de flotación en celda se emplearon dos tipos de espumantes a nivel comercial. Los espumantes usados fueron metil isobutil carbinol (MIBC) y el propilenglicol Aerofroth-65 (AF65). La Tabla 2 presenta algunas de las características de estos reactivos. En las pruebas de flotación en columna y análisis “release” se utilizó Aerofroth-65 como espumante.

Tabla 2. Características de los espumantes empleados

Espumante	Formula Química	Tipo	Densidad (g/mL)	Suministrado por
MIBC	$(CH_3)_2CHCH_2CH(OH)CH_3$	Neutro	0.810	Servicio Geológico Colombiano
AF65	$(C_3H_6O)_n(C_3H_6O)_nC_2H_6O_2$	Neutro	1.009	Cytac Industries Inc.

2.2.2.2. Colector

En todos los experimentos realizados en este estudio, se empleó Queroseno como colector, una fracción comercial de corte de la destilación de petróleo, adquirido en una estación de petróleo de Cali (Valle). El Queroseno es insoluble en agua y tiene una densidad de 0.800 g/mL.

2.2.3 Agua

En todos los experimentos se utilizó agua potable del laboratorio. Se realizó una corrida en la columna de flotación empleando agua de la mina Cerrejón, con el fin de verificar si la calidad del agua afectaba el proceso de beneficio por flotación. El agua de la mina Cerrejón se obtuvo de la suspensión de la muestra de lodos.

2.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.3.1 Obtención y separación de lodos secos

Para obtener la cantidad de muestra de lodos secos requerida para todos los experimentos, los lodos se homogenizaron dentro del tambor de 55 litros que los contenía y se vaciaron fracciones del material sobre bandejas metálicas de 2 m², donde el agua se evaporó al medio ambiente en un espacio bajo sombra. De esta manera se obtuvo una muestra representativa de 15 Kg de lodos secos, de la que se extrajo un testigo y el material necesario para el estudio cinético, el análisis “release” y las pruebas de flotación en columna.

2.3.2 Caracterización del lodo seco

La muestra representativa de lodos secos se les determinó el contenido de humedad y porcentaje de cenizas, siguiendo las normas ASTM D-3173-03 y D-3174-04, respectivamente. Se realizaron también análisis de infrarrojo y de difracción de rayos X, para establecer grupos funcionales y minerales presentes en el material. Para las pruebas de flotación en columna, se determinó el poder calorífico de esta muestra y su contenido de azufre total.

2.3.3 Pruebas preliminares de flotación en celda

Las pruebas preliminares de flotación en celda se realizaron con el fin de establecer las concentraciones de los reactivos que constituirían el diseño experimental del estudio cinético. Puesto que en las pruebas cinéticas se toman fracciones de material flotado en cortos periodos de tiempo, la concentración de reactivos debía garantizar la obtención de altos rendimientos en la flotación, de tal manera que se contara con material flotado suficiente para realizar los análisis de ceniza y humedad, con los que se pudiera calcular la recuperación orgánica en cada una de las fracciones flotadas. Para ello, se realizaron pruebas primarias de flotación.

Para dichas pruebas, los reactivos y las concentraciones se eligieron sobre la base de datos reportados en estudios anteriores en flotación de lodos finos de carbón realizados por el Grupo de Ciencia y Tecnología del Carbón de la Universidad del Valle (García y Sandoval, 2009). Atendiendo a las recomendaciones de estos trabajos, se decidió realizar el estudio cinético de flotación en pruebas con dos parejas distintas de reactivos (colector-espumante), que fueron Queroseno-MIBC y Queroseno-AF65. De acuerdo a estas investigaciones, el factor más influyente sobre el rendimiento de la flotación fue la concentración de espumante, por lo cual las pruebas preliminares se condujeron hacia determinar la concentración de este reactivo, mientras que la concentración de colector (Queroseno) se mantuvo fija en 454 g/ton de lodo seco (LS) y, la agitación y la concentración de sólidos en la pulpa se mantuvo constante en 1400 rpm y 5%, respectivamente. Los espumantes (MIBC y AF65) por su parte, se evaluaron en pruebas individuales iniciando con una concentración de 50 g/ton LS.

En las corridas preliminares, la celda con capacidad para 2 litros de pulpa, se cargó inicialmente con 1.9 L agua; se agregó el colector y se dejó acondicionar la mezcla durante 2 minutos. Seguido a ello, se adicionaron 100 gramos de lodos secos y la pulpa se dejó acondicionar por 4 minutos

más. Al cabo de este tiempo, se adicionó el espumante y la mezcla colector-agua-lodos-espumante se acondicionó por 4 minutos, tiempo en el cual se dio por finalizado el periodo de acondicionamiento. Posteriormente se abrió la válvula de aire con una abertura del 100% y se inició la flotación. El material flotado se recolectó en un recipiente, dando por terminada la prueba en el momento en que se observara que la producción de espuma hubiese cesado y el poco material flotado restante no se pudiese remover del equipo. Finalmente las muestras se filtraron, secaron, pesaron y se les determinó su contenido de humedad y el porcentaje de cenizas.

Con una concentración de 50 g/ton LS, ninguno de los dos espumantes generó la cama de espuma necesaria para la flotación del material, por lo que se realizaron pruebas secuenciales incrementando 50 g/ton LS más de espumante en cada una de ellas, buscando obtener material flotado en las corridas con cada reactivo. Estas pruebas se continuaron hasta concentraciones de espumantes que evidenciaran altos rendimientos y alta remoción de material orgánico, caracterizado por su color oscuro. La concentración de espumante requerida para generar una flotación aceptable del material (nivel bajo de concentración) y aquella concentración en la que se observó que la mayoría del material orgánico había sido recuperada (nivel alto de concentración), fueron diferentes para cada tipo de reactivo.

2.3.4 Pruebas cinéticas de flotación en celda

Las pruebas cinéticas de flotación en celda se realizaron teniendo como variables de control la concentración de los reactivos en un diseño factorial 3^2 simple, con dos replicas por tratamiento, para cada pareja, Queroseno-MIBC y Queroseno-AF65. Los tres niveles de concentración para el espumante se determinaron con base en los resultados de las pruebas preliminares realizadas para cada tipo de espumante, mientras que las tres concentraciones de colector evaluadas (277, 454 y 907 g/ton LS) correspondieron a concentraciones recomendadas por la literatura para la

flotación de carbón con alto contenido de materia mineral (Orozco y Solarte, 2010). La concentración de sólidos en la pulpa y la velocidad de agitación se mantuvieron constantes en 5 % y 1400 rpm respectivamente, en concordancia con las pruebas preliminares.

En las pruebas cinéticas se realizó el mismo procedimiento de acondicionamiento descrito para las pruebas preliminares, según el cual al cabo de un tiempo de 10 minutos, la mezcla agua-carbón-colector-espumante se encuentra completamente acondicionada. Finalizado el tiempo de acondicionamiento, se abrió la válvula de aire y se dio inicio a la recolección del material flotado. Esta recolección se realizó por fracciones en recipientes individuales a tiempos de flotación de 0.25, 0.50, 0.75, 1.0, 2.0, 4.0 y 8.0 minutos. El material flotado en cada intervalo de tiempo se filtró, secó, pesó y se determinó su contenido de humedad y ceniza, esto con el fin de obtener datos de masa orgánica recuperada (acumulativa) en función del tiempo, información que permitió obtener los parámetros cinéticos de la operación. En el Anexo 1 se muestra un ejemplo del tratamiento de los datos de obtención de recuperación orgánica en función del tiempo.

Para cada concentración de colector y concentración de espumante, se obtuvieron dos constantes cinéticas siguiendo el modelo cinético clásico. Una constante cinética rápida que corresponde al primer minuto de recolección y una constante cinética lenta que comprende la recolección desde el inicio del segundo minuto hasta el cese de la generación del material flotado, aproximadamente a los ocho minutos de iniciada la operación. Las constantes se calcularon gráficamente a partir de las pendientes de las rectas presentadas en la Figura 11.

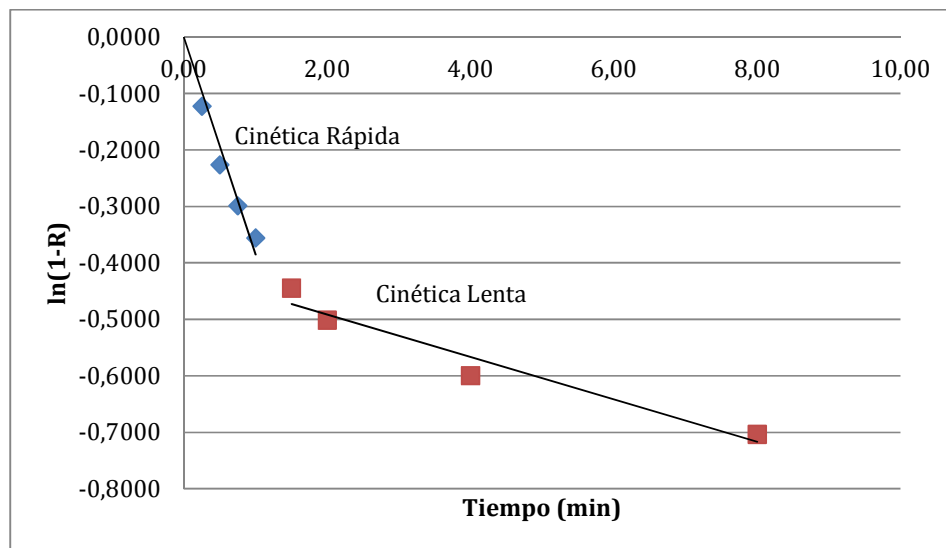


Figura 11. Obtención de las constantes del modelo cinético clásico a partir de datos de recuperación de materia orgánica vs. tiempo

En total se realizaron 36 pruebas cinéticas, 18 por cada pareja de reactivos (9 tratamientos, 2 replicas por cada tratamiento). Dado que en los primeros instantes de la flotación es donde flota la mayor parte del material, se utilizó el valor de la constante cinética rápida como variable de respuesta para determinar el efecto de las concentraciones de los reactivos sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón. Dicho efecto se estableció a partir de un análisis de varianza de dos vías (ANOVA), el cual se realizó para cada una de las parejas de reactivos. El ANOVA arrojó resultados sobre la influencia de la concentración de colector, la concentración de espumante y la interacción entre estas dos fuentes sobre la constante cinética rápida de la flotación (modelo cinético clásico). Con base en estos resultados, se eligió la pareja de reactivos con el mejor comportamiento en las pruebas cinéticas, pareja para la cual se evaluaron los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu, con el fin de establecer el grado de ajuste de la flotación de lodos finos de carbón a modelos cinéticos de flotación que han resultado efectivos correlacionando datos cinéticos experimentales en la flotación de otros materiales. Esta misma pareja de reactivos se utilizó para realizar el análisis “release” y las pruebas de flotación en columna que se describen a continuación.

2.3.5 Análisis “Release”

El análisis “release” para la flotación de lodos finos de carbón se realizó en dos etapas, teniendo como base los reactivos y concentraciones con los que se obtuvieron los mejores resultados de las pruebas cinéticas. Un esquema del procedimiento se mostró en la Figura 4. Para la primera etapa de la fase I, se cargó la celda con el agua y la cantidad de colector requerida y se acondicionó la mezcla por un tiempo aproximado de 3 minutos, seguidamente se adicionaron 400 g de lodos de carbón y nuevamente se acondicionó por un tiempo de 8 minutos. Luego se agregó el espumante en su dosificación adecuada acondicionando la mezcla 10 minutos adicionales, con una velocidad de agitación de 1500 rpm. Después se abrió la válvula de aire totalmente y se recogió el material flotado hasta que la pulpa remanente en la celda tomara un color marrón claro, lo cual indicaba que la corrida había finalizado. Los fondos se depositaron en un recipiente y se almacenaron.

En la segunda etapa de la fase I, la celda se cargó con el flotado obtenido en la etapa anterior y se agregó la mitad de la cantidad de espumante empleada anteriormente, sin adicionar colector. Nuevamente se acondicionó por un tiempo de 5 minutos, se abrió la válvula de aire totalmente y se recolectó todo el material flotado. Los fondos se mezclaron con los de la primera etapa. Éste mismo procedimiento se realizó en una tercera etapa, con lo que concluyó la fase I del análisis “release” (fase de prelimpieza).

En la fase II se cargó la celda con el material flotado de la tercera etapa de la fase I y se agregó la misma dosificación de espumante empleada en las últimas dos etapas de la fase de prelimpieza. En esta fase, el material flotado se recolectó en 8 fracciones (topes). Los cuatro primeros topes se recogieron cada 30 segundos, los dos primeros con una abertura de la válvula de aire del 25% y los dos siguientes con una abertura del 50%, a una

velocidad de agitación de 1300 rpm. Los últimos cuatro topes se recolectaron cada 60 segundos con una abertura de la válvula de aire del 75% y una velocidad de agitación de 1500 rpm. Cada vez que se abrió la válvula de aire se adicionó espumante en la misma cantidad que en el inicio de la fase II. Los fondos se reunieron con los fondos obtenidos en la fase I. Tanto los topes como los fondos se filtraron, secaron, pesaron y se les determinó el contenido de humedad y ceniza. Con esta información se construyó la curva “release”.

2.3.6 Pruebas en columna de flotación

Sobre la base de los mejores resultados en las pruebas cinéticas de flotación en celda se realizaron las pruebas en columna de flotación, siguiendo un diseño experimental factorial 2^2 compuesto central rotatable, teniendo como variables de control la concentración de espumante y la velocidad del aire inyectado a la columna. Las variables de respuesta fueron el porcentaje de recuperación del material orgánico en el flotado y su porcentaje de ceniza, para lo cual se pesó y determinó el contenido de ceniza y la humedad tanto de los fondos como del material flotado de cada corrida. Las condiciones de operación usadas en las pruebas de flotación en columna se muestran en la Tabla 3. Los niveles bajos y altos para cada una de las variables de control que constituyen el diseño experimental se presentan en la Tabla 4. En esta tabla también se muestran los valores de las variables en el punto central y en los puntos estrella que complementan el diseño factorial considerado para estos experimentos. Para este diseño experimental se consideraron 4 replicas en el punto central.

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

Parámetro	Valor
Flujo de agua de lavado, ml/s	3.6
Flujo de alimentación, ml/s	32.9
Flujo de fondo, ml/s	37.3
Presión de aire en la entrada del burbujeador, psi	25
Concentración de colector (Queroseno), g/ton LS	907
Concentración de pulpa, % (500 gr lodos secos/20 litros de agua)	5

Tabla 4. Diseño experimental usado en las pruebas en columna

	Nomenclatura	Concentración de espumante (g/ton LS)	Velocidad de aire (cm/s)
Diseño factorial	LF1J1	200	1.2
	LF1J2	200	2.0
	LF2J1	240	1.2
	LF2J2	240	2.0
Punto central	LF0J0	220	1.6
Puntos estrella	LF1J*	220	0.8
	LFJ2*	220	2.4
	LF1J*	180	1.6
	LF2J*	260	1.6

También, para las condiciones donde se obtuvieron los mejores resultados durante las pruebas en columna, se realizó una corrida de flotación en dos etapas. En la primera etapa se emplearon 2 kg de lodo seco, en la cual los fondos y flotados fueron almacenados, filtrados, pesados y analizados para comprobar que se obtuviesen resultados congruente con los resultados del diseño experimental. En la segunda etapa, los flotados de la etapa anterior se utilizaron como alimento para una segunda corrida, en la que se utilizó la mitad del espumante empleado en la primera etapa y cuyos fondos y

flotados fueron igualmente filtrados, pesados y analizados. Los fondos de la primera etapa, también se sometieron a una segunda etapa, en las mismas condiciones de la segunda etapa de los flotados.

Adicional a las corridas del diseño factorial y la corrida de flotación en dos etapas, se realizó una corrida empleando, en la preparación de la pulpa, agua de los lodos para establecer el efecto de las diferencias entre el pH y la dureza de la pulpa que proviene directamente de la planta de lavado de carbón y la pulpa preparada con agua potable del laboratorio de Ingeniería Química de la Universidad del Valle, sobre la efectividad del proceso de flotación burbujeante en el beneficio de estos lodos.

3. ANÁLISIS Y RESULTADOS

3.1 CARACTERIZACIÓN DE LOS LODOS FINOS DE CARBÓN

3.1.1 Contenido de cenizas

Los análisis de ceniza y humedad realizados a la muestra representativa de lodos secos, mostraron un contenido de ceniza de 64.86 % (p/p, base seca, bs). García y Sandoval (2009) reportaron el análisis próximo de una muestra de lodos finos de carbón extraída del mismo tambor de 55 litros, en cuyo proceso de secado se empleó un filtro prensa de cuatro lonas. Los resultados de este análisis, para el cual la muestra se tamizó previamente en una malla 60, se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Análisis próximo de lodos, base seca (bs), -60M

Característica	Valor
Materia volátil, %	19.86
Cenizas, %	58.63
Carbono fijo, %	21.52
Poder calorífico Btu/lb	3073.0
Azufre total, %	1.13

De acuerdo a la Tabla 5, el proceso de secado al ambiente alteró el contenido de ceniza de la muestra original de los lodos finos de carbón de la mina Cerrejón, el cual incrementó de un 58.63% (p/p, bs) a un 64.86% (p/p, bs). Dicho incremento puede explicarse debido a la desvolatilización natural a la que se somete la muestra al exponerla al aire ambiente durante el secado. Además, las muestras se tomaron del tambor de 55 litros con una diferencia de 8 meses, tiempo en el que la solución de lodos finos posiblemente presentó oxidación lenta en húmedo y estuvo sometida a los cambios de temperatura ambiente del lugar de almacenamiento. Estos altos

contenidos de ceniza se reflejan en bajos contenidos de carbono fijo y bajo poder calorífico. La Tabla 5 evidencia que, para la muestra analizada por García y Sandoval (2009), el carbono fijo fue inferior al 22% y el poder calorífico de la muestra está por debajo de los 3100 Btu/lb.

3.1.2 Análisis de Infrarrojo (FTIR)

La Figura 12 muestra el espectro infrarrojo de la muestra original de lodos finos de carbón en el que se pueden identificar diversos grupos funcionales y minerales. El espectro muestra vibraciones características de los grupos funcionales presentes en la materia orgánica y mineral del carbón como CH₂, CH₃ (2920 – 2850 cm⁻¹), grupos nitro unidos a alquenos y estructuras aromáticas (1530 – 1330 cm⁻¹), grupos C=C (1600 cm⁻¹), minerales (1030 y 542-535 cm⁻¹) y aromáticos (900- 700 cm⁻¹). Se aprecia en el espectro que no se presentan grupos funcionales OH⁻, lo cual muestra que la oxidación del material durante su almacenamiento en húmedo no fue representativa.

Aunque las bandas representan grupos característicos sin una estructura determinada, el análisis de infrarrojo FTIR, permite realizar un análisis cualitativo de los grupos funcionales presentes en la muestra, relacionando su concentración con la profundidad de cada pico. En el espectro infrarrojo, se evidencia la alta concentración de cuarzo (471 cm⁻¹), caolinita (1024 cm⁻¹) e illita (3696 cm⁻¹) y presencia de pirita (420 cm⁻¹) en la materia mineral de los lodos. Entre los grupos funcionales se destaca una mayor presencia de cadenas alifáticas largas (2917 cm⁻¹) que de cadenas cortas (2850 cm⁻¹), alto contenido de hidrógeno aromático (920-797 cm⁻¹) y concentración moderada de enlaces C=C (1613 cm⁻¹), enlaces C-S (691 cm⁻¹) y grupos nitro (1400 cm⁻¹).

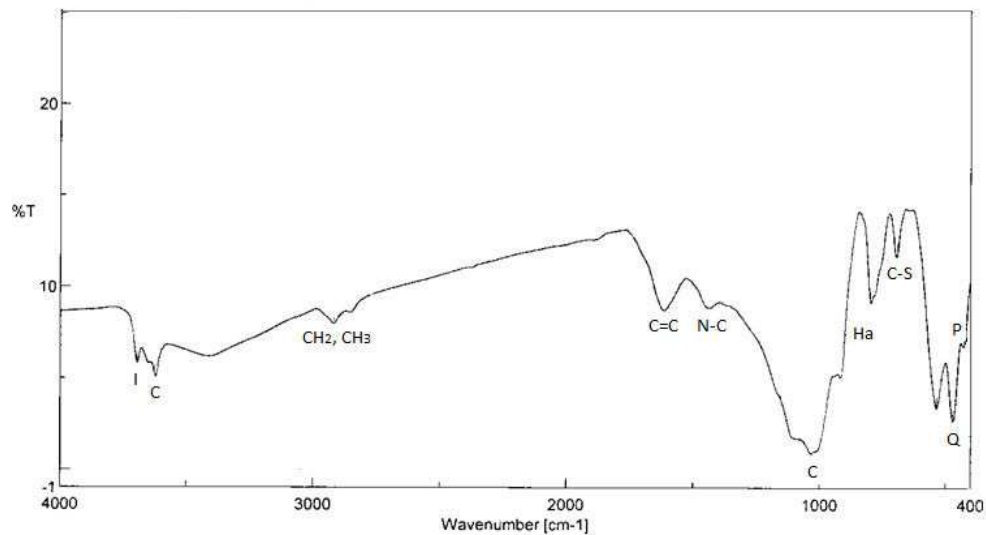


Figura 12. Espectro infrarrojo de la muestra original de lodos finos de carbón

3.1.3 Análisis de Difracción de Rayos X (DRX)

Un análisis de DRX tomado a la muestra original de lodos finos de carbón se presenta en la Figura 13. Mediante este método de análisis se observa la presencia de diversos minerales arcillosos tales como caolinita (C), illita (I), montmorillonita (M), muscovita (V) y clorita (L). Se destaca el alto contenido de cuarzo (Q), concentraciones moderadas de minerales comunes en el carbón como pirita (P), magnetita (N) y grafito (G) y la presencia de hidróxido de manganeso (H1) y calcio (H2).

Los resultados del análisis por DRX son congruentes con los resultados del análisis por espectroscopía infrarroja (FTIR) al mostrar que la materia mineral de la muestra original de lodos finos de carbón está compuesta principalmente por cuarzo y presenta altos contenidos de material arcilloso, lo cual es fundamental para determinar los usos potenciales de los productos de fondo obtenidos en el proceso de flotación.

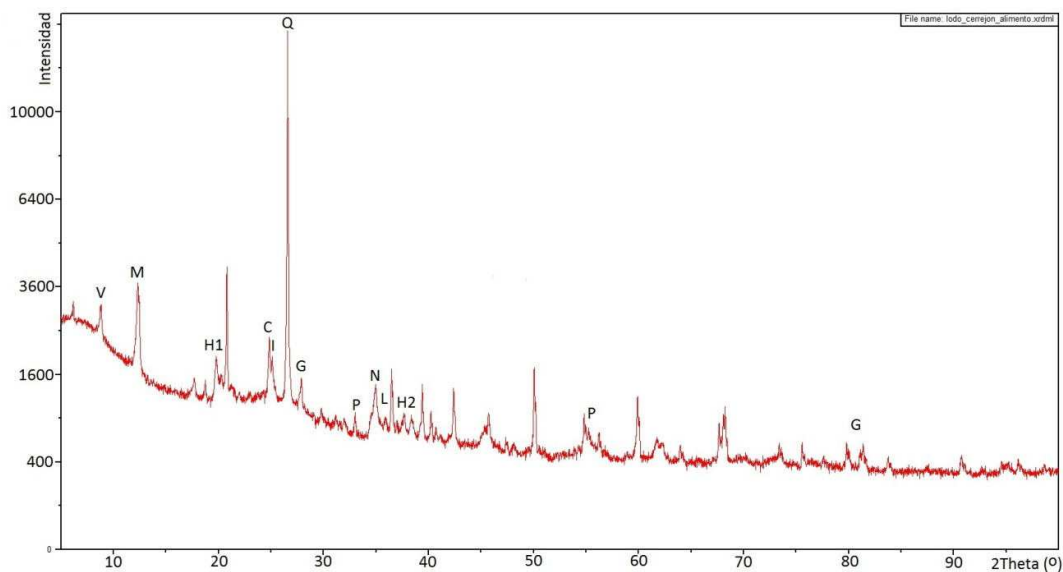


Figura 13. Difractograma de la muestra original de lodos finos de carbón

3.2 PRUEBAS PRELIMINARES DE FLOTACIÓN EN CELDA

3.2.1 Pareja MIBC-Queroseno

La Tabla 6 presenta los resultados de las pruebas preliminares de flotación empleando MIBC como espumante. En total se realizaron 9 corridas primarias de flotación en el rango de concentraciones entre 100 y 500 g/ton LS. Para las concentraciones de 100 y 150 g/ton LS, a pesar de generarse material flotado, los rendimientos máxicos estuvieron por debajo del 20 %, evidenciando que a estas concentraciones no se obtendría material suficiente si estas dosis se utilizasen en el estudio cinético. Por otra parte, a pesar de los altos rendimientos a concentraciones de 450 y 500 g/ton LS, el material flotado tiene altos contenidos de ceniza (43.1 % al emplear 450 g/ton LS y 43.7 % en la prueba con 500 g/ton LS), reflejando que a dosis por encima de los 400 g/ton LS de MIBC, el proceso de flotación no es selectivo y se recuperan altos porcentajes de materia mineral en la operación.

En el rango de concentraciones entre 200 y 400 g/ton LS, se garantizan rendimientos por encima del 30 %, con recuperaciones orgánicas superiores al 60 % y contenidos de ceniza entre el 25 y 35 %. Estos resultados demuestran que al emplear MIBC en ese rango de dosificación se obtiene material flotado suficiente para el estudio cinético, y se garantiza una operación selectiva. Con base en estos resultados, las concentraciones de 200, 300 y 400 g/ton LS se eligieron como los tres niveles de concentración de espumante para el estudio cinético usando MIBC.

Tabla 6. Pruebas preliminares de flotación en celda con MIBC

Concentración de MIBC (g/ton LS)	Rendimiento (%)	Recuperación orgánica (%)	Cenizas (%, bs)
100	15.23	36.45	15.87
150	18.98	45.31	16.06
200	35.51	71.62	27.24
250	33.61	65.63	31.34
300	31.58	63.35	26.49
350	32.08	64.43	29.42
400	37.03	66.17	35.02
450	44.07	71.35	43.11
500	45.98	73.67	43.69

3.2.2 Pareja AF65-Queroseno

La Tabla 7 presenta los resultados de las pruebas preliminares de flotación en celda utilizando Aerofroth 65. A diferencia de las pruebas con MIBC, a concentraciones de 100 y 150 g/ton LS, las pruebas con AF65 muestran rendimientos superiores al 20 % con recuperaciones orgánicas del 50 % aproximadamente. Estos datos demuestran que el AF65 tiene un mejor desempeño en la flotación de lodos finos de carbón si se compara con los rendimientos obtenidos con MIBC a iguales concentraciones. A concentraciones por encima de 200 g/ton LS, se obtienen rendimientos

superiores al 35 %, pero el porcentaje de cenizas alcanza porcentajes del 40 %. Dado que concentraciones de 250 y 300 g/ton LS comprometerían entonces la selectividad del proceso, los tres niveles de concentraciones elegidos para el estudio cinético con la pareja AF65-Queroseno fueron 100, 150 y 200 g/ton LS, dosificaciones en las que se asegura material flotado suficiente para este tipo de estudio. Estos tres niveles corresponden a la mitad de la dosificación de las concentraciones evaluadas para la mezcla MIBC-Queroseno (200, 300 y 400 g/ton LS).

Tabla 7. Pruebas preliminares de flotación en celda con AF65

Concentración de MIBC (g/ton LS)	Rendimiento (%)	Recuperación orgánica (%)	Cenizas (%, bs)
100	22.45	49.88	21.92
150	24.53	50.25	28.01
200	30.21	67.47	21.51
250	36.21	65.00	35.01
300	40.32	59.68	39.93

3.3 ESTUDIO CINÉTICO DE FLOTACIÓN DE LODOS FINOS DE CARBÓN

3.3.1 Pareja MIBC-Queroseno

Las Figuras 14 a 16 muestran los resultados obtenidos con la pareja MIBC-Queroseno en las pruebas cinéticas de flotación, presentando la recuperación orgánica en función del tiempo a diferentes concentraciones de MIBC y manteniendo fija la concentración de Queroseno en 227, 454 y 907 g/ton LS, respectivamente. En el Anexo 2 se presentan los datos con los que se construyeron estas figuras.

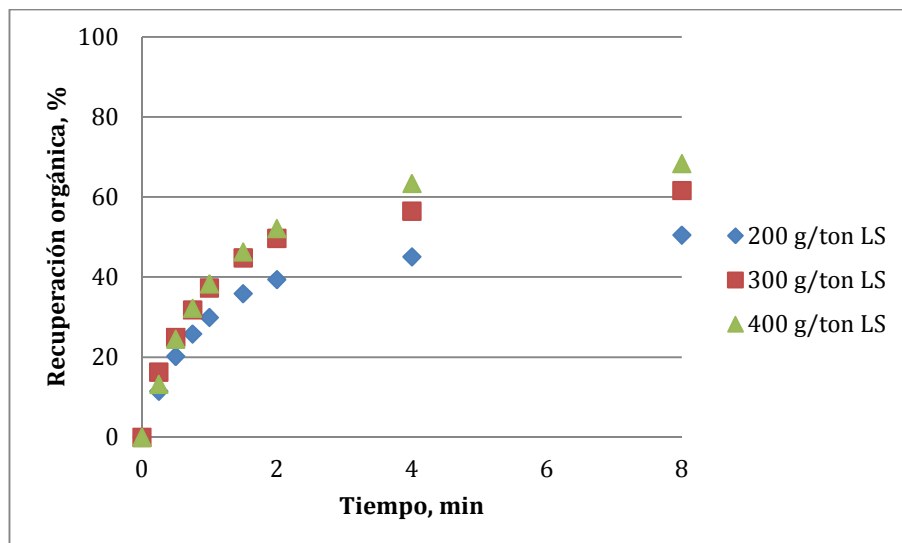


Figura 14. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 227 g/ton LS de Queroseno

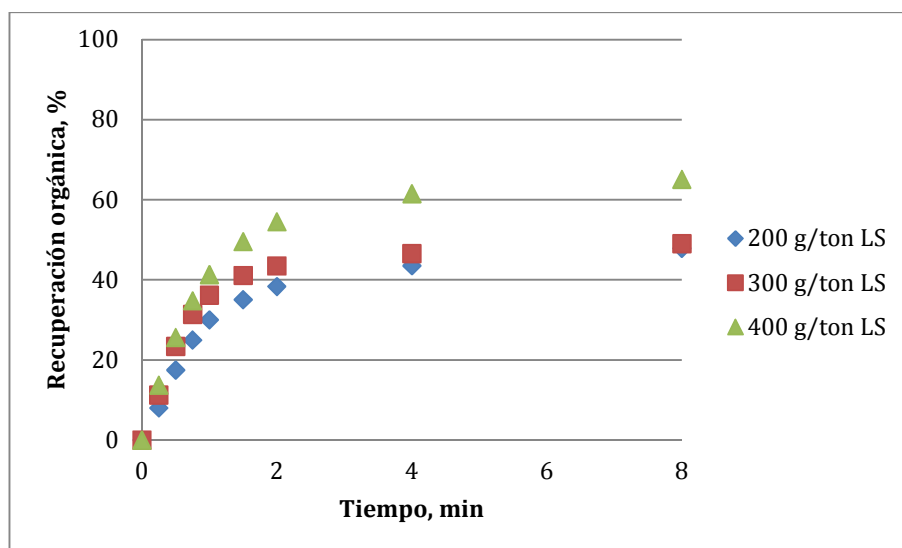


Figura 15. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 454 g/ton LS de Queroseno

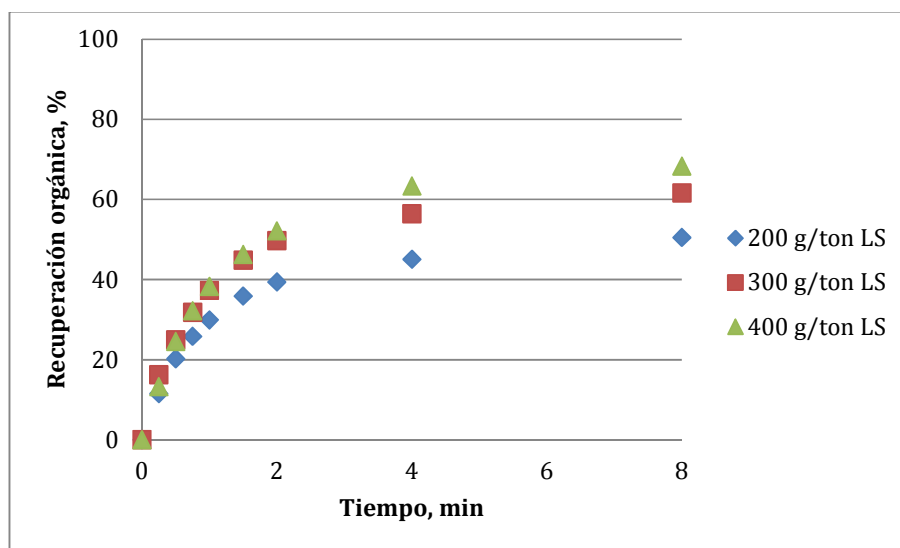


Figura 16. Efecto de la concentración de MIBC sobre la recuperación orgánica a 907 g/ton LS de Queroseno

Las figuras anteriores evidencian que existe un efecto de la concentración de espumante sobre las curvas características de recuperación versus tiempo cuando se emplea mayor concentración de colector. Como se puede observar en la Figura 14, usando una concentración de Queroseno de 227 g/ton LS, se observa que las tres dosis de MIBC no tienen gran efecto sobre las recuperaciones orgánicas a lo largo del tiempo. Las mayores diferencias se aprecian a los 8 minutos de operación (recuperación máxima), donde a 400 g/ton LS de MIBC se obtiene una recuperación orgánica del 67.8 %, mientras que a 200 y 300 g/ton LS se obtienen recuperaciones cercanas al 63 %.

La Figura 15, muestra que a 454 g/ton LS de Queroseno, el efecto de la concentración de espumante sobre las curvas cinéticas es más apreciable y la recuperación orgánica aumenta de manera más rápida a concentraciones de 200 y 400 g/ton LS. En este caso, las recuperaciones máximas difieren cerca de 10 puntos porcentuales, siendo de 57.4 % en las pruebas con 300 g/ton LS de espumante, y cercanas al 68 % en las pruebas con 200 y 400 g/ton LS.

Un mayor efecto de la concentración de espumante se observa en las pruebas con 907 g/ton LS de Queroseno (Figura 16). En estas pruebas, a lo largo del tiempo, la mayor recuperación orgánica se obtuvo en las corridas con 300 g/ton LS de MIBC. Tan sólo en el primer minuto de operación, a esta concentración de espumante se obtuvo una recuperación orgánica cercana al 60 %, mientras que a 200 y 400 g/ton LS, las recuperaciones orgánicas estuvieron por debajo del 50 %. En la Figura 16 también se observa que la recuperación máxima de cada corrida presentó diferencias que alcanzan los 40 puntos porcentuales. A los 8 minutos de operación, las recuperación orgánica en la prueba con 300 g/ton LS de MIBC fue de 91.6 %, mientras que a 200 y 400 g/ton LS, las recuperaciones máximas fueron de 52.1 % y 62.1 %, respectivamente.

La Tabla 8 presenta las constantes cinéticas (K_f , constante cinética rápida y K_s , constante cinética lenta) del proceso de flotación en función de las concentraciones de MIBC y Queroseno, las cuales se calcularon a partir de las curvas cinéticas de recuperación versus tiempo. En la Tabla 8 se muestran además la recuperación máxima, el porcentaje de ceniza acumulativa y el rendimiento másico acumulativo para cada una de las corridas.

Tabla 8. Constantes cinéticas rápidas y lentas de flotación de lodos (Modelo clásico), cenizas, recuperaciones orgánicas y rendimiento másico acumulado usando la mezcla MIBC-Kerosene.

Queroseno, g/ton LS	MIBC, g/ton LS	K_f , min^{-1}	K_s , min^{-1}	Ceniza acumulada (%)	Recuperación orgánica acumulada (%)	Rendimiento másico acumulado (%)
227	200	0.4310	0.0590	31.0	63.6	33.3
	300	0.4496	0.0579	32.3	63.3	33.8
	400	0.4361	0.0742	31.7	67.8	35.9
454	200	0.4894	0.0685	28.5	67.8	34.3
	300	0.4385	0.0429	27.1	57.4	29.1
	400	0.4898	0.0661	37.8	68.1	38.6
907	200	0.5191	0.0375	19.5	52.1	23.0
	300	0.9457	0.1891	19.2	91.6	40.4
	400	0.6623	0.0686	22.8	62.1	30.5

La Tabla 8, muestra que las mayores constantes cinéticas (K_f y K_s) se alcanzan a concentraciones de 907 g/ton LS de colector y 300 g/ton LS de espumante, condiciones a las que además se obtiene la mayor recuperación orgánica (91.6 %), el mayor rendimiento másico (40.4 %) y el menor contenido de ceniza acumulativa (19.2 %). En general, se puede observar que usando la mayor concentración de colector se producen mayores constantes cinéticas rápidas y menores porcentajes de ceniza acumulada, lo cual se puede deber a que el colector aumenta la hidrofobicidad de la materia orgánica, favoreciendo una flotación rápida e incrementando la selectividad de la operación.

Tal y como se observa en las Figuras 14 a 16, en las que la concentración de espumante tiene un efecto más significativo sobre las curvas cinéticas, a mayores concentraciones de colector, la Tabla 8 evidencia que los

parámetros cinéticos son más sensibles con la concentración de MIBC entre mayor sea la concentración de Queroseno. Las mayores diferencias en las constantes cinéticas, la recuperación máxima y el rendimiento másico en las pruebas para las tres concentraciones de espumante, se obtienen al utilizar 907 g/ton LS de Queroseno. Estos resultados sustentan la necesidad de evaluar la influencia de las concentraciones de los reactivos de flotación, al emplear esta técnica en el beneficio de un material tan heterogéneo como los lodos finos de carbón.

Empleando como variable de respuesta las constantes cinéticas rápidas de la Tabla 8, se realizó un análisis de varianza para evaluar el efecto de la concentración de espumante, la concentración de colector y la interacción entre estos dos factores, sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón. La Tabla 9 presenta los resultados del ANOVA de dos vías realizado para las corridas con la pareja MIBC-Queroseno.

Tabla 9. ANOVA del efecto de las concentraciones de los reactivos sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la pareja MIBC-Queroseno

Fuente	gl	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F	Fc, $\alpha = 0.05$
Espumante	2	0.05282	0.02641	328.88	4.26
Colector	2	0.27021	0.13511	1682.40	4.26
Interacción	4	0.13183	0.03296	410.40	3.63
Error	9	0.00072	0.00008		
Total	17	0.45559			

De acuerdo a la Tabla 9, con un nivel de confianza del 5 %, tanto la concentración de espumante, como la concentración de colector y su interacción son factores que afectan la constante cinética rápida de la flotación de lodos finos de carbón. Dada la importancia del primer minuto de la flotación, en el cual se recupera más del 50 % de la materia orgánica y en el que el material flotado tiene los menores contenidos de ceniza en todo el tiempo de flotación, los factores que afectan la cinética durante este tiempo, tienen un impacto preponderante en la cinética global del proceso.

Por tal razón, se puede asegurar que para la mezcla MIBC-Queroseno, las concentraciones de los reactivos y la interacción entre ellos, afectan de forma directa la flotación de lodos finos de carbón y constituyen factores que deben tenerse en cuenta al momento de diseñar equipos y establecer condiciones de operación, en función de la rapidez con la que el material orgánico debe recuperarse.

El análisis de varianza evidenció además, que entre los tres factores analizados, la concentración de colector es la fuente que más afecta la cinética del proceso. Esto debido al notable aumento de la hidrofobicidad del material orgánico, lo que permite que la superficie modificada por el reactivo se adhiera fácilmente a las burbujas de aire y una mayor cantidad de materia orgánica se recupere con mayor facilidad durante los primeros instantes de la flotación. La concentración de espumante y la interacción entre los reactivos también tienen un efecto considerable sobre los parámetros cinéticos.

El espumante, a través de la reducción de la tensión superficial, altera la facilidad con la que las burbujas de aire se mueven a través del sistema de flotación, al tiempo que definen su estabilidad y su tamaño. En el caso específico de los alcoholes alifáticos como el MIBC, usualmente la cinética de la flotación aumenta rápidamente con la dosificación del reactivo, pasando por un máximo y luego cayendo rápidamente (Rao, 2004). Este comportamiento puede explicar las marcadas diferencias entre las curvas cinéticas de la Figura 16. En dicha figura, la recuperación orgánica aumenta de manera más rápida al emplear 300 g/ton LS de MIBC, mostrando un mejor comportamiento para esta dosis intermedia, en comparación con las corridas en las que se emplearon 200 y 400 g/ton LS de reactivo.

La acción conjunta del espumante y el colector contribuye a una reducción mayor de la tensión superficial del sistema y del tiempo de inducción, definido como el tiempo en el que la película líquida que separa la burbuja de aire y la partícula de carbón, alcanza un espesor límite en el que ocurre la

ruptura que da paso a la formación del enlace burbuja-partícula (Rao, 2004). Estas dos situaciones favorecen la flotación y por tanto inciden en la cinética de la operación. De aquí que, la interacción entre los reactivos incida de manera importante en los parámetros cinéticos de la flotación, tal y como lo muestra el análisis de varianza de la Tabla 9.

3.3.2 Pareja AF65-Queroseno

Siguiendo la misma metodología del estudio cinético con la pareja MIBC-Queroseno, se realizaron las pruebas cinéticas de flotación en celda con la pareja AF65-Queroseno. Las Figuras 17 a 19 muestran las recuperaciones orgánicas obtenidas en dichas pruebas en función del tiempo, variando la concentración de AF65 y manteniendo constante la concentración de Queroseno en 227, 454 y 907 g/ton LS, respectivamente. A diferencia de las pruebas cinéticas con la mezcla MIBC-Queroseno, las cuales mostraron mayor impacto de la concentración de espumante sobre las curvas de recuperación versus tiempo a mayores concentraciones de colector, la mezcla AF65-Queroseno evidenció un impacto similar de la concentración de espumante sobre dichas curvas para todos los niveles de concentración de colector. En el Anexo 2 se presentan los datos para construir las Figuras 17 a 19.

La Figura 17 muestra que a 227 g/ton LS de Queroseno, se obtienen recuperaciones orgánicas máximas que difieren cerca de 18 puntos porcentuales entre las corridas con los niveles bajo y alto de AF65; a 100 g/ton LS se obtiene una recuperación orgánica máxima de 50.5 %, mientras que a 200 g/ton LS la recuperación del material orgánico alcanza un 68.4 %. Al emplear 454 g/ton LS de colector (Figura 18), se observó el mismo comportamiento, obteniéndose una diferencia similar entre las recuperaciones máximas de estos niveles de concentración de espumante, siendo de 47.9 % para 100 g/ton LS y de 65.1 % para 200 g/ton LS.

Por su parte, a 907 g/ton LS de Queroseno, la Figura 19 muestra diferencias entre las recuperaciones orgánicas máximas de poco menos de 20 puntos porcentuales, alcanzando recuperaciones del 54.9 % y 74.8 %, para las corridas con 100 y 200 g/ton LS de AF65, respectivamente. Para todas las concentraciones de colector contempladas en esta pareja, al usar la mayor concentración de espumante (907 g/ton LS), la recuperación orgánica aumentó más rápidamente y se alcanzaron mayores recuperaciones finales. Estos resultados están de acuerdo con los obtenidos en otras investigaciones (Rao, 2004).

Para esta pareja, la mayor recuperación final (74.8 %) se obtuvo a condiciones de concentración de colector y espumante de 907 g/ton LS y 200 g/ton LS, respectivamente; seguida por una recuperación final de 71 % la cual se alcanzó al emplear la misma concentración de Queroseno y el nivel medio de concentración de AF65 (150 g/ton LS). En general, para el mismo nivel de concentración de espumante, los valores más altos de recuperación final se obtuvieron al nivel alto de concentración de colector.

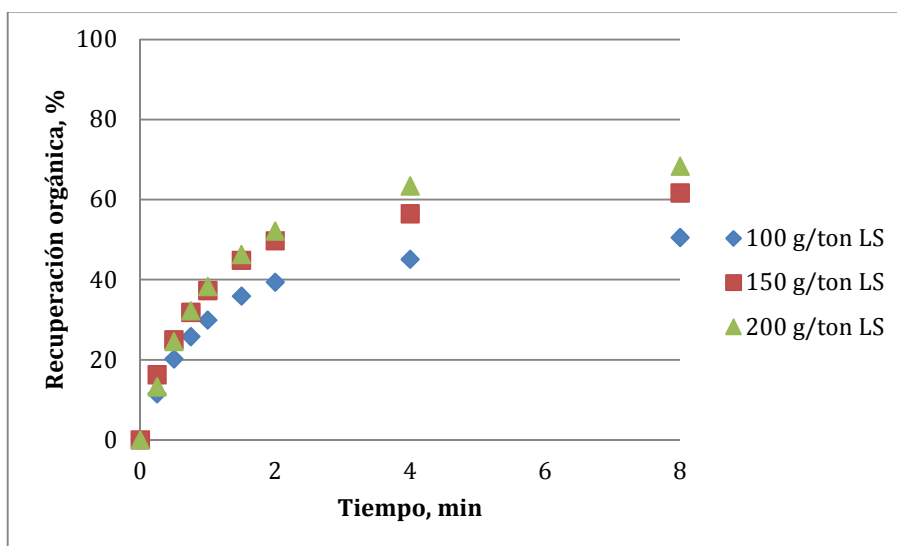


Figura 17. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 227 g/ton LS de Queroseno

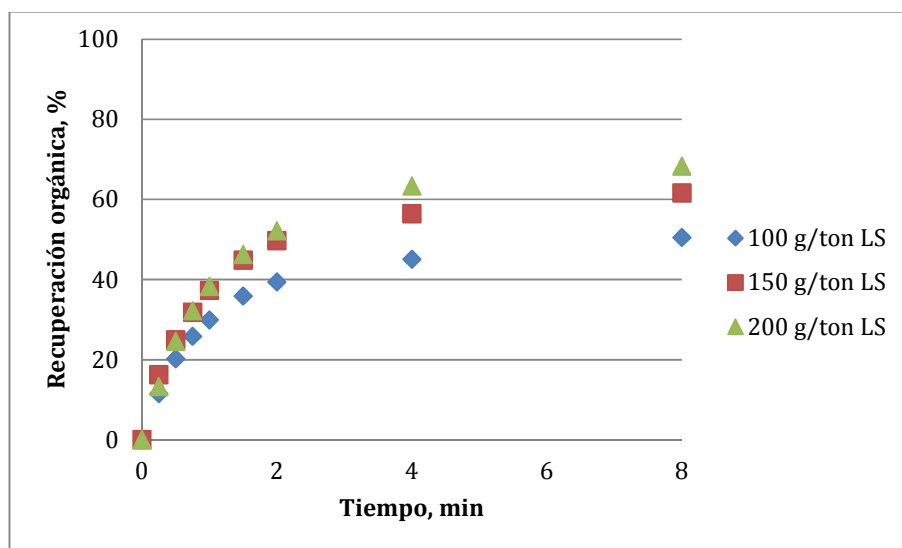


Figura 18. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 454 g/ton LS de Queroseno

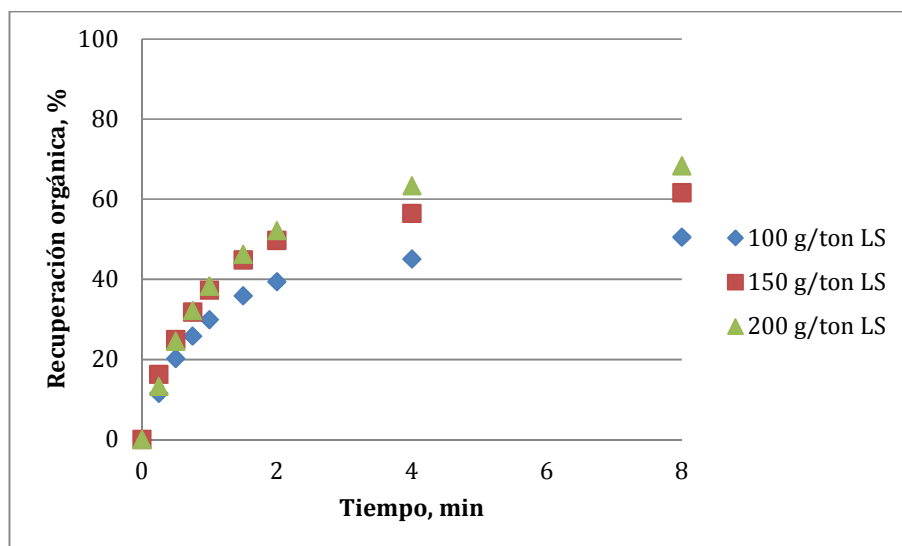


Figura 19. Efecto de la concentración de AF65 sobre la recuperación orgánica a 907 g/ton LS de Queroseno

Con los datos de recuperación en función del tiempo se construyeron las curvas cinéticas para la mezcla AF65-Queroseno, de las que se obtuvieron las constantes cinéticas del proceso de flotado en función de las concentraciones de AF65 y Queroseno, presentadas en la Tabla 10, donde además se muestran la recuperación máxima, el porcentaje de ceniza acumulativa y el rendimiento másico acumulativo para cada una de las corridas

Tabla 10. Constantes cinéticas rápidas y lentas de flotación de lodos (Modelo clásico), cenizas, recuperaciones orgánicas y rendimiento másico acumulado usando la mezcla AF65-Queroseno.

Queroseno, g/ton LS	AF65, g/ton LS	K_f , min ⁻¹	K_s , min ⁻¹	Ceniza acumulada (%)	Recuperación orgánica acumulada (%)	Rendimiento másico acumulado (%)
227	100	0.3090	0.0375	26.8	50.5	25.0
	150	0.3853	0.0517	30.0	61.6	32.0
	200	0.4520	0.0769	29.9	68.4	35.5
454	100	0.3664	0.0315	21.1	47.9	21.8
	150	0.4397	0.0203	26.0	49.0	23.8
	200	0.5150	0.0521	19.6	65.1	29.0
907	100	0.3658	0.0314	20.4	54.9	24.7
	150	0.5780	0.0542	24.2	71.1	33.8
	200	0.6464	0.0639	22.5	74.8	34.7

De acuerdo a los resultados mostrados en la Tabla 10, para la mezcla AF65-Queroseno, las mayores constantes cinéticas se obtienen al emplear mayores concentraciones de los reactivos de flotación. Se observa que para un mismo nivel de colector, dichas constantes aumentan al incrementar la concentración de espumante, siendo más elevadas al emplear mayores concentraciones de Queroseno. De aquí que la mayor constante cinética

rápida (0.6464 min^{-1}) corresponde a las concentraciones de 907 g/ton LS de Queroseno y 200 g/ton LS de AF65. A estas condiciones se obtuvo la mayor recuperación orgánica (74.8 %), el mayor rendimiento másico (34.7 %) y un bajo contenido de ceniza (22.5 %).

La Tabla 10, muestra además que a mayores concentraciones de colector, se obtienen menores porcentajes de ceniza en el material flotado, alcanzando un valor máximo de 24.2 % para las pruebas con 907 g/ton LS de queroseno, mientras que en las corridas con concentraciones de 454 y 227 g/ton LS de colector, se obtienen porcentajes de ceniza de 26 % y 30 %, respectivamente. Tal como se observó en las pruebas con la mezcla MIBC-Queroseno, el colector incrementa la selectividad de la operación a través del aumento de la hidrofobicidad de la materia orgánica, con lo que se facilita que el material orgánico se adhiera a las burbujas de aire, reduciendo el área superficial libre al que se pueden adherir las partículas de materia mineral.

Las constantes cinéticas rápidas de la Tabla 10 muestran gran variación con la concentración de espumante cuando se emplean 907 g/ton LS de Queroseno. A ésta concentración de colector se observa la mayor diferencia (0.28 min^{-1}) entre las constantes cinéticas rápidas obtenidas en las pruebas con los niveles bajo y alto de concentración de AF65, siendo de 0.3658 min^{-1} a 100 g/ton LS y 0.6464 min^{-1} a 200 g/ton LS. A concentraciones menores de Queroseno, dicha diferencia se mantiene en 0.15 min^{-1} . Esto indica que existe una interacción entre los reactivos de flotación que afecta la cinética del proceso y que dependiendo de la concentración de uno de ellos, habrá una mayor o una menor sensibilidad de los parámetros cinéticos al cambio en la concentración del otro reactivo. El grado en que las concentraciones de reactivos y la interacción entre ellos afecta la cinética rápida de flotación de lodos finos de carbón, para la pareja AF65-Queroseno, puede apreciarse en los resultados del análisis de varianza presentado en la Tabla 11.

Tabla 11. ANOVA del efecto de las concentraciones de los reactivos sobre los parámetros cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la pareja AF65-Queroseno

Fuente	gl	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F	Fc, $\alpha = 0.05$
Espumante	2	0.11526	0.05763	1812.21	4.26
Colector	2	0.06873	0.03436	1080.64	4.26
Interacción	4	0.01592	0.00398	125.19	3.63
Error	9	0.00029	0.00003		
Total	17	0.20020			

De acuerdo a la Tabla 11, la concentración de espumante, la concentración de colector y su interacción, son variables que tienen incidencia sobre la constante cinética rápida de flotación y por tanto influyen de forma directa en la cinética global del proceso. Así como en el caso de la mezcla MIBC-Queroseno, las concentraciones de los reactivos cuando el MIBC es reemplazado por AF65, son factores importantes al momento de diseñar los circuitos de beneficio por flotación y sus condiciones de operación, en función de la tasa de recuperación orgánica requerida.

De acuerdo al análisis de varianza, el factor que más influye sobre el parámetro cinético de estudio, es la concentración de espumante. A diferencia de los alcoholes alifáticos como el MIBC, los propilenglicoles como el AF65, aumentan su tasa de recuperación orgánica al incrementar su concentración sin evidenciar un máximo a concentraciones intermedias (Rao, 2004). Este comportamiento puede observarse en las Figuras 17 a 19, en las que el material orgánico se recupera de manera más rápida a mayores concentraciones de espumante para todos los niveles de concentración de Queroseno. Comparado con el MIBC, el AF65 produce burbujas más resistentes lo que aumenta su capacidad de recuperación, y tiene una solubilidad total en el agua lo cual facilita su distribución homogénea en la pulpa.

La concentración de colector, seguida de la interacción entre los factores, también influyen representativamente sobre la cinética del proceso, según

los resultados del ANOVA de la Tabla 11. A pesar que el comportamiento en función de la concentración de espumante fue similar en las tres concentraciones de Queroseno estudiadas, se observó una mayor sensibilidad al emplear 907 g/ton LS de colector. Estas diferencias reflejan el impacto de la interacción entre los reactivos para la mezcla AF65-Queroseno, mostrando que tal y como ocurrió en las pruebas con MIBC, al potencializar el efecto individual de los dos reactivos se acelera la cinética del proceso, al reducir aún más la tensión superficial del sistema y el tiempo de inducción del proceso (Rao, 2004).

Aunque entre todas las pruebas cinéticas realizadas, la mezcla MIBC-Queroseno en concentraciones de 300 g/ton LS de espumante y 907 g/ton LS de colector, arrojó los mejores resultados en términos de la mayor constante cinética (0.9457 min^{-1}) y la recuperación orgánica más alta (91.6 %), se escogió la mezcla AF65-Queroseno como la pareja de reactivos a emplear en las siguientes etapas experimentales de este estudio. Si bien al utilizar AF65 como espumante, la mayor constante cinética fue de 0.6464 min^{-1} y la recuperación orgánica más alta fue de 74.8 %, valores que se encuentran por debajo de los mejores resultados con MIBC, el AF65 logra mantener su desempeño tanto en el equipo de flotación por lotes (celda de flotación) como en el equipo de flotación en continuo (columna de flotación), obteniendo buenos rendimientos máxicos y recuperaciones orgánicas con baja ceniza, a concentraciones muy bajas de reactivo. El MIBC en cambio, pese a sus buenos resultados en celda de flotación, requiere flujo turbulento producto de la agitación mecánica para generar una espuma consistente. En columna de flotación, la baja solubilidad del MIBC sumada a las condiciones de baja turbulencia a lo largo del volumen de control del equipo, demandan altas concentraciones de reactivo, aún con las cuales la cama de espuma generada es pobre, produciendo una flotación no efectiva.

Antes de las pruebas de flotación en continuo, los mejores resultados obtenidos con la mezcla AF65-Queroseno se analizaron desde el punto de vista de otros enfoques cinéticos que han sido efectivos describiendo la

flotación de otros minerales. De la misma manera, se realizó el análisis “release” para la flotación de lodos finos de carbón con Aerofroth 65 y Queroseno como reactivos de flotación, para comparar el comportamiento de las pruebas cinéticas y el potencial de limpieza de los lodos con esta mezcla de reactivos.

3.3.3 Modelos cinéticos de primer orden en la flotación de lodos

Dado que los mejores resultados para las pruebas cinéticas con la pareja AF65-Queroseno se obtuvieron al nivel alto de concentración de colector, se eligieron los datos de recuperación orgánica versus tiempo de las corridas con 907 g/ton LS de Queroseno y 100, 150 y 200 g/ton LS de Aerofroth 65, para analizar el comportamiento de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu en la flotación en celda de lodos finos de carbón, y establecer el efecto de la concentración de espumante sobre los parámetros cinéticos de estos tres modelos, cuya capacidad para describir el proceso de flotación de minerales ya ha sido demostrada por diversos autores (Saleh, 2010; Wei y Snaddenberg, 2007). La Tabla 12 presenta dichos parámetros cinéticos en función de la concentración de Aerofroth 65, los cuales fueron calculados teniendo en cuenta el coeficiente de correlación, la desviación estándar y el error máximo para cada uno de los modelos.

Tabla 12. Parámetros de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu para la flotación de lodos finos de carbón

Concentración de AF65, g/tonLS	Kelsall			Meyer y Klimpel		Huber-Panu		
	Φ	k_s	k_f	R_{∞}	k	R_{∞}	P	λ
100	0.5664	0.0304	2.2675	0.5503	3.6769	0.5908	0.8312	0.3617
150	0.4073	0.0464	1.8784	0.7327	3.2536	0.7319	1.4737	0.7998
200	0.3768	0.0540	1.8538	0.7713	3.2088	0.7713	1.5986	0.8900

Para todos los casos, la concentración de espumante afecta de forma directa el valor de los parámetros característicos de cada modelo. En el modelo de Kelsall, la fracción del material orgánico que flota lento, Φ , disminuye al aumentar la concentración de espumante, lo cual era evidente en las curvas de la Figura 19, en las que la mayor concentración de Aerofroth 65 demostraba una recuperación global más rápida del material orgánico. Las constantes cinéticas lentas y rápidas de este modelo, también mostraron cambios con relación a la concentración del reactivo, mientras k_s aumenta, k_f disminuye al emplear mayores cantidades de espumante. Estos cambios comprueban que el espumante favorece la operación acelerando la cinética lenta, que es la etapa limitante de la flotación de acuerdo a este modelo.

En el modelo de Meyer y Klimpel, la recuperación final, R_∞ , fue mayor para las corridas en las que se utilizó una mayor cantidad de reactivo, siendo de 77 % para una concentración de 200 g/ton LS de AF65. El aumento en la recuperación final refleja el efecto del espumante a través de la reducción en la tensión superficial del sistema. Una menor tensión superficial genera burbujas más estables y de tamaño más pequeño, características que se asocian con flotaciones más eficientes (Piñeres y Barraza, 2010). En este sentido, cabe mencionar que de acuerdo a Castañeda (2011), la concentración micelar crítica (CMC) del Aerofroth 65 puro en agua es de 0.0042 molar (1691.5 mg/L de agua), la cual produce una tensión superficial de 48 dinas/cm. Esto garantiza que en el rango de concentraciones de espumante consideradas en este estudio (10 a 20 mg/L de pulpa), la tensión superficial decrece al aumentar la concentración de este reactivo, pues se trata de dosificaciones muy por debajo de la CMC. Por su parte, la constante cinética de distribución rectangular, k , disminuye al incrementar la concentración de Aerofroth 65. Puesto que k representa el valor más alto permitido de la distribución rectangular, esto significa un incremento en el valor de la función de probabilidad, que estaría representada por $1/k$, indicando que el rango de flotabilidades de las partículas es más estrecho pero de mayor probabilidad.

Los parámetros del modelo de Huber-Panu fueron más altos para las pruebas cinéticas realizadas con una mayor concentración de espumante. Tanto la recuperación final, R_{∞} , como los parámetros λ y P , reflejan que la operación se favoreció cuando se emplean mayores dosis de AF65 en el rango de concentraciones contempladas en este estudio. De acuerdo a este modelo, la recuperación final más alta es de 77 % cuando se emplean 200 g/ton LS de espumante, lo cual está de acuerdo con el resultado arrojado por el modelo de Meyer y Klimpel.

Los correspondientes valores del coeficiente de correlación, R^2 , la desviación estándar, S_r , y el error máximo de los modelos estudiados en cada una de las pruebas cinéticas analizadas se muestran en la Tabla 13. Se observa que los tres modelos pueden representar la flotación de lodos finos de carbón, con coeficientes de correlación superiores a 0.988. Tanto los valores de R^2 , como la desviación estándar y el error máximo, corroboran que la flotación sigue una cinética de primer orden como lo han reportado diferentes autores (Dobby y Finch, 1986). De acuerdo a la Tabla 13, para el caso específico de la flotación de lodos finos de carbón, estos modelos de primer orden describen la operación con un alto grado de ajuste de los datos experimentales.

Tabla 13. Grado de ajuste de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimpel y Huber-Panu para la flotación de lodos finos de carbón

Concentración AF65, g/ton LS	Kelsall			Meyer y Klimpel			Huber-Panu		
	R^2	S_r	$e_{\max}$	R^2	S_r	$e_{\max}$	R^2	S_r	$e_{\max}$
100	0.9901	0.0133	0.0203	0.9880	0.0133	0.0218	0.9985	0.0052	0.0079
150	0.9950	0.0133	0.0179	0.9983	0.0072	0.0094	0.9997	0.0039	0.0034
200	0.9969	0.0112	0.0166	0.9990	0.0057	0.0070	0.9996	0.0042	0.0070

Para los lodos finos de carbón, el modelo cinético de Huber-Panu tuvo el mejor ajuste de los datos experimentales, logrando predecir la recuperación orgánica en función del tiempo con un error máximo de 0.0079, seguido por el modelo de Kelsall y el modelo de Meyer y Klimpel. Un resultado similar,

para la flotación de mineral de hierro, fue reportado por Saleh (2010), quien comparó estos tres modelos con otros modelos cinéticos de primer y segundo orden. En el caso del mineral de hierro, el modelo cinético de Meyer y Klimpel tuvo el mejor comportamiento describiendo la flotación de este material, seguido por los modelos de Kelsall y Huber-Panu, con grados de ajuste superiores a los demás modelos cinéticos contemplados en dicha investigación.

3.4 ANÁLISIS “RELEASE” DE LA FLOTACIÓN DE LODOS FINOS DE CARBÓN CON LA PAREJA AF65-Queroseno

La Figura 20, muestra la curva “release” para la flotación de lodos finos de carbón empleando Queroseno y Aerofroth 65 como reactivos de flotación y presenta los resultados obtenidos durante las pruebas cinéticas de flotación en celda y las corridas de flotación en continuo realizadas en este estudio. Esta curva se obtuvo por duplicado. De acuerdo a esta curva, idealmente, se podría obtener un material flotado con porcentajes de ceniza inferiores al 30 % y recuperaciones orgánicas cercanas al 70 %. No obstante, las pruebas de flotación por lotes y flotación en continuo (en columna) presentan recuperaciones orgánicas más altas con menores cenizas acumulativas. En todas las pruebas cinéticas de flotación en celda, el porcentaje de ceniza acumulada del material flotado se obtuvo en un rango entre 20% y 30% y la recuperación orgánica presentó valores entre 50 % y 75%.

Como se observa en la Figura 20, la flotación en celda presenta concordancia con los resultados del análisis “release”, obteniéndose puntos cercanos al máximo potencial de limpieza predicho por el análisis. Sin embargo, en las pruebas de flotación en columna se alcanzan recuperaciones del orden del 90% con cenizas acumulativas cercanas al 10%, mostrando resultados que en su totalidad se encuentran por encima de la curva “release”.

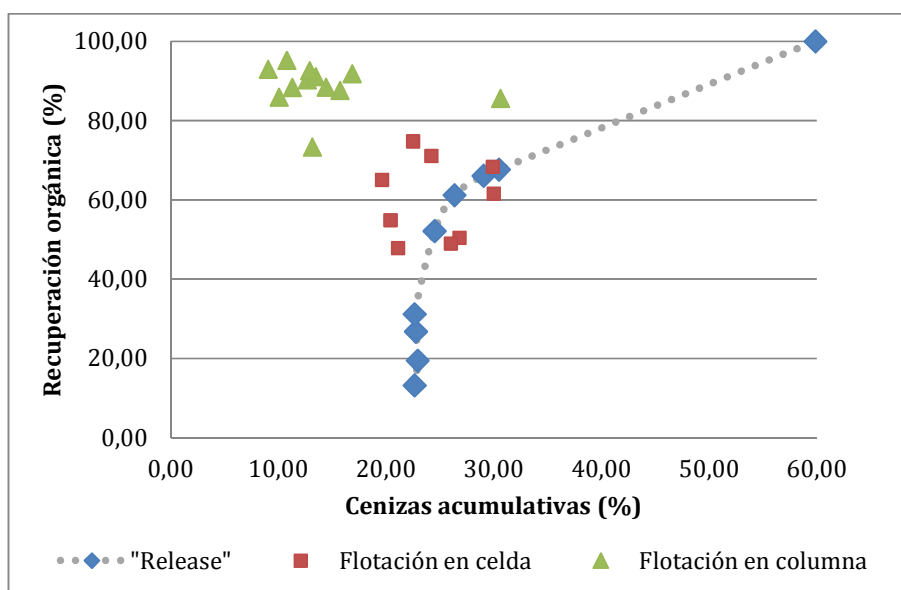


Figura 20. Análisis “release” de la flotación de lodos finos de carbón con la mezcla AF65-Queroseno

Pese a que este análisis “release” representa el potencial de limpieza ideal de un mineral por la técnica de flotación, los resultados encontrados en este trabajo están de acuerdo con otros estudios (Jena *et al*, 2008), donde también se ha mostrado que a determinadas condiciones la flotación en columna presenta resultados que superan las expectativas de limpieza arrojadas por el análisis “release” Dichas investigaciones, evidencian que entre la flotación en celda y la flotación en columna, la operación en continuo produce mayores recuperaciones orgánicas asociadas a cenizas acumulativas más bajas.

Las anteriores diferencias pueden deberse a que en las celdas “batch” convencionales existe alta turbulencia por la agitación mecánica que genera el sistema, lo cual propicia burbujas de gran tamaño y arrastre de materia mineral hacia la corriente de flotados, comprometiendo la selectividad del proceso. Por el contrario, en la flotación en continuo, el proceso se desarrolla en condiciones de baja turbulencia (bajos números de dispersión), altos tiempos de residencia de partículas hidrófobas en la zona de colección y la presencia del flujo de agua de lavado que controla el

arrastre de materia mineral a lo largo de la cama de espuma, todo esto garantizando una operación selectiva (Barraza y Piñeres, 2005). Por lo tanto, las anteriores condiciones de operación en columna favorecen la obtención de altas recuperaciones de material orgánico con bajos porcentajes de ceniza, generando resultados superiores a los alcanzados en un equipo de operación por lotes.

3.5 PRUEBAS EN COLUMNA DE FLOTACIÓN

3.5.1 Diseño experimental para la flotación en columna de lodos finos de carbón

Dado que los mejores resultados en las pruebas cinéticas de flotación en celda se obtuvieron a concentraciones de 907 g/ton LS de Queroseno y 200 g/ton LS de Aerofroth 65, dichas concentraciones se emplearon como base al momento de definir las condiciones de operación y el diseño experimental de las pruebas de flotación en columna. Para estas pruebas, se eligieron como variables de control la velocidad del aire inyectado a la columna, cuyos niveles se determinaron a partir de recomendaciones de otros estudios (Orozco y Solarte, 2010) y la concentración de espumante, para el que la concentración de 200 g/ton LS constituyó el nivel bajo del diseño experimental. Por su parte, la concentración de colector se mantuvo fija en 907 g/ton LS en todos los experimentos realizados en columna, además de la altura del lecho de espuma y el flujo de agua de lavado. Las Tablas 3 y 4 del procedimiento experimental resumen las condiciones de operación de las pruebas de flotación en continuo, la nomenclatura y las características del diseño experimental propuesto.

La Tabla 14 presenta los resultados de la flotación en columna de los lodos finos de carbón, mostrando el contenido de ceniza, el poder calorífico y el porcentaje de azufre de los lodos alimentados al proceso y del material flotado en cada una de las corridas del diseño experimental. De igual forma,

la tabla muestra el porcentaje de recuperación orgánica y el rendimiento másico de todos los experimentos en función de la concentración de espumante y velocidad del aire.

Tabla 14. Resultados de las corridas de flotación en columna de lodos finos de carbón

Corrida	Espumante, g/ton LS	Aire, cm/s	Ceniza, % (bs)	Poder calorífico, Btu/lb	Azufre Total, %	Rendimiento másico, %	Recuperación Orgánica, %
Alimento	----	----	64.86	3073	1.13	----	----
LF1J1	200	1.2	10.05	11368	1.01	72.47	85.95
LF1J2	200	2.0	9.03	11632	1.01	75.85	92.98
LF2J1	240	1.2	10.77	11381	1.09	80.53	95.22
LF2J2	240	2.0	15.71	10666	1.08	70.32	87.67
LF0J0(1)	220	1.6	12.66	11105	1.05	69.08	90.31
LF0J0(2)	220	1.6	16.84	10794	1.04	72.28	91.89
LF0J0(3)	220	1.6	14.42	9907	1.10	67.01	88.50
LF0J0(4)	220	1.6	13.45	10958	0.99	67.15	91.12
LFJ1*	220	0.8	12.89	10998	1.09	70.68	92.64
LFJ2*	220	2.4	11.27	10959	1.06	58.54	88.39
LF1J*	180	1.6	13.14	11315	1.07	44.55	73.38
LF2J*	260	1.6	30.62	8311	1.00	61.81	85.64

Tal como se observa en la Tabla 14, en general para todas las corridas de flotación en columna, los porcentajes de ceniza se reducen de un 65 % en el lodo alimentado a menos del 30 % en los carbones finos beneficiados. Se resalta el valor del contenido de ceniza menor al 10% del carbón flotado a 200 g/ton LS de concentración de espumante y 2.0 cm/s de velocidad del aire (Corrida LF1J2), el cual presentó el mayor poder calorífico de todos los flotados obtenidos.

Desde el punto de vista de la recuperación orgánica y el rendimiento másico, la corrida realizada a la condición de operación de 240 g/ton LS de

Aerofroth 65 y velocidad de aire de 1.2 cm/s (Corrida LF2J1), presentó los porcentajes más altos, recuperándose el 95.2 % del material orgánico del alimento con un rendimiento másico del 80.5 % y un contenido de ceniza del 10.7 %. Cabe destacar que aunque fue en la prueba LF2J1, en la que se obtuvo la recuperación orgánica y el rendimiento másico más alto, las condiciones de la corrida LF1J2, en la que se obtuvo el menor porcentaje de ceniza, también garantizaron altas recuperaciones orgánicas y altos rendimientos másicos, (93 % y 76 % respectivamente), con un 17 % menos de reactivo Aerofroth 65.

Se puede observar también que en general en todas las pruebas realizadas, el porcentaje de azufre disminuyó con respecto al lodo de alimento, infiriendo que alguna de las formas en las que el elemento se encuentra presente, tiene afinidad por permanecer en la pulpa y no abandonar la columna junto con el material orgánico en la corriente de flotados. Esto es de vital importancia para la aplicación de la flotación en el beneficio de estos lodos a nivel industrial, pues proyecta que la viabilidad técnica del beneficio por flotación, desde el punto de vista de los altos rendimientos y recuperaciones orgánicas de las pruebas de operación en continuo, se potencializan con las ventajas económicas, energéticas y ambientales de los bajos porcentajes de ceniza y azufre que presentan los resultados de la Tabla 14.

Los resultados de la experimentación en columna se utilizaron para generar un modelo estadístico que describiera los resultados obtenidos y permitiera disponer de una expresión de la recuperación orgánica de la flotación en continuo de lodos finos de carbón, en función de la concentración de espumante y de la velocidad del aire, que a su vez mostrara el efecto de esas dos variables sobre la cantidad de material orgánico que se recupera. Para ello, fue necesario normalizar los niveles de concentración de espumante y velocidad de aire considerados en el estudio y emplear un paquete computacional para encontrar los coeficientes del modelo. La Tabla 15

presenta los valores de las variables normalizadas (X_1 y X_2) y la variable de respuesta (Y) correspondiente a cada tratamiento.

Tabla 15. Variables reales y normalizadas requeridas para el modelo estadístico de flotación en columna

Corrida	Espumante		Aire		Recuperación Orgánica, % (Y)
	g/ton LS	X1	cm/s	X2	
LF1J1	200	-1	1.2	-1	85.95
LF1J2	200	-1	2.0	1	92.98
LF2J1	240	1	1.2	-1	95.22
LF2J2	240	1	2.0	1	87.67
LF0J0(1)	220	0	1.6	0	90.31
LF0J0(2)	220	0	1.6	0	91.89
LF0J0(3)	220	0	1.6	0	88.50
LF0J0(4)	220	0	1.6	0	91.12
LFJ1*	220	0	0.8	-2	92.64
LFJ2*	220	0	2.4	2	88.39
LF1J*	180	-2	1.6	0	73.38
LF2J*	260	2	1.6	0	85.64

Con los datos presentados en la Tabla 15, se ajustó un modelo matemático de segundo orden aplicando mínimos cuadrados, de la forma:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{12}X_1X_2 \quad [12]$$

Donde los coeficientes b_0 a b_{12} se hallaron empleando notación matricial en el paquete computacional Matlab 7.0.4. La Ecuación 13 presenta el modelo matemático con los coeficientes calculados.

$$Y = 92.115 + 2.3733X_1 - 0.7517X_2 + 2.9622X_1^2 + 0.2110X_2^2 + 3.6450X_1X_2 \quad [13]$$

De acuerdo al modelo, la interacción entre la concentración de espumante (X_1) y la velocidad del aire (X_2) es el factor más influyente sobre la recuperación orgánica en la flotación en columna de lodos finos de carbón, siendo el coeficiente b_{12} el mayor de los coeficientes calculados por el paquete computacional, seguido por el efecto individual de la concentración de espumante b_{11} . Puesto que el espumante es el reactivo que promueve la reducción de la tensión superficial, la cual afecta la estabilidad de la interfase aire-agua, es de esperarse que la concentración del mismo y la velocidad del aire tengan una estrecha interacción que influye considerablemente en la efectividad del proceso de flotación, lo que se refleja en las diferentes recuperaciones orgánicas de cada tratamiento. La Tabla 16 presenta el análisis de varianza que sustenta la validez estadística del modelo matemático propuesto.

Tabla 16. ANOVA del modelo estadístico para la flotación en columna de lodos finos de carbón (Recuperación orgánica en función de la concentración de espumante y la velocidad de aire)

Fuente	gl	Suma de cuadrados	Promedio de los cuadrados	F	Fc, $\alpha = 0.05$
Modelo	5	330.26	66.052	22.65	4.39
Error	6	17.50	2.9167		
Total	11	347.76			

De acuerdo al análisis de varianza de la Tabla 16, el modelo descrito por la Ecuación 13 representa los resultados del diseño experimental con un nivel de confianza del 95 %, siendo mayor el valor del estadístico F del modelo que el F crítico para un nivel de significancia del 5 %. El coeficiente de correlación, R^2 , confirma que el modelo correlaciona adecuadamente los datos experimentales, siendo este coeficiente igual a 0.95, correlación que puede observarse también en la Figura 21.

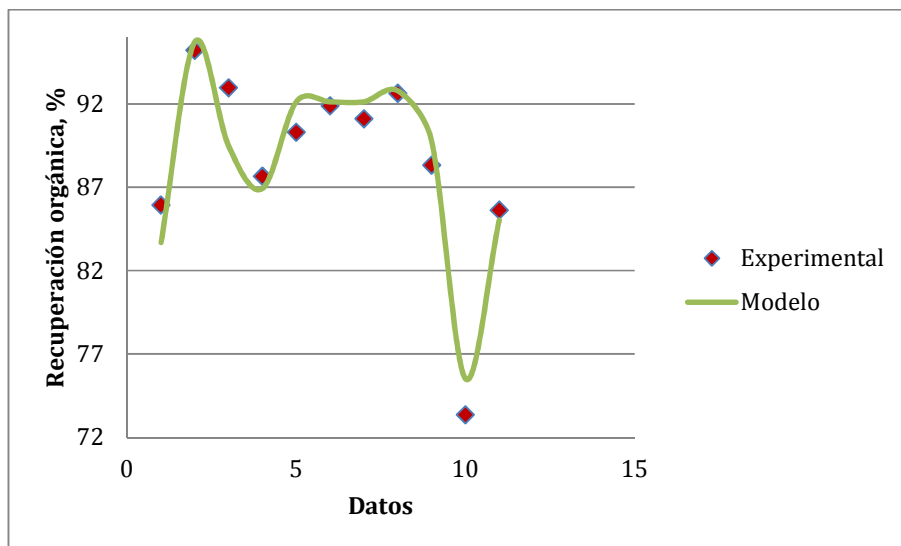


Figura 21. Grado de ajuste del modelo estadístico a los datos experimentales de la flotación en columna de lodos finos de carbón

3.5.2 Análisis de DRX de muestras flotadas y fondos obtenidas en columna

Con el fin de corroborar cuales minerales tienen afinidad hacia la materia orgánica (flotados) o hacia la materia mineral (fondos) se realizaron análisis de DRX de las muestras flotadas y de fondos obtenidos en la columna de flotación. Los difractogramas correspondientes a la corrida LF1J2 se presentan en la Figura 22 donde se observa que existe reducción del contenido de materia mineral en la corriente de flotados con respecto al alimento, esto se evidencia en la disminución de la intensidad de los picos en la curva de color azul (flotado) en comparación con el comportamiento descrito por la curva de color rojo (lodos originales).

Puesto que la concentración de compuestos en cada corriente está directamente relacionada con la intensidad de los picos, la Figura 22 demuestra la afinidad de los materiales arcillosos como caolinita (C), illita (I), clorita (L), montmorillonita (M) y muscovita (V) con la corriente de fondos. El cuarzo (Q), uno de los componentes más representativos de la materia mineral de los lodos de alimento se concentra en la corriente de fondos, obteniéndose flotados con una baja concentración de este óxido.

Este resultado es promisorio por cuanto esta corriente de fondo con alto contenido de cristales de cuarzo puede tener valor agregado en industrias donde se requiera esta materia prima. La pirita (P), por su parte, tiende a flotar con el carbón; esto debido a que puede encontrarse asociada a la matriz orgánica altamente hidrófoba.

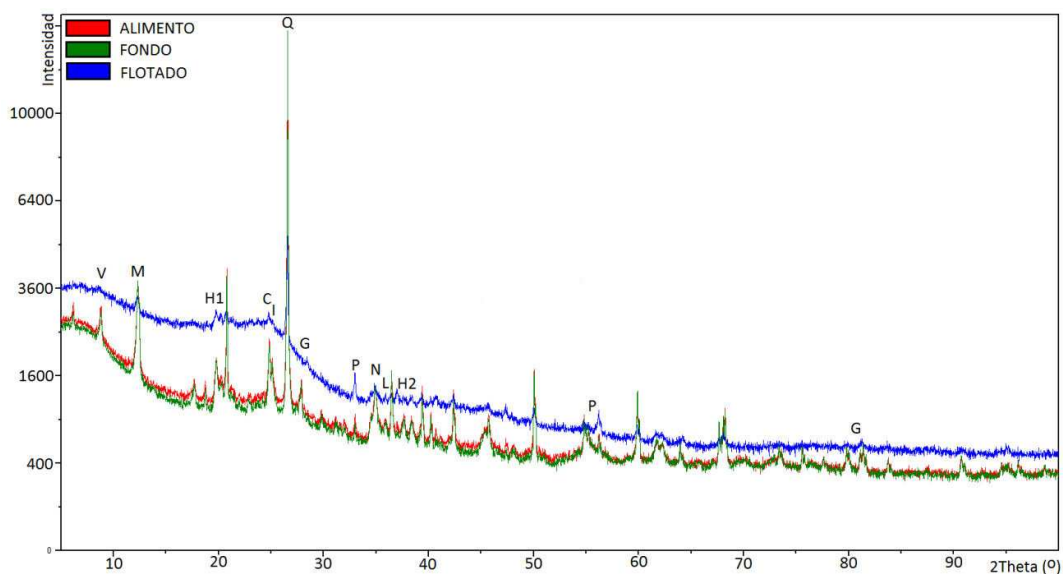


Figura 22. Difractogramas de la muestra original de alimento y corrientes de fondo y flotado en la corrida LF1J2

Otros compuestos como magnetita (N), grafito (G) y los hidróxidos de manganeso y calcio (H1, H2) presentan una marcada disminución en la corriente de flotados al tiempo que se concentran en la corriente de fondos.

3.5.3 Corrida de flotación en columna en dos etapas

Se realizó una prueba adicional de flotación en columna en dos etapas, para evaluar el comportamiento del equipo de flotación en continuo al procesar 40 litros de pulpa, equivalente a beneficiar 2 kilogramos de lodos finos de carbón. Para ello, fue necesario mantener el proceso en estado estable durante 2 horas de operación, con una velocidad de aire de 2 cm/s, una

concentración de espumante de 200 g/ton LS y las mismas condiciones de operación con las que se realizaron las pruebas del diseño experimental.

La Figura 23 muestra un esquema de la flotación en dos etapas, con los porcentajes de ceniza de las corrientes de fondo y flotados y los rendimientos máxicos obtenidos en cada una de las fases. Aunque en la primera etapa, el rendimiento máxico de los flotados fue de 67.8 % y el contenido de ceniza se redujo a un 16 %, valores que difieren de los obtenidos en la corrida LF1J2 en la que el rendimiento máxico fue mayor (76 %) con un porcentaje de ceniza más bajo (9 %), el proceso de beneficio produce una reducción considerable del contenido de ceniza y una alta producción de material flotado con respecto al material alimentado, aún en condiciones en las que el equipo opera de manera estable durante un largo periodo de tiempo. Las diferencias con respecto a los resultados de la corrida LF1J2 pueden deberse a limitaciones derivadas de una agitación deficiente en el tanque de alimentación para el volumen de pulpa procesado y a alteraciones del sistema de suministro de aire en los instantes de carga-descarga del compresor, los cuales ocurren en promedio cada 15 minutos a las condiciones de velocidad de aire requeridas por la prueba.

En la Figura 23 se observa que al reprocesar la corriente de flotados obtenidos en la etapa I, se presentó una disminución en el contenido de cenizas desde 16.08 % a un valor de 8.31 %, obteniéndose un rendimiento de 61.83 %. Aunque la segunda etapa del proceso implique una disminución de 6 puntos porcentuales respecto al rendimiento máxico de la primera etapa, el bajo contenido de ceniza en la corriente de flotados, comparable con porcentajes de ceniza en carbones de alta calidad, convierte este producto en un material atractivo para su comercialización y uso destinado a procesos de combustión y transformación de carbones de granulometría fina.

Por su parte, la concentración de materia mineral en la corriente de fondos, que ocurre en la segunda etapa a la que se somete este material, se logró hasta un porcentaje de ceniza de 88.11 %. Este alto contenido de ceniza, que de acuerdo a las caracterizaciones por DRX debe asociarse principalmente a arcillas y cuarzo, puede justificar el uso de esta corriente de fondos en procesos industriales donde este tipo de materiales sean requeridos.

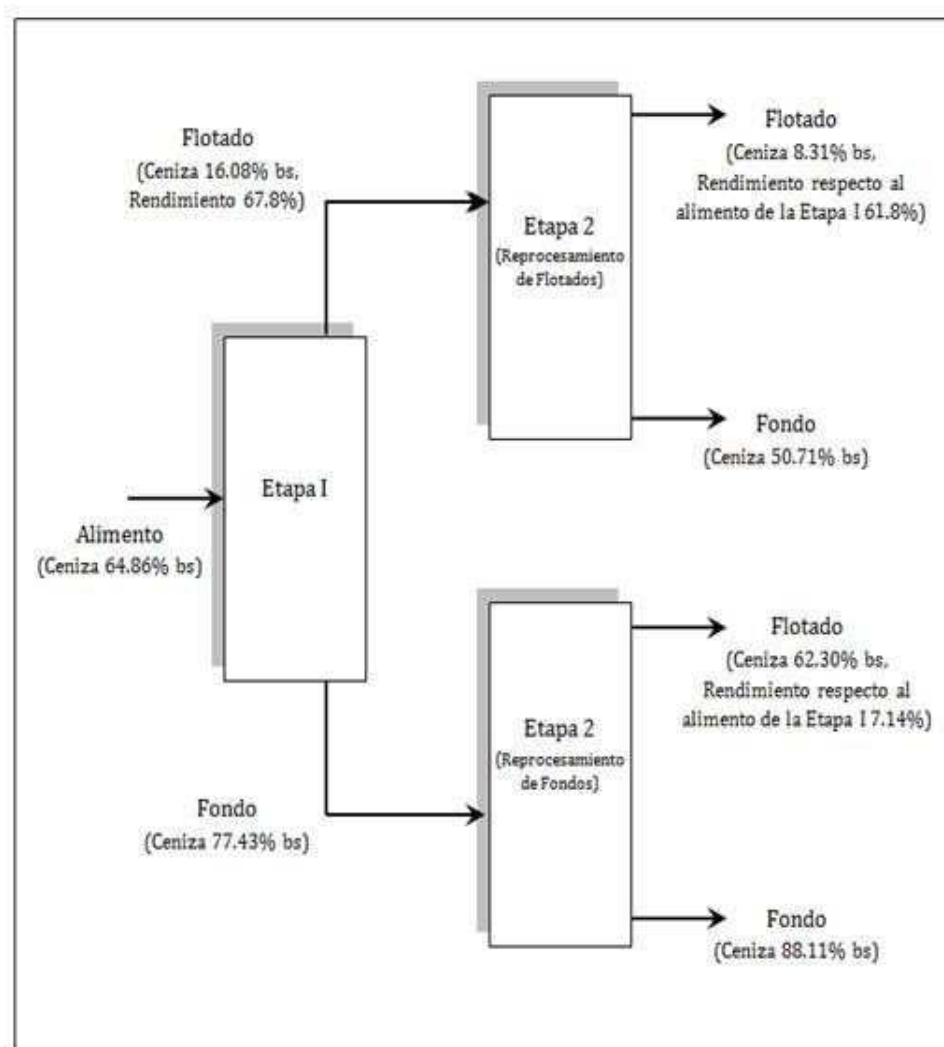


Figura 23. Esquema y resultados de la flotación en columna en dos etapas de lodos finos de carbón

3.5.4 Efecto del agua proveniente de la planta de lavado de la mina Cerrejón (Guajira) en la flotación

La Tabla 17 presenta los resultados obtenidos para la corrida realizada empleando agua de la planta de lavado de la mina El Cerrejón, usando las mismas condiciones de la Etapa I de la corrida de flotación en dos etapas, cuyos resultados también se muestran, con el fin de comparar la influencia del tipo de agua sobre el rendimiento y el contenido de ceniza en la flotación.

Tabla 17. Efecto del agua del Cerrejón (Guajira) sobre el rendimiento y el contenido de ceniza en la flotación en columna de lodos finos de carbón

Procedencia del agua	Ceniza flotado, % bs	Ceniza fondo, % bs	Rendimiento, %
Cerrejón (Guajira)	15.91	83.89	73.63
Universidad del Valle (Cali)	16.08	77.43	67.80

Desde el punto de vista del contenido de ceniza de los flotados, en la Tabla 17 se muestra que el uso del agua del Cerrejón no influye en el porcentaje de ceniza de la corriente que se recupera por el tope de la columna de flotación, obteniéndose un contenido de ceniza en base seca cercano al 16% en los flotados de ambas pruebas. Pese a que el contenido de ceniza en la corriente de fondos y el porcentaje de rendimiento difieren en las dos corridas, siendo mayor en la corrida con agua del Cerrejón (Guajira), dicha diferencia no supera cinco puntos porcentuales, lo que infiere que las características del agua procedente de la mina, no afectan viabilidad técnica del proceso de flotación de lodos finos de carbón mostrada en este estudio.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1 CONCLUSIONES

En este trabajo de investigación se evaluó la cinética de flotación de lodos finos de carbón provenientes de la planta de lavado de la mina Cerrejón (Guajira), con el fin de identificar el efecto del tipo y concentración de los reactivos químicos empleados, sobre la recuperación orgánica y los parámetros cinéticos de la operación.

De acuerdo al estudio de caracterización de los lodos finos de carbón, este material tiene una concentración de ceniza de 64.86 % (p/p, base seca), que hace referencia a altos contenidos de cuarzo y arcillas. La fracción restante, material orgánico de alto poder combustible, actualmente se desaprovecha disponiendo de estos lodos en un embalse, lo cual representa un problema económico y ambiental.

Las pruebas cinéticas de flotación en un equipo por lotes, empleando dos parejas distintas de reactivos, MIBC-Queroseno y AF65-Queroseno, mostraron en general recuperaciones orgánicas superiores al 48 %, con contenidos de ceniza por debajo del 38 %, y evidenciaron el impacto de las concentraciones de los reactivos y su interacción sobre la cinética de la operación.

El estudio cinético usando como reactivos de flotación MIBC y Queroseno, mostró que la concentración de colector es el factor más influyente sobre los parámetros cinéticos, seguido por la interacción entre las concentraciones de los reactivos y la concentración de espumante. Para esta pareja, la mayor constante cinética rápida (0.9457 min^{-1}) se obtuvo a 907

g/ton LS de Queroseno y 300 g/ton LS de MIBC, concentraciones a las que además se alcanzó la mayor recuperación orgánica (91.6 %), el mayor rendimiento másico (40.4 %) y el menor contenido de ceniza (19.2 %).

Para la mezcla AF65-Queroseno, el estudio demostró que la cinética del proceso se encuentra afectada principalmente por la concentración de espumante, seguida por la concentración de colector y la interacción entre estos factores. Con estos reactivos de flotación, la mayor constante cinética rápida (0.6464 min^{-1}) resultó a concentraciones de 907 g/ton LS de Queroseno y 200 g/ton LS de AF65. A estas condiciones se obtuvo la recuperación orgánica más alta (74.8 %), un alto rendimiento másico (34.7 %) y un bajo contenido de ceniza (22.5 %), porcentajes superiores a los esperados de acuerdo al análisis “release” con estos reactivos.

Con los datos de recuperación orgánica vs. tiempo de las pruebas con 907 g/ton LS de Queroseno y espumante Aerofroth 65, se ajustaron los parámetros de los modelos cinéticos de Kelsall, Meyer y Klimple y Huber-Panu, mostrando que la flotación de lodos finos de carbón sigue una cinética de primer orden y que dichos modelos describen la operación con coeficientes de correlación superiores a 0.988.

Pese al mejor desempeño de la mezcla MIBC-Queroseno en las pruebas cinéticas en celda de flotación, la pareja AF65-Queroseno mostró mayor efectividad en la producción de espuma al llevar las mejores condiciones de la operación por lotes a experimentos en continuo en columna de flotación. Dada la importancia de los sistemas en continuo en el beneficio de materiales a nivel industrial, se realizaron pruebas de flotación en columna empleando como reactivos AF65 y Queroseno.

En las pruebas de flotación en columna, se evaluó el efecto de la concentración de espumante y la velocidad del aire, sobre la recuperación orgánica de la operación. En estas pruebas se obtuvieron recuperaciones orgánicas hasta del 95 % y contenidos de ceniza que alcanzaron porcentajes

del 9 %. Bajo todas las condiciones, la flotación en continuo mostró una reducción en el contenido de azufre. El poder calorífico del material flotado alcanzó valores por encima de los 11000 Btu/lb en un amplio conjunto de condiciones.

Los mejores resultados de las pruebas en columna de flotación se obtuvieron a una concentración de espumante de 200 g/ton LS y una velocidad de aire de 2.0 cm/s. A estas condiciones, los flotados mostraron un porcentaje de ceniza del 9 % y un poder calorífico superior de 11632 Btu/lb. La recuperación orgánica y el rendimiento másico de esta prueba, fueron de 93 % y 76 %, respectivamente.

El modelo estadístico generado a partir de los resultados de las pruebas de flotación de lodos en columna, el cual representa la recuperación orgánica de la operación en función de la concentración de espumante y la velocidad del aire, y cuya validez fue demostrada mediante un análisis de varianza, logró correlacionar adecuadamente los datos experimentales, con un coeficiente de 0.95.

Al procesar en continuo 40 litros de pulpa en un circuito de dos etapas, bajo las mejores condiciones del diseño experimental de las pruebas en columna, se obtuvo una corriente de flotados con un porcentaje de ceniza de 8.3 % y un rendimiento másico de 67.8 %. Los fondos, por su parte, lograron concentrarse hasta un contenido de ceniza de 88.1 %. Al realizar una prueba similar en una sola etapa, empleando en la preparación de la pulpa agua proveniente de la planta de lavado de la mina El Cerrejón, demostró que las características del agua de la mina, no influyen en la viabilidad técnica de proceso.

4.2 RECOMENDACIONES

Los resultados del estudio cinético y las pruebas de flotación en columna demostraron la viabilidad técnica de la flotación en la recuperación de la materia orgánica presente en los lodos finos de carbón. No obstante la heterogeneidad del material y la complejidad de la flotación, permiten que los resultados de esta investigación constituyan la base de estudios futuros dirigidos a optimizar la aplicación de esta técnica de beneficio sobre lodos finos de carbón y otros materiales afines. Los nuevos desarrollos investigativos podrían tener en cuenta las siguientes recomendaciones:

- Extender las pruebas cinéticas de flotación a otras parejas de colectores y espumantes, mezclas de tipos de reactivos y pulpas con aditivos como sales que puedan mejorar los resultados obtenidos en este estudio en términos de la tasa de recuperación orgánica de la operación. Dada la ubicación de la mina Cerrejón (Guajira), realizar pruebas con agua de mar, con y sin presencia de reactivos químicos, proyectaría el beneficio de lodos finos de carbón por flotación como una alternativa de alto impacto para la industria minera de esa zona del país.
- Desarrollar una metodología para evaluar la cinética de la flotación en continuo, recolectando información de la recuperación orgánica en función del tiempo en pruebas en columna. Dada la importancia de los sistemas en continuo para las aplicaciones industriales de la flotación como técnica de beneficio, es de vital importancia determinar la tasa de recuperación orgánica específicamente bajo las condiciones en las que el proceso se realizará a escala industrial.
- Evaluar los usos potenciales de la corriente de fondos producto de la flotación de los lodos finos de carbón. De acuerdo a la caracterización mineralógica realizada en este estudio, los fondos están compuestos por un alto porcentaje de cuarzo y arcillas, materia mineral que representa alrededor del 64 % del alimento. La posibilidad de caracterizar

rigurosamente este material, concentrarlo mediante flotación y otras técnicas y obtener de él minerales de importancia industrial, representaría el aprovechamiento de un material que actualmente se desecha desconociendo su verdadero valor.

5. BIBLIOGRAFÍA

Adamson A., Gast A. (1997). Physical chemistry of surfaces. Willey-Interscience. Estados Unidos. 784.

Alcaide F., Alonso A., (2009). Método de concentración de carbón por medios densos en tambor Wemco. ENCASUR. España.

Barraza J., Piñeres J. (2005). A pilot-scale flotation column to produce beneficiated coal fractions having high concentration of vitrinite maceral. *Fuel*, 84, 1879-1883.

Brozek M., Mlynarczykowska A. (2007). Analysis of kinetics models of batch flotation. *Physicochemical Problems of Mineral Processing* , 41, 51-65.

Castañeda A. (2011). Determinación de concentraciones micelares críticas de surfactantes utilizados en flotación. Tesis de pregrado, Escuela de Ingeniería Química. Universidad del Valle.

Danús H., Vera S., (2010). Carbón: Protagonista del pasado, presente y futuro. *Instituto de Ingenieros de Minas de Chile*. Chile.

Dobby G. S. (1984). A fundamental flotation model and flotation column scale up. Doctoral thesis. Department of mining and metallurgical engineering, McGill University.

Dobby G. S., Finch J. A. (1986). Flotation column scale-up and modeling. *CIM Bulletin*, 889. 89-96.

EIA, (2007). Annual energy outlook. *Energy Information Administration, U.S. Government*. Estados Unidos.

Erbil H. Y. (2006). Surface chemistry of solid and liquid interfaces. *Blackwell Publishing*. Estados Unidos. 4.

García E., Sandoval S. (2009). Evaluación del potencial de limpieza de los lodos finos de carbón de la mina Cerrejón (Guajira) aplicando análisis "release". Tesis de pregrado, Escuela de Ingeniería Química. Universidad del Valle.

Hernández R., (2006). Manejo integrado de recursos naturales. *United States Agency for International Development*. Honduras.

Huang Y., Takaoka M., Takeda N., (2003). Removal of unburned carbon from municipal solid waste fly ash by column flotation. *Waste Management*, 23, 307-313.

Matis K. A., Gallios G. P., Kydros K. A. (1993). Separation of fines by flotation techniques. *Separation Technology*, 3, 76-90.

Mohns C. A., (1997). Effect of particle size on coal flotation kinetics. Master dissertation. Department of Mining Engineering. Queen's University.

Montoya J., (2000). Estudio cinético de beneficio por flotación burbujeante de un carbón de la región sur-occidental colombiana. Tesis de pregrado, Escuela de Ingeniería Química. Universidad del Valle.

Orozco M., Solarte A. (2010). Cinética de flotación del maceral vitrinita en carbones del Cerrejón (Guajira) utilizando columna de flotación. Tesis de pregrado, Escuela de Ingeniería Química. Universidad del Valle.

Piñeres J.L. (2008). Fenómenos superficiales y cinéticos en la concentración del grupo maceral vitrinita en fracciones beneficiadas de carbones Colombianos obtenidos por flotación burbujeante. Tesis Doctoral, Escuela de Ingeniería Química Universidad del Valle.

Piñeres J., Barraza J. (2010). Colombian coal cleaning using a test rig flotation column. *XVI International Coal Preparation Congress*. Estados Unidos.

Rao S. R. (2004). Surface chemistry of froth flotation. Kluwer Academic / Plenum Publishers. Estados Unidos. 660-668.

Rojas A., Barraza J. (2005). Beneficio de los carbones de Guachinte (Cauca) y Golondrinas (Valle del Cauca) usando un circuito ciclónico en dos etapas de separación. *DYNA*, 75, 156.

Ruiz A., (2009). Flotação do carvão contido no rejeito da barragem El Cantor. Tesis de maestría, Departamento de Ingeniería de Minas y de Petróleo. Universidad de Sao Paulo.

Saleh A. M., (2010). A study on the performance of second order models and two phase models in iron ore flotation. *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, 44, 215-230.

UPME, (2005). El carbon colombiano, fuente de energía para el mundo. *Ministerio de Minas y Energía*. Colombia.

WCI, (2007). The coal resource: A comprehensive overview of coal. *World Coal Institute*. Inglaterra.

Wierink G. (2012). A computational framework for coupled modelling of three-phase systems with soluble surfactants. Doctoral dissertation, Aalto University.

6. ANEXOS

6.1 ANEXO 1: Ejemplo de cálculo de la recuperación orgánica en función del tiempo en las pruebas cinéticas de flotación

Tabla A1- 1. Datos de recuperación orgánica en función del tiempo
(Materia orgánica en el alimento: 32.28 g)

Tiempo, min	Peso acumulado, g	Humedad acumulada, %	Ceniza acumulada, % (base total)	Materia organica acumulada, g	Recuperación orgánica acumulada, %
0.25	9.63	7.33	10.49	7.91	24.50
0.50	15.79	7.32	12.81	12.61	39.06
0.75	19.99	7.29	14.54	15.62	48.40
1.00	22.28	7.30	15.30	17.25	53.43
1.50	25.72	7.26	16.76	19.54	60.53
2.00	27.88	7.24	17.76	20.91	64.77
4.00	31.54	7.16	19.92	23.00	71.25
8.00	34.24	7.01	22.49	24.14	74.78

6.2 ANEXO 2: Datos cinéticos de la flotación en celda de lodos finos de carbón

Tabla A2- 1. Datos cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la mezcla MIBC-Queroseno

Concentración de MIBC. g/ton LS	Tiempo. min	Recuperación orgánica. %		
		227 g/ton LS Queroseno	454 g/ton LS Queroseno	907 g/ton LS. Queroseno
200	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	13.00	15.06	11.68
	0.50	24.47	27.50	26.74
	0.75	31.58	35.19	34.50
	1.00	37.22	41.36	40.52
	1.50	45.15	48.33	46.85
	2.00	50.05	53.27	49.44
	4.00	57.62	60.33	52.11
	8.00	63.57	67.79	52.11
300	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	11.66	10.63	16.01
	0.50	21.30	22.37	37.93
	0.75	30.39	30.68	49.16
	1.00	36.73	35.60	59.18
	1.50	45.63	42.48	69.32
	2.00	49.39	46.31	76.23
	4.00	57.19	51.97	84.96
	8.00	63.29	57.32	91.59
400	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	11.64	16.33	15.74
	0.50	21.23	28.96	34.90
	0.75	30.01	36.33	43.18
	1.00	36.10	42.30	49.23
	1.50	45.89	49.62	54.55
	2.00	52.30	54.37	57.43
	4.00	61.52	62.02	62.11
	8.00	67.76	68.07	62.11

Tabla A2- 2. Datos cinéticos de la flotación de lodos finos de carbón con la mezcla AF65-Queroseno

Concentración de AF65. g/ton LS	Tiempo. min	Recuperación orgánica. %		
		227 g/ton LS Queroseno	454 g/ton LS Queroseno	907 g/ton LS. Queroseno
100	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	11.50	8.01	21.22
	0.50	20.21	17.48	29.78
	0.75	25.80	24.96	35.55
	1.00	29.91	30.03	40.24
	1.50	35.88	35.06	43.89
	2.00	39.39	38.36	46.74
	4.00	45.07	43.53	51.24
	8.00	50.51	47.86	54.92
150	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	16.26	11.24	23.89
	0.50	24.96	23.38	37.65
	0.75	31.82	31.38	45.98
	1.00	37.29	36.16	50.68
	1.50	44.84	41.10	57.46
	2.00	49.71	43.49	61.92
	4.00	56.46	46.54	67.92
	8.00	61.63	49.03	71.08
200	0.00	0.00	0.00	0.00
	0.25	13.25	13.74	24.50
	0.50	24.52	25.61	39.06
	0.75	32.22	34.78	48.40
	1.00	38.31	41.32	53.43
	1.50	46.29	49.56	60.53
	2.00	52.16	54.52	64.77
	4.00	63.39	61.54	71.25
	8.00	68.36	65.13	74.78