MINERALES Y GRUPOS FUNCIONALES EN FLOTADOS DE LODOS FINOS DE CARBÓN

FABIAN MAURICIO CHAUX CASTIBLANCO

UNIVERSIDAD DEL VALLE
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
SANTIAGO DE CALI
2013

MINERALES Y GRUPOS FUNCIONALES EN FLOTADOS DE LODOS FINOS DE CARBÓN

Proyecto de grado presentado como requisito parcial para optar al título de Ingeniero Químico

Por:

FABIAN MAURICIO CHAUX CASTIBLANCO

Director:

Ing. Juan Manuel Barraza Burgos, M.Sc., Ph.D

UNIVERSIDAD DEL VALLE

FACULTAD DE INGENIERÍA

ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

SANTIAGO DE CALI

2013

Nota de aceptación:

_____

_____

_____

_____

_____

_____

_____

Juan Manuel Barraza Burgos,
Ing. Qco., M.Sc., Ph.D..

Director de Trabajo de Grado

_____

Firma del presidente del jurado

_____

Firma del jurado

_____

Firma del jurado

Santiago de Cali, 2013.

RESUMEN

Este estudio se enfocó en determinar la distribución de minerales y grupos funcionales en flotados de lodos finos de carbón provenientes de la planta de lavado del Cerrejón (Guajira) y beneficiados en celda a condiciones variables de concentración de espumante Aerofroth-65 (AF-65) y tiempo de barrido.

Con ayuda de las técnicas de espectroscopia de Difracción de Rayos-X (DRX) e Infrarrojo por Transformada de Fourier (FT-IR), se lograron identificar las fases minerales (Cuarzo, Caolinita, Ilita, Mica, Muscovita, Anatasa, Biotita entre otros) y grupos orgánicos (CH_3 -CH_2 –CH, C=C C=O, NH-OH y aromáticos) respectivamente, y que se encontraban presentes tanto en los flotados como en la muestra de alimento.

Experimentalmente se separó una gran porción de la materia orgánica presente en los lodos mediante la utilización de un sistema de Combustión a Baja Temperatura (CBT), el cual consistió en introducir las muestras al interior de una mufla a una temperatura de trabajo de 300°C durante 7 horas; gracias a este se logró observar una disminución en el contenido de materia orgánica (representado por la menor línea base en las muestras oxidadas) y permitió identificar mejor las fases minerales.

Se encontró que para las muestras obtenidas a diferentes tiempos de barrido y concentraciones fijas de espumante, las que presentaban mayor resolución e identificación de picos eran las que permanecían mayor tiempo al interior de la celda; también se pudo apreciar que en general los flotados beneficiados a concentración de 20 ppm de espumante, presentan mayor recuperación de material orgánico, lo cual se corrobora al observar la intensidad de la mayoría de sus picos, correspondientes a grupos funcionales.

AGRADECIMIENTOS

En primera instancia a Dios por brindarme la vida, salud y bienestar; por ser mi soporte, llenarme de bendiciones y permitirme culminar satisfactoriamente esta etapa.

A mis padres, Pedro y Luz y a mis hermanos Pedro Andrés y María Paula por su infinita paciencia, apoyo incondicional, amor y energía positiva. En general a mi familia por ser parte fundamental en la realización de este logro y porque todo lo que hago es por ellos y para ellos.

Al profesor Juan Manuel Barraza Ph. D por darme la oportunidad de trabajar en el presente proyecto y por su dirección durante el transcurso del mismo.

A los profesores de la Escuela de Ingeniería Química por sus enseñanzas.

Al personal de los Laboratorios de Investigación y Servicios de la Escuela de Ingeniería Química y Difracción de Rayos X en Física por su colaboración para el análisis de las muestras del presente trabajo.

A mis amigos y a todos quienes tuve la oportunidad de conocer durante estos años en la Universidad.

“Sin lo amargo lo dulce no es tan dulce”.

TABLA DE CONTENIDO

		Pág.
	INTRODUCCIÓN	1
1.	OBJETIVOS	3
1.1.	OBJETIVO PRINCIPAL	3
1.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
2.	FUNDAMENTOS TEORICOS	4
2.1.	Antecedentes	4
2.2.	Marco Conceptual	7
2.2.1.	Beneficio del carbón.	7
2.2.2.	Lodos finos de carbón.	7
2.2.3.	Flotación espumante.	8
2.2.4.	Celdas de flotación	9
2.2.5.	Modo de ocurrencia de los elementos en el carbón	9
2.2.6.	Materia mineral presente en carbones	11
2.2.7.	Combustión a baja temperatura	13
2.2.8.	Métodos de análisis mineral y de grupos funcionales presentes en lodos de carbón	14
2.2.8.1.	Análisis FT-IR	14
2.2.8.2.	Análisis DRX	15
3.	DESARROLLO EXPERIMENTAL	16
3.1.	MATERIALES	16
3.1.1.	Flotados de lodos de carbón	16

3.1.2.	Reactivos de flotación	16
3.2.	EQUIPOS E INSTRUMENTOS EMPLEADOS	16
3.2.1.	Sistema de Combustión a Baja Temperatura	16
3.2.2.	Equipos para Análisis Mineralógico y de grupos funcionales en los carbones.	19
3.3.	PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	20
3.3.1.	Selección de muestras	20
3.3.2.	Análisis en el Espectrómetro infrarrojo (FT-IR)	20
3.3.3.	Combustión a baja temperatura (CBT)	22
3.3.4.	Medidas realizadas por Difracción de Rayos X	23
4.	ANALISIS DE RESULTADOS	25
4.1.	ESPECTROSCOPIA FT-IR	26
4.1.1.	Análisis del efecto de las variables del proceso de flotación sobre el cambio en la estructura del carbón.	28
4.1.1.1.	Efecto del tiempo de flotación sobre el cambio y distribución de grupos funcionales y minerales.	28
4.1.1.2.	Efecto de la concentración de espumante Aerofroth-65 sobre la distribución de grupos funcionales y minerales.	32
4.2.	COMBUSTION A BAJA TEMPERATURA	36
4.3.	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	40
4.3.1.	Efecto del proceso de combustión a baja temperatura en los lodos de carbón	40
4.3.2.	Efecto de la concentración de espumante sobre la distribución de minerales.	43
4.3.3.	Efecto del tiempo de flotación sobre la distribución de minerales.	44
4.4.	Análisis semicuantitativo de minerales	46
5.	CONCLUSIONES	49

6. RECOMENDACIONES 51

7. BIBLIOGRAFÍA 52

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla 2.1.	Modo de ocurrencia de elementos traza en el carbón	9
Tabla 2.2.	Especies minerales típicas que se encuentran en un carbón	11
Tabla 4.1.	Frecuencias comunes de grupos orgánicos.	26
Tabla 4.2.	Resumen picos espectros a tiempos de flotación 0.25, 1 y 8 minutos a concentración fija de 10, 15 y 20 ppm.	30
Tabla 4.3.	Resumen de espectros a las concentraciones de AF-65 10,15 y 20 ppm en tiempos de flotación de 0.25, 1 y 8 minutos.	34
Tabla 4.4.	Remoción de materia orgánica durante el proceso de Combustión a Baja Temperatura para muestras flotadas a (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de espumante Aerofroth-65	36
Tabla 4.5.	Contenido de minerales de fracciones flotadas y de alimento de lodos finos de carbón (muestras oxidadas a 300° y 7 h).	51

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 3.1.	Esquema general del Sistema de Combustión a Baja Temperatura.	16
Figura 3.2.	Mufla utilizada para el proceso de Combustión a Baja Temperatura.	16
Figura 3.3.	Compresor.	17
Figura 3.4.	Rotametros.	17
Figura 3.5.	Equipo de Espectroscopia FT-IR.	18
Figura 3.6.	Equipo de Difracción de Rayos – X (DRX).	19
Figura 3.7.	KBr Anhidro utilizado para elaboración de la pastilla durante los análisis de FT-IR.	20
Figura 3.8.	Polvillo de lodo de carbón y KBr.	20
Figura 3.9.	Pastilla de KBr.	21
Figura 3.10.	Desecador de aire.	22
Figura 4.1.	Espectrograma de la muestra de carbón original (sin beneficiar).	25
Figura 4.2.	Espectros de muestra de alimento y a tiempos de barrido 0.25, 1 y 8 minutos a concentraciones de espumante de (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm.	28
Figura 4.3.	Espectros de muestra de alimento y concentraciones 10,15 y 20 ppm de AF-65 a tiempos de barrido (a) 0.25 min., (b) 1 min. y (c) 8 min.	31

Figura 4.4. Difractograma de flotado – (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de Aerofroth-65 – sin oxidar y oxidado a baja temperatura, 300°C. 40

Figura 4.5. Difractogramas de lodos flotados oxidados a un tiempo de flotación de 1 min. en función de la concentración de espumante. 41

Figura 4.6. Difractogramas del lodo fino de carbón sin beneficiar y de los flotados variando la concentración de espumante. 42

Figura 4.7. Difratogramas de muestras flotadas– (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de espumante- oxidadas variando el tiempo de beneficio. 44

Figura 4.8. Difractograma de lodo fino de carbón sin beneficiar. 45

LISTA DE ABREVIATURAS Y SIMBOLOS

DRX: Difracción de Rayos-X

FT-IR: Infrarrojo por Transformada de Fourier

CBT: Combustión a Baja Temperatura

INTRODUCCIÓN

El carbón es un valioso y abundante recurso natural que cumple un importante papel en la vida cotidiana; no sólo es una de las principales fuentes para la producción de energía, sino que también por ser un combustible heterogéneo es esencial en diversas actividades industriales; contiene entre otros, elementos como nitrógeno, azufre y materia mineral.

En los últimos años, el consumo mundial de carbón ha crecido más rápidamente que cualquier otro combustible, sus reservas exceden a las reservas disponibles de gas y petróleo, y es sostén de la civilización industrial moderna ya que provee más de un cuarto de las necesidades energéticas del mundo.

El carbón contiene gran cantidad de sustancias orgánicas de gran valor para la producción y utilización industrial, y su calidad juega un papel cada vez más importante en la implementación mundial de tecnologías limpias; debido a que la mayoría de los aspectos relacionados con el uso del carbón están afectados por la materia mineral, su empleo para aplicaciones industriales depende en gran medida de la afinidad de ésta última hacia las fracciones orgánica (fracción liviana) o inorgánica (fracción pesada), obtenidas durante los procesos de beneficio.

Considerado el más contaminante de todos los combustibles fósiles, la aparición de impurezas minerales, y gran presencia de azufre son indicadores de una serie de problemas industriales y ambientales [1] como degradación y afectación de la vegetación y la salud tanto de animales como de humanos, oxidación, obstrucción y escoriamiento en equipos de combustión, al igual que disminución en la transferencia de calor generada por perdida en la eficiencia térmica, por lo cual un conocimiento básico de su estructura es crucial para entender sus propiedades físicas y química de procesos de conversión [2].

La investigación de la estructura química del carbón ha conducido a resultados completos y bien definidos en base al desarrollo de métodos espectroscópicos [2]; entre los más utilizados se encuentran las técnicas de XRD y FT-IR, puesto que estas requieren cantidades muy pequeñas de material, se obtienen resultados muy precisos en los cuales el tamaño de los picos son indicación directa de la presencia de un grupo funcional o mineral en la muestra de estudio y pueden servir para determinar propiedades estructurales como orientación, composición de fases, entre otras.

En la presente investigación se realizó un estudio para determinar la distribución de minerales y grupos funcionales en flotados de lodos finos de carbón por medio de las técnicas de Difracción por rayos X (XRD) e Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR); el beneficio de los lodos se realizó a ocho tiempos de barrido y tres diferentes concentraciones del espumante Aerofroth-65 (muestras de una investigación previa al presente trabajo).

La asignación de los picos en los espectrogramas obtenidos en el FT-IR se realizó por medio de la comparación directa con trabajos de múltiples autores [3] [4] [5] [6], mientras que en lo relativo al XRD, la determinación de minerales se hizo con ayuda de la base de datos del software X´Pert HighScore Plus; para la utilización de esta última técnica se hizo un tratamiento previo a las muestras denominado Combustión a Baja Temperatura (CBT), con el fin de eliminar una proporción de la materia orgánica presente en los lodos, aumentando así la intensidad de los picos y facilitando la identificación de los mismos.

Al identificar los minerales y grupos funcionales característicos de todas las muestras recolectadas en el proceso de flotación, se pudo observar el cambio en los resultados obtenidos a diferentes concentraciones de espumante Aerofroth-65 y analizar el efecto del tiempo con respecto a la remoción de minerales.

1. OBJETIVOS

1.1. OBJETIVO GENERAL

Determinar la distribución de minerales y grupos funcionales en muestras flotadas de lodos finos de carbón producidos en celda de flotación.

1.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS

Identificar los minerales y grupos funcionales presentes en los lodos finos de carbón, mediante FT-IR y XRD.

Determinar el efecto de las variables (concentración espumante y tiempo de residencia en la celda de flotación), sobre la separación de minerales en los flotados

Comparar la distribución de minerales y grupos funcionales en los flotados con respecto a la muestra alimentada y sin flotar.

2. FUNDAMENTOS TEORICOS

2.1. Antecedentes

Existen variedad de estudios para la determinación de minerales y grupos funcionales de distintos materiales por medio de técnicas de espectroscopía; entre estos se encuentran:

B. K. Saikia, et al. [4] hicieron estudios de FT-IR y XRD a muestras de carbón con alto contenido de azufre proveniente de Assam, India, y reportaron la presencia de grupos alifáticos -CH,-CH_2 y CH_3- y extensiones alifáticas de C-O-C con -OH y-NH. Mediante análisis XRD se determinó que no hay presencia de grafito en la estructura, y que el carbón es de carácter amorfo. El FT-IR por su parte, mostró que en la mayoría de los picos entre 1100 y 400 cm^{-1} hay minerales arcillosos como Cuarzo, Caolinita, Ilita y el grupo montmorillonita. En 1436 cm^{-1} se destaca la fuerte presencia de una banda debida principalmente a los grupos CH_2, CH_3, aromático C=C y al hidrogeno de los grupos O–H; y los picos de los grupos O-H de 3600-3800 cm^{-1} aparecen asociados a minerales arcillosos.

A. F. Rojas y J. M. Barraza [7] reportaron resultados acerca de la distribución de minerales en dos carbones del sur-occidente colombiano sometidos a separación ciclónica y oxidación a baja temperatura; mediante DRX se determinó la presencia de 13 minerales en las muestras de carbón de la mina La Golondrina, y 15 minerales en las del carbón de la mina Guachinte y se encontró que la Caolinita, Cuarzo, Dolomita, Jarosita, Yeso y Pirita tienen afinidad hacia la materia inorgánica y la Siderita y Valerita hacia la materia orgánica; y que los minerales más abundantes en las fracciones de carbón Golondrina y Guachinte son la Caolinita y el Cuarzo.

Ahmed, et al [8] caracterizaron por medio de espectrometría Mossbauer y FT-IR, muestras de carbón proveniente de la mina Maghara, Norte de Sinai, Egipto; mediante Mossbauer se encontraron minerales de hierro como Jarosita y pirita; y con ayuda de los espectros del FT-IR se calcularon parámetros estructurales individuales con los cuales se determinó de manera cuantitativa la aromaticidad.

N. V. Bodoev et al. [9] examinaron carbones sapropéliticos de distintas etapas de carbonización mediante el uso de espectroscopía FT-IR y DRX; en el primer método observaron una fuerte absorción de CH_2-CH_3 en las longitudes de onda 2980-2850 cm^{-1} específicamente, al igual que una muy baja intensidad de bandas aromáticas (CH 2030 cm^{-1}, CH en 900-650 cm^{-1}), en cuanto a la composición mineral, se evidenciaron grandes similitudes entre los carbones, observándose que las arcillas son el principal componente de la materia inorgánica y que muestra unas bandas características en 695, 779, 790, 920, 100, 1085, 1170 y 3625 cm^{-1}; finalmente concluyeron que el principal constituyente del carbón sapropelítico de bajo rango son las cadenas alifáticas; el estudio por Difracción de Rayos-X evidenció las grandes diferencias existentes entre los carbones húmico y los sapropelíticos de bajo rango; determinaron que los carbones bituminosos tienen una estructura semejante al de los carbones húmicos, esto debido al mismo grado de carbonización que presentan.

M. K. Baruah et al. [10] estudiaron mediante análisis de DRX y FT-IR la concentración, distribución en la materia orgánica y mineral y asociación geoquímica de doce elementos presentes en tres carbones sub-bituminosos provenientes de Assam – India; adicionalmente realizaron combustión a baja temperatura en las muestras y mediante los difractogramas observaron la ausencia de picos prominentes para la mayoría de los minerales a excepción de los silicatos de los que se observaron algunos picos significativos. Con ayuda de las técnicas de espectrometría concluyeron que los doce elementos de estudio de los tres carbones muestran un patrón de distribución diferente en la parte orgánica y mineral; la naturaleza de distribución de ocho de los elementos (Na, Ca, Mg,

Mn, Fe, Cu, Zn y Cd) es la misma en los carbones, mientras que los cuatro restantes (K, Cr, Co y Ni) no se comportan de manera similar.

A. Zubrik et al. [11] reportaron la obtención de un carbón de alta calidad con contenido de cenizas en materia seca del 9,02 % , utilizando un proceso de hidrociclón; las muestras de carbón tratadas fueron caracterizadas por análisis de espectroscopia DRX, Mossbauer, FT-IR y HR-TEM, por medio de los cuales se identificaron componentes orgánicos no cristalinos del carbón, compuestos inorgánicos pertenecientes a minerales de silicato (Caolinita, Muscovita y Cuarzo), así como minerales sulfurosos (Pirita) fueron identificados por DRX en el carbón submituminoso. La espectroscopia Mossbauer detectó la presencia de carbonato de hierro (siderita), arcillas minerales con contenido de hierro y minerales con contenido de azufre (pirita, jarosita) en el carbón no tratado. Por otro lado, solo un mineral con contenido de hierro fue encontrado en el carbón lavado. El efecto de la separación es también demostrada en el espectro FT-IR, donde se observa el componente de silicato en la muestra no tratada, no detectable en la muestra de carbón lavado; al igual que presencia de sustancias orgánicas y ácidos húmicos en los productos del hidrociclón.

N. E. Cooke, et al. [3] reportaron un estudio realizado mediante FT-IR a la parte orgánica e inorgánica de carbón canadiense sometido a tratamiento con solventes. La técnica permitió distinguir de manera clara las diferencias entre la estructura química en el carbón original, extracto de carbón y residuo no extraído; se observa además que la aromaticidad del carbón aumenta con el rango del carbón.

2.2. Marco conceptual

2.2.1. Beneficio del carbón

Existen diversas técnicas para el beneficio de materiales; dependiendo de los usos específicos y las características del mismo, se emplean diferentes métodos entre los que se destacan los de separación gravimétrica en medio denso, y la flotación espumante.

El beneficio del carbón consiste en el mejoramiento de su calidad mediante la disminución de impurezas, las cuales tienen impacto negativo sobre el ambiente, la salud y la eficiencia de los equipos, ya que durante los procesos de conversión (principalmente la combustión), se generan cenizas que traen consigo contaminantes, y elementos traza que son liberados a la atmósfera; el tema de mayor importancia en el beneficio es la eliminación de la materia mineral existente en el material explotado.

Durante el beneficio del carbón se separan las fases mineral y orgánica ya sea por medios químicos, como lixiviación con ácido, o físicos, como precipitación electrostática, ciclones, o flotación; en estos últimos se aprovechan las diferencias de propiedades como densidad, tamaño de partícula y tensión superficial entre la parte orgánica y la inorgánica.

2.2.2. Lodos finos de carbón

Los lodos finos de carbón son productos principalmente generados en las plantas de lavado de las minas, en las que se busca mejorar las características térmicas de los carbones extraídos que presentan altos contenidos de materia mineral [12].

Aunque existen diversas técnicas que pueden aplicarse con este fin, la más apropiada es la flotación espumante, la cual se usa preferiblemente a tamaños de partícula finos y que aprovecha las diferencias fisicoquímicas existentes entre la superficie de la materia orgánica (carbón) altamente hidrófoba y la materia mineral, principalmente hidrofílica [13].

2.2.3. Flotación espumante

La flotación espumante es un proceso de beneficio que concentra los minerales presentes en el material de estudio mediante el aprovechamiento de la diferencias fisicoquímicas entre las superficies de la materia mineral y la materia combustible; El proceso realiza la separación en dos flujos; el concentrado en material combustible sale por el tope del equipo, mientras que la mayor parte de la materia mineral sale por el flujo denominado de cola o fondos.

Las propiedades de flotación de un mineral dependen de su estructura cristalina, pero existen factores que la afectan; por ejemplo, a) el contacto prolongado entre el material y el oxígeno provoca la oxidación de la superficie del carbón y altera la flotabilidad del mismo. La hidrofobicidad del carbón está relacionada con el contenido de carbono y con otros grupos funcionales que contienen oxígeno [14]. b) la calidad del agua utilizada en el proceso puede afectar las interrelaciones entre los reactivos y el mineral, y a veces forma compuestos insolubles con los reactivos. c) el tipo y dosificación de los reactivos; entre estos se encuentran:

Colectores. Reactivos químicos orgánicos (tensoactivos), cuya propiedad es la de adsorberse a la superficie de un mineral de manera selectiva y posteriormente volverlo hidrofóbico.

Espumantes. Reactivos orgánicos (tensoactivos), que al ser adicionado en una disolución, permite la estabilización de la espuma en la cual se encuentra el mineral de interés.

Modificadores. Estos reactivos pueden ser de tres tipos: modificadores de pH, activadores y depresores.

Modificadores de pH: Reactivos que controlan el pH del sistema. Estudios realizados [15] demuestran que en el rango de pH comprendido entre 2 – 9.8 se obtienen buenos resultados en el proceso de flotación.

Activadores: Reactivos químicos que ayudan al colector a adsorberse en la superficie del mineral a flotar.
Depresores: Reactivos químicos que impiden la acción del colector en la superficie del mineral.

2.2.4. Celdas de flotación

Las celdas de flotación son equipos para el procesamiento de materiales, y funcionan de tal manera que éstos se ponen en contacto íntimo con el aire, el agua y los reactivos. En este proceso las partículas de carbón quedan adheridas a las burbujas de aire que ascienden a través de la suspensión carbón-agua hasta llegar a la superficie, mientras que las partículas correspondientes a la ganga de la pulpa quedan en el fondo; si las partículas son demasiado grandes, la adhesión entre la partícula y la burbuja será menor que el peso de la partícula y por lo tanto la burbuja dejará caer su carga [16]; estos equipos se caracterizan por tener un agitador mecánico que mantiene la pulpa en suspensión y el aire se dispersa dentro de ella.

El beneficio del carbón por este método depende de un producto selectivamente hidrofóbico gracias a la interacción de los reactivos de flotación con las partículas de carbón, y también de las características de la máquina de flotación que promueve el proceso de agregación partícula-burbuja.

2.2.5. Modos de ocurrencia de los elementos en el carbón

En las partes orgánica e inorgánica del carbón se encuentran distribuidos los elementos químicos en abundantes modos de ocurrencia. El conocimiento sobre la distribución individual de cada elemento es esencial para entender sus impactos ambientales, tecnológicos y económicos. La distribución de elementos en carbones de diferente procedencia ha sido estudiada por variedad de autores. En la **Tabla 2.1**. se presentan los modos de ocurrencia para 25 elementos traza de interés ambiental identificados en carbones de distinta procedencia.

Tabla 2.1. Modos de ocurrencia de elementos traza en el carbón

Elemento	Modos de ocurrencia
Antimonio	Asociación orgánica, pirita y sulfatos accesorios
Arsénico	Pirita
Bario	Barita y otros minerales relacionados
Berilio	Asociación orgánica, pirita y sulfatos accesorios
Boro	Asociación orgánica, Ilita y turmalina
Cadmio	Escalerita
Cloro	Iones de cloro en el agua del carbón, absorbidos dentro de macerales o en diferentes inorgánicos cristalinos (NaCl, KCl, CaCl2).
Cromo	Asociaciones orgánicas, Ilitas y cromitas
Cobalto	Asociaciones múltiples
Cobre	Calcopirita y pirita
Flúor	Varios minerales: fluoropatia, fluorita, biotita, caolinita, Montmorillonita, Ilita, micas, turmalina y topacio.
Fósforo	Fosfatos
Plomo	Galena
Mercurio	Pirita
Manganeso	Carbonatos: Siderita y Ankerita
Molibdeno	Sulfuros accesorios, asociación orgánica
Níquel	Asociaciones múltiples
Selenio	Asociación orgánicas, Pirita, selenidos
Plata	Sulfuros accesorios, asociación orgánica
Talio	Pirita
Torio	Monadita, xenotime, circón, arcillas
Estaño	Óxidos y sulfuros
Vanadio	Arcillas y asociación orgánica
Uranio	Asociación orgánicas, circón, silicatos
Zinc	Escalerita

2.2.6. Materia mineral presente en carbones

El carbón es un material compuesto por materia orgánica y mineral; esta última formada por una gran variedad de especies químicas entre las que se encuentran las mostradas en la **Tabla 2.2.** De un carbón a otro existen variaciones en las especies químicas, por lo que es necesario determinar sus proporciones específicas en el material de estudio.

Dependiendo del origen del carbón, los minerales presentes en éste pueden ser clasificados dentro de dos categorías: Epigenéticos ó singenéticos. Los minerales epigenéticos son aquellos depositados por soluciones a través de fisuras del carbón; mientras que los singenéticos son aquellos formados durante la primera etapa de carbonización en turbas o pantanos y se encuentran íntimamente asociados a la materia orgánica por lo cual son difíciles de remover [17].

De acuerdo a la composición química, los minerales presentes en el carbón pueden clasificarse dentro de seis grupos: Arcillas, carbonatos, sulfuros, óxidos, cloruros y sulfatos. Las arcillas representan la mayor parte de los minerales (entre 60 – 80 % en peso de la materia mineral asociada al carbón), y son de origen singenético; en éste grupo, los minerales más dominantes son la caolinita y la Ilita, mientras que la montmorollinita, hidrmoscovita y biotita están presentes en bajas concentraciones. El segundo grupo más importante son los carbonatos, en donde la calcita y la siderita son lo minerales más abundantes. La pirita y la sulfurita son los minerales predominantes y más contaminantes en el grupo de los sulfurados; por su parte el yeso, rutilo y el cuarzo son los principales componentes de los sulfatos y óxidos respectivamente [18].

Tabla 2.2. Especies minerales típicas que se encuentra en un carbón

Grupo	Especie	Fórmula Química
Arcilla	Caolinita	$Al_2O_3 . 2SiO_2 . H_2$
	Ilita	$K_2O . 3Al_2O_3 . 6SiO_2 . 2H_2O$
	Montmorillonita	$Na_2(AlMg)Si_2O_{10}(OH)_2$
	Hidromuscovita	$(Al,Si)_8O_{20}(OH,F)_4$
	Muscovita (mica)	$K_2O . 3Al_2O_3 . 6SiO_2 . 2H_2O$
	Biotita (mica)	$K_2O . MgO . Al_2O_3 . 3SiO_2 . 2H_2O$
	Feldespato	$(K,Na)_2 O Al_2O_3 6SiO_2$
	Clorita	$(MgFeAl)_6 (SiAl)_4 O_{10} (OH)_8$
Carbonatos	Siderita	$FeCO_3$
	Anquerita	$CaCO_3 (MgFe,Mn) CO_3$
	Calcita	$CaCO_3$
	Dolomita	$CaCO_3 . MgCO_3$
Sulfuros	Pirita	FeS_2
	Marcasita	FeS
	Esfalerita	(Zn,Fe) S
Óxidos	Cuarzo	SiO_2
	Rutilo	TiO_2
	Anatasa	TiO_2
	Hematita	Fe_2O_3
	Goethita	Fe O OH
Cloruros	Silvita	KCl
	Halito	NaCl
Sulfatos	AnhidrIta	$CaSO_4$
	Yeso	$CaSO_4 . 2H_2O$
	Jarosita	$K Fe_3 (OH)_6 (SO_4)_2$

2.2.7. Combustión a Baja Temperatura

El método de Combustión a Baja Temperatura (CBT), fue desarrollada en 1965 y es una técnica de evaluación mineralógica directa en carbones [19], la cual se puede obtener por procesos de oxidación como los mostrados a continuación:

Reactor de Lecho Fluidizado. Esta técnica fue desarrollada por investigadores de Estados Unidos [22], quienes construyeron un reactor tubular de vidrio de 20 cm de alto por 2.2 cm de diámetro interno con una base porosa que soporta el lecho fluidizado de carbón pulverizado. La oxidación de cada una de las muestras de carbón se obtuvo por calentamiento del carbón fluidizado a 10 °C/min hasta 350°C y se mantuvo por un periodo de 3 horas. Como medio de calentamiento se utilizó un calentador externo. La temperatura del reactor se monitoreó con una termocupla en el exterior de la pared, mientras que la temperatura del carbón se obtuvo con una termocupla localizada en el centro del lecho fluidizado. La fluidización se realizó con aire seco fluyendo a 250 cc/min durante el estado inicial de calentamiento, luego se aumenta a 1000 cc/min; una vez transcurridas las 3 horas de tratamiento, el carbón se enfrió por debajo de los 50°C bajo un flujo reducido de aire de 250 cc/min [18].

Oxidación en Plasma. El plasma (gas ionizado) es un poderoso medio para el tratamiento de materiales e inducir reacciones químicas. En este método la materia orgánica se oxida en un plasma de oxigeno a baja presión y a una temperatura no superior a los 200°C. La materia mineral presente en el carbón sufre pequeñas modificaciones durante la oxidación de la materia orgánica.

2.2.8. Métodos de análisis mineral y de grupos funcionales presentes en lodos de carbón

Existen diversas técnicas de espectroscopía para la determinación de la estructura química de materiales como el carbón; entre estas se encuentran los análisis Mossbauer, espectroscopía por Transformada de Fourier (FT-IR), Difracción de Rayos-X (DRX), Fluorescencia de Rayos-X (FRX) y espectrometría de Absorción Atómica (AA). En la presente investigación se emplean la Difracción de Rayos-X y la Espectroscopía por Transformada de Fourier; a continuación se presenta una breve descripción de cada una de ellas:

2.2.8.1. Análisis FT-IR

El FT-IR es una de las herramientas más útiles para la identificación de químicos tanto orgánicos como inorgánicos; permite la caracterización del carbón y otros materiales mediante el suministro de información para determinar la calidad y consistencia de una muestra, identificar los materiales desconocidos y establecer la cantidad de componentes en una mezcla [20], de una manera fácil y rápida; además permite la adquisición de espectros vibracionales en los que se pueden apreciar las mínimas alteraciones en la micro-estructura causadas por condiciones variables.

Es el método preferido para la espectroscopia infrarroja, y fue desarrollado con el fin de incrementar la velocidad de los barridos, limitación presentada con los instrumentos de dispersión; en el FT-IR parte de la radiación infrarroja es absorbida por la muestra, y la otra parte pasa a través de ésta, generando así un espectro que contiene una gráfica de la cantidad de luz transmitida en el eje vertical frente a la longitud de onda de la radiación infrarroja en el eje horizontal.

Al igual que una huella dactilar, no hay dos estructuras moleculares iguales, y por ende los mismos espectros infrarrojos, razón que hace a la espectroscopia infrarroja muy útil para varios tipos de análisis, que proporciona una cantidad considerable de datos estructurales.

2.2.8.2. Análisis DRX

La difracción de rayos X es una técnica versátil y no destructiva que provee gran cantidad de información acerca de la composición química y la estructura cristalográfica de materiales naturales y manufacturados; tiene diversas aplicaciones y sirve para identificación, análisis de textura y cristalinidad polimérica [21].

Funciona de tal manera que un haz de rayos X (con una sola longitud de onda), incide sobre la superficie de la muestra, y es reflejado por los cristales diminutos de ésta; debido a que los rayos X salen en distintos ángulos, el haz se convierte en varios haces que son registrados según su posición e intensidad; todos los compuestos o fases tienen un único patrón de difracción, ya que todos reflejan de manera un poco diferente los rayos X.

El difractograma obtenido para un determinado análisis, son una serie de picos conocidos como patrón de difracción en el que se muestran la fuerza (intensidad) frente a la posición (ángulo).

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

A continuación se describen los equipos e instrumentos utilizados durante la investigación, al igual que el procedimiento experimental para la identificación de minerales y grupos funcionales presentes en lodos finos de carbón.

3.1. MATERIALES

3.1.1. *Flotados de lodos de carbón*

Se utilizaron flotados de lodos finos de carbón generados durante un estudio previo realizado por J. Guerrero [12]. Las muestras corresponden al material recuperado a cada intervalo de tiempo durante el proceso de flotación en celda.

3.1.2. *Reactivos de flotación*

Las condiciones de los reactivos para la obtención de los flotados fueron: 900 g/Ton del colector Kerosene y 100, 150 y 200 g/Ton del espumante Aerofroth-65.

3.2. EQUIPOS E INSTRUMENTOS EMPLEADOS

3.2.1. Sistema de Combustión a Baja Temperatura

Una representación del sistema de combustión a baja temperatura se presenta en la **Figura 3.1.** el cual consta de las siguientes partes:

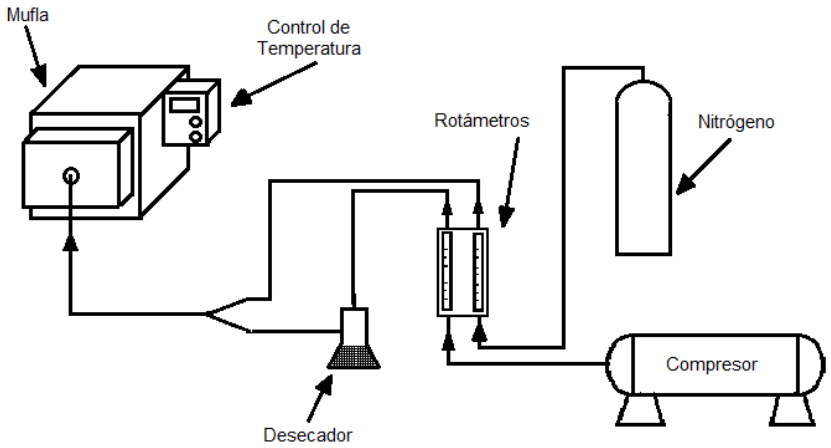


Figura 3.1. Esquema general del Sistema de Combustión a Baja Temperatura.

Mufla

La mufla utilizada para realizar el tratamiento térmico de las muestras es de tipo eléctrico, modelo D-8 (**Figura 3.2**), con un volumen interno de 8.84 dm^3 y medidas de 20 cm ancho x 17 cm alto x 26 cm profundidad. El interior se encuentra hecho de ladrillo portaresistencia importado, mientras que el acabado exterior es de lámina Cold Rolled (C-R), y pintura horneable para alta temperatura. Cuenta con control automático programable, entrada a termocupla, un fusible, un switch y una u ocho rampas de temperatura; las resistencias son en espiral, diseñadas para altas temperaturas. La potencia de la mufla es de 2600 W y alcanza una temperatura máxima de 1200 °C.



Figura 3.2. Mufla utilizada para el proceso de Combustión a Baja Temperatura.

Compresor

El compresor utilizado es de marca Delco, modelo B-598 y suministra un flujo de aire constante a través de las tuberías hacia la mufla en donde se realiza la combustión a baja temperatura de las muestras de carbón, el equipo cuenta con una potencia de 5 HP y tiene la posibilidad de trabajar a 220/440 voltios. (**Figura 3.3.**).



Figura 3.3. Compresor

Rotámetros

Se utilizaron dos rotámetros con tubo de vidrio y escala numerada como los observados en la **Figura 3.4**.



Figura 3.4. Rotámetros.

3.2.2. Equipos para Análisis Mineralógico y de Grupos Funcionales en los carbones.

Espectrómetro Infrarrojo (FT-IR)

El equipo utilizado para el análisis de grupos funcionales de las muestras de lodos finos de carbón es de marca JASCO modelo FT/IR-4100 (**Figura 3.5**), ubicado en el Laboratorio de Investigación y Servicios de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad del Valle. Cuenta con un Interferómetro Michelson 45°, rango de medición de longitud de onda de 7,800 a 350 cm^{-1} y resolución de 0.9 cm^{-1}; se utilizó KBr para armar las pastillas introducidas al equipo con las cuales se obtuvieron los espectrogramas de cada una de las muestras.



Figura 3.5. Equipo de Espectroscopía FT-IR.

Difractómetro de Rayos X (DRX):

Para el análisis de los minerales presentes en las muestras se utilizó el Difractómetro observado en la **Figura 3.6** de marca PANalytical, modelo X´Pert PRO MRD ubicado en el Laboratorio de Difracción de Rayos X del Departamento de Física de la Universidad del Valle que tiene radiación Cu-Kα (λ = 0.1548 nm); se trabajó en un rango 2θ de 5º a 80º durante 41 minutos, a un voltaje de aceleración de 45 kV y 40 mA de corriente. El procesamiento de datos se realizó gracias a los software X´Pert HighScore Plus y X´Pert Data Viewer.



Figura 3.6. Equipo de Difracción de Rayos – X (DRX).

3.3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.3.1. Selección de muestras

Sobre la base de los mejores resultados obtenidos de un estudio cinético de flotación en celda realizado por J. Guerrero [12], se seleccionaron las muestras a utilizar en el presente estudio; se escogieron los flotados obtenidos en diferentes tiempos de barrido a 0.25, 0.50, 0.75, 1.0, 1.5, 2.0, 4.0 y 8.0 minutos; a 2 lb/Ton del colector Kerosene y a 10, 15 y 20 ppm del espumante Aerofroth-65, al igual que una muestra de lodo de carbón de alimento (sin beneficiar), para un total de 25 muestras para analizar.

3.3.2. Análisis en el Espectrómetro Infrarrojo (FT-IR)

Para la obtención de los espectros de cada una de las muestras se utilizó el equipo FT-IR, el cual debe inicialmente calibrarse con el fin de realizar mediciones precisas; este proceso consiste en hacer la comparación entre el espectro de una muestra de sustancia introducida al equipo y el espectro del mismo material obtenido previamente.

Hecha la calibración, se procedió a tomar la muestra flotada a 0.25 min. y 10 ppm de AF-65, la cual se mezcla y macera en el interior de un crisol junto con 1

miligramo de KBr (la concentración de la muestra en la sal debe ser aproximadamente del 1%) (**Figuras 3.7 – 3.9**).

El polvo obtenido se comprime y se elabora una pastilla que debe ser homogénea y transparente en apariencia (**Figura 3.9**), la cual es posteriormente insertada en el soporte de la muestra IR y colocada al interior del equipo.

Es importante resaltar que aunque una mezcla homogénea dará los mejores resultados, no es necesario el exceso de molienda del Bromuro de Potasio, pues este, al estar finamente pulverizado adsorbe más la humedad del aire debido a su carácter higroscópico; finalizada la obtención de este último, las herramientas para la elaboración de la pastilla deben lavarse con agua destilada; la limpieza debe realizarse correctamente para prevenir la contaminación de muestras futuras, las cuales siguen el mismo procedimiento anteriormente descrito.



Figura 3.7. KBr anhidro utilizado para elaboración de la pastilla durante los análisis de FT-IR.

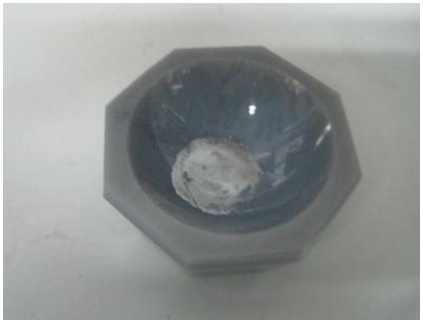


Figura 3.8. Polvillo de lodo de carbón y KBr**.**

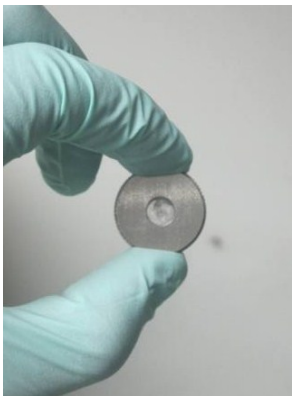


Figura 3.9. Pastilla de KBr.

3.3.3. Combustión a baja temperatura (CBT)

Se implementó la técnica de oxidación a baja temperatura utilizando aproximadamente 1 g de cada una de las muestras flotadas, las cuales se introdujeron en la mufla durante un tiempo de proceso de 7 horas; la temperatura de trabajo fue 300 °C [18], considerada baja temperatura ya que no ocurre descomposición de la materia mineral [22] [23]; de esa manera se garantiza la eliminación de un alto porcentaje de la materia orgánica.

Durante el procesamiento se inyectó un flujo constante de aire (75 cm^3) y nitrógeno (700 cm^3), en el que el primero se hace pasar por un desecador (**Figura 3.10.**) que consta de un recipiente con dos boquillas y que contiene silica gel en su interior (material adsorbente); por su parte, el nitrógeno pasa directamente hacia la mufla y se utiliza para generar una atmósfera limpia e inerte y evitar que los minerales se oxiden.

Las muestras se pesaron cada hora para determinar la variación en su masa (Ver **Tabla 4.4.** (a), (b) y (c)), y además, se revolvieron constantemente (cada 20 min) con el objetivo de garantizar un tratamiento homogéneo. Al finalizar las siete horas de procesamiento, la temperatura desciende lentamente hasta alcanzar aproximadamente 27°C, momento en que las muestras oxidadas se retiran de la mufla para más adelante analizarse en el Difractor de rayos-X. El proceso se realiza de esa manera con el objetivo de generar oxidación y eliminación de la

materia orgánica, sin que se presenten deformaciones ni pérdidas importantes de las fases minerales presentes en los flotados estudiados.



Figura 3.10. Desecador de aire.

3.3.4. Medidas realizadas por Difracción de Rayos X (DRX)

Para realizar el análisis de difracción de rayos X se tomó una muestra de lodo fino de carbón proveniente de la planta de lavado de la mina El Cerrejón (Guajira), al igual que las de los lodos flotados (concentrados en materia mineral por el proceso de Combustión a Baja Temperatura). El barrido angular (2θ) se realizó en un intervalo de 5 a 80° durante un tiempo de 41 minutos, con tamaño de paso de 0.0197°; se utilizó radiación Cu-Kα y modo de escaneo continuo.

El análisis de los minerales en las muestras se realizó usando la base de datos del software X´Pert High Score Plus, el cual identifica los picos más representativos y determina la probabilidad de que un mineral esté en alguno de ellos; de igual manera que en el FTIR, la intensidad de los picos está relacionada con la concentración del mineral en el lodo de carbón; para establecer la abundancia o ausencia de los minerales se utilizó la aplicación del software denominada Análisis Rietveld, el cual determina de manera semicuantitativa las fases presentes en cada muestra.

Se realizaron también las comparaciones entre muestras de flotados oxidadas y sin oxidar, al igual que a los diferentes tiempos de barrido para cada una de las concentraciones de Aerofroth-65, lo cual se hizo con el fin de determinar los

minerales y su distribución al variar las condiciones del espumante y el tiempo de beneficio en la celda de flotación.

4. ANALISIS DE RESULTADOS

A continuación se describen los resultados obtenidos por Espectroscopia Infrarroja por transformada de Fourier; después lo concerniente al proceso de oxidación a baja temperatura y su posterior estudio con la técnica de Difracción de Rayos-X.

En los métodos de espectroscopia se analizará cómo las variables concentración y tiempo de barrido afectan la distribución de la materia orgánica e inorgánica al interior de los flotados.

4.1. ESPECTROSCOPÍA FT-IR

Las 25 muestras se sometieron inicialmente a análisis FT-IR con el fin de determinar los grupos funcionales y minerales más representativos; de manera cualitativa, la concentración de éstos se encuentra directamente relacionada con la profundidad o intensidad de cada uno de los picos para determinada longitud de onda. La asignación de las bandas en los espectros se logró al realizar la comparación con los trabajos de Saikia et al [2] [4], Cooke et al [3] y Sobkowiak et al [6], quienes a su vez se basaron en los patrones estándares reportados en la literatura.

Es importante señalar que las bandas a continuación expuestas representan grupos característicos, pero debido al carácter amorfo y naturaleza compleja del carbón no fue posible especificar una estructura determinada. Por ejemplo en el caso del grupo C=C puede estar unido a estructuras aromáticas simples o complejas.

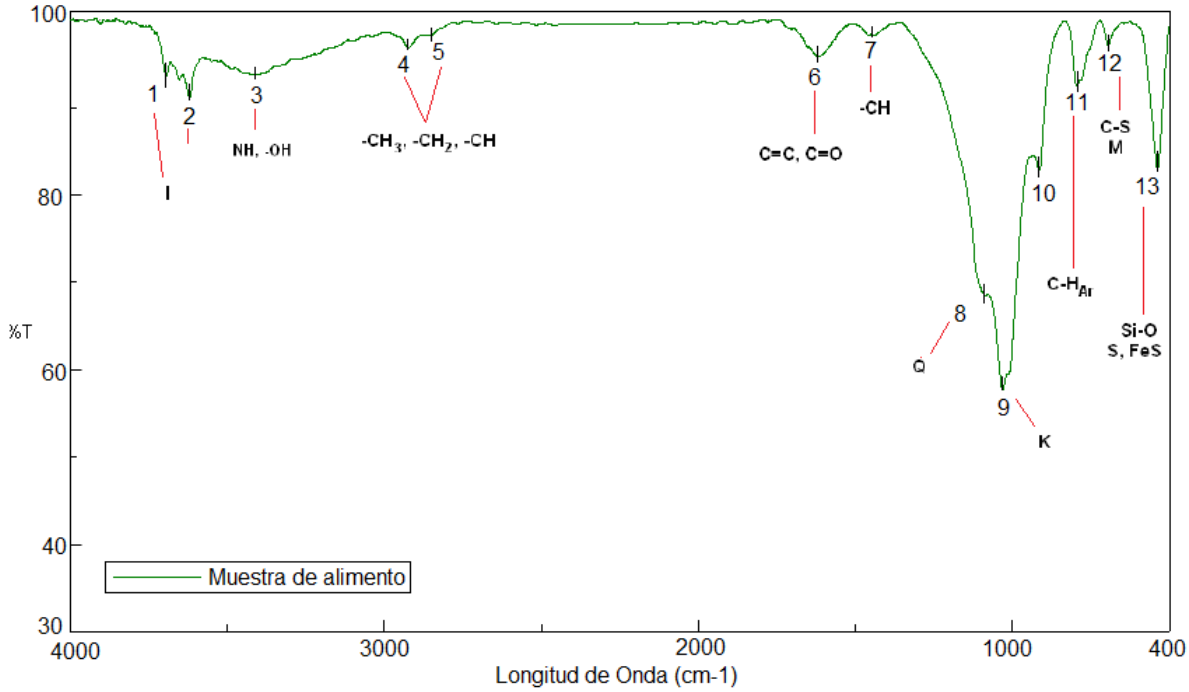


Figura 4.1. Espectrograma de la muestra de lodo de carbón original (sin beneficiar).

En la **Figura 4.1.** se muestra el espectro infrarrojo de la muestra de lodo de carbón de alimento al proceso de flotación, en donde se identifica una banda de absorción amplia cercana a los 3400 cm^{-1} (pico 3), la cual aparece principalmente debido a la presencia de grupos hidroxil (-O-H), NH y agua que persiste después del secado incluso a 110° C y 10 Torr.

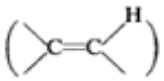
Se observan picos agudos en 2920 y 2852 cm^{-1} de media intensidad (picos 4 y 5) generados por las vibraciones de tensión y que corresponden a grupos alifáticos y alicíclicos CH_3, CH_2 y CH; aunque la mayor contribución se espera que sea debida al grupo CH_2. La intensidad del pico en 2920 cm^{-1} es mayor que la de 2852 cm^{-1} indicando así la presencia de cadenas largas alifáticas en el carbón.

El pico alrededor de la longitud de onda 1600 cm^{-1} (pico 6), se debe a grupos aromáticos, C=C y posiblemente a otro grupo funcional que contenga oxígeno entre los que se encuentran fenoles, alcoholes, ácidos carboxílicos, éteres ó carbonilos [24]; por su parte la banda que se presenta en 1436 cm^{-1} (pico 7) se debe principalmente a deformaciones asimétricas CH_3 y a grupos CH_2.

Los picos 8 a 13 (entre 400 y 1100 cm^{-1}) corresponden a minerales tales como Cuarzo, Caolinita, Ilita y Montmorillonita; más específicamente las bandas 1032, 1010 y 916 cm^{-1} indican la presencia de Caolinita (K); por último, se observaron picos en la región comprendida entre 750 – 800 cm^{-1} indicando la presencia de Cuarzo; los picos en 470 y 535 cm^{-1} y en la pequeña región de 675 – 694 cm^{-1} indican la existencia de vibraciones de Si-O.

En la **Tabla 4.1.** se exponen los enlaces y tipos de compuestos, intervalos de frecuencia e intensidades de los grupos orgánicos más comunes, los cuales van aproximadamente desde la longitud de onda 1200 cm^{-1} hasta 3650 cm^{-1}.

*** Tabla 4.1.** Frecuencias comunes de grupos orgánicos

Enlace	Tipo de compuesto	Intervalo de frecuencias, cm^{-1}	Intensidad
C—H	Alcanos	2.850-2.970 1.340-1.470	Fuerte Fuerte
C—H	Alquenos 	3.010-3.095 675-995	Media Fuerte
C—H	Alquinos (—C≡C—H)	330	Fuerte
C—H	Anillos aromáticos	3.010-3.100 690-900	Media Fuerte
O—H	Alcoholes y fenoles (monómeros)	3.590-3.650	Variable
	Alcoholes y fenoles (unidos por puentes de hidrógeno)	3.200-3.600	Variable, a veces ancha
	Ácidos carboxílicos (monómeros)	3.500-3.650	Media
	Ácidos carboxílicos (unidos por puentes de hidrógeno)	2.500-2.700	Ancha
N—H	Aminas, amidas	3.300-3.500	Media
C=C	Alquenos	1.610-1.680	Variable
C=C	Anillos aromáticos	1.500-1.600	Variable
C≡C	Alquinos	2.100-2.260	Variable
C—N	Aminas, amidas	1.180-1.360	Fuerte
C≡N	Nitrilos	2.210-2.280	Fuerte
C—O	Alcoholes, éteres, ácidos carboxílicos, ésteres	1.050-1.300	Fuerte
C=O	Aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos, ésteres	1.690-1.760	Fuerte
NO_2	Nitroderivados	1.500-1.570 1.300-1.370	Fuerte Fuerte

*: Extraída de: “Principios de análisis instrumental”, Capítulo 17 Aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo **[25]**.

4.1.1. Análisis del efecto de las variables del proceso de flotación sobre el cambio en la estructura del carbón.

La técnica de flotación espumante aprovecha las diferencias fisicoquímicas existentes entre la superficie de la materia orgánica altamente hidrófoba y los minerales hidrofílicos de los lodos finos de carbón. Sin embargo, existen diversos tipos de parámetros que pueden afectar de manera significativa los resultados del proceso, entre los que se encuentran la concentración de reactivos y el tiempo de flotación; en este estudio y a través de los espectros obtenidos, se desean identificar las condiciones más favorables para la obtención de lodos con mayor concentración de material orgánico y menor contenido inorgánico.

4.1.1.1. Efecto del tiempo de flotación sobre la distribución de grupos funcionales y minerales.

Con base en las longitudes de onda e intensidad de picos reportados en los espectros suministrados por el FT-IR, se analizó el cambio que ocurre en la estructura de los lodos finos de carbón al transcurrir el tiempo de beneficio en la celda de flotación. En la **Figuras 4.2.** se muestran las variaciones en el contenido de materia orgánica e inorgánica en función del tiempo de flotación (0.25, 1 y 8 minutos) a las concentraciones de 10, 15 y 20 ppm de AF-65.

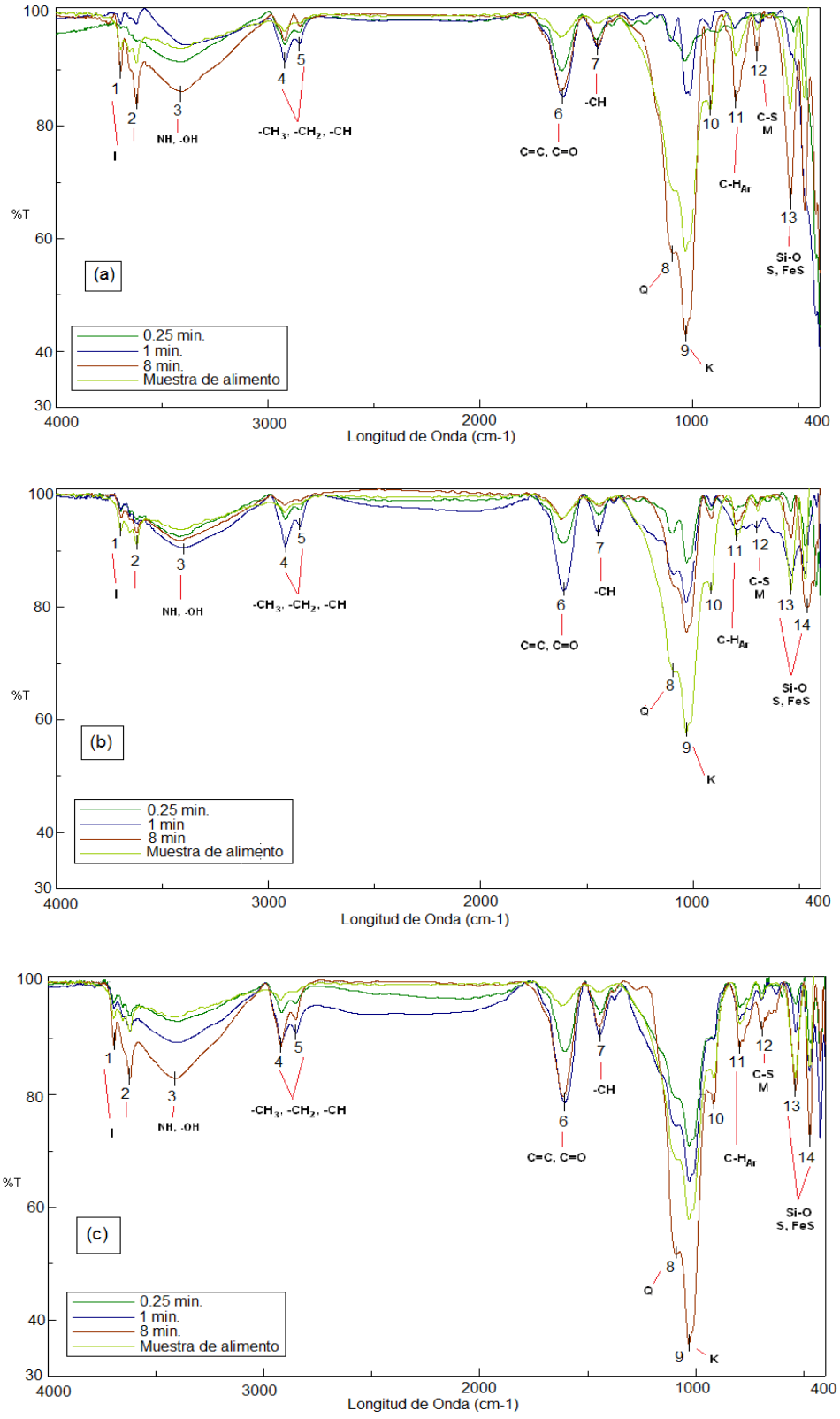


Figura 4.2. Espectros de muestra de alimento y a tiempos de barrido 0.25, 1 y 8 minutos a concentraciones de espumante de (a) 10ppm, (b) 15 ppm y (c) 20 ppm.

Para propósitos comparativos, en los espectros de la **Figura 4.2.** además de las muestras de flotados a diferentes tiempos, también se presenta el espectro del lodo alimentado. Tal como se observa, en general para todos los tiempos de flotación y concentración constante de espumante, los grupos funcionales NH, OH, CH3-CH2, CH, C=C y C=O presentan mayor concentración en comparación con las presentadas en el lodo alimentado. Esto está en concordancia con el incremento de concentración de la materia orgánica de los flotados, la cual se recupera en mayor proporción con el incremento del tiempo. Sin embargo, con el aumento del tiempo y de la concentración de espumante, los minerales cuarzo y caolinita (longitud de onda 1100-900 cm^{-1}) presentes en los flotados, muestran concentraciones variables al compararse con la del alimento.

Para facilitar el análisis de los espectros mostrados anteriormente, se desarrolló la **Tabla 4.2**; en ella se exponen cada uno de los grupos funcionales y minerales más representativos, al igual que sus rangos de longitud de onda, concentraciones, orden de intensidad de picos de manera decreciente y el número de pico que se le ha asignado a cada uno en los gráficos de los espectros. En esta tabla, los números 0.25, 1 y 8 representan los diferentes tiempos de barrido.

En las figuras anteriormente expuestas, para todas las concentraciones de AF-65, se observa que en la mayoría de los picos correspondientes a los grupos orgánicos CH_3-CH_2-CH, C=C y CH (picos 4, 5, 6 y 7 respectivamente), sus concentraciones son mayores para el tiempo de flotación a 1 minuto, decrecen al tiempo a 8 min., y presentan la menor concentración al tiempo 0.25 min.; las cercanas concentraciones de esos grupos orgánicos, correspondientes a los tiempos 1 y 8 minutos, se podrían explicar porque se recupera más material orgánico a esos tiempos, situación acorde a lo reportado por J. Guerrero [26].

Tabla 4.2. Resumen de picos espectros a tiempos de flotación de 0.25, 1 y 8 minutos y concentración fija de espumante de 10, 15 y 20 ppm.

NO. PICO	RANGOS DE POSICION	GRUPO FUNCIONAL	RANGOS DE INTENSIDAD	ORDEN DE PROFUNDIDAD DECRECIENTE	10ppm	15ppm	20ppm
1 y 2	3800-3600	I, Cm	98-83	Primero	8	8	8
				Segundo	0.25	1	1
				Tercero	1	0.25	0.25
3	3500-3400	NH-OH	95-85	Primero	8	1	8
				Segundo	0.25	8	1
				Tercero	1	0.25	0.25
4 y 5	3000-2800	CH_3 -CH_2 - CH	98-90	Primero	1	1	1
				Segundo	0.25	0.25	8
				Tercero	8	8	0.25
6	1700-1600	C=C C=O	95-83	Primero	1	1	1
				Segundo	8	0.25	8
				Tercero	0.25	8	0.25
7	1500-1400	CH	98-94	Primero	1	1	1
				Segundo	8	0.25	8
				Tercero	0.25	8	0.25
8 y 9	1100-900	Q,K	90-35	Primero	8	8	8
				Segundo	1	1	1
				Tercero	0.25	0.25	0.25
10 y 11	800-700	C-Har	99-92	Primero	8	8	8
				Segundo	1	1	1
				Tercero	0.25	0.25	0.25
12	600-500	C-S m	98-83	Primero	8	8	8
				Segundo	1	1	1
				Tercero	0.25	0.25	0.25
13 y 14	500-400	Si-O, S, FeS	98-65	Primero	8	1	8
				Segundo	1	8	1
				Tercero	0.25	0.25	0.25

En general, para todas las concentraciones de AF-65, se observa un incremento de la concentración de los minerales arcillosos cuarzo y caolinita (bandas 1030.77 y 1089.58 cm^{-1}) conforme aumenta el tiempo; igual efecto ocurre para

los picos ubicados en las longitudes de onda 3619 y 3697 cm^{-1} (asociados con minerales como la ilita), 2845 y 2916 cm^{-1} (CH_3, CH_2) y 1613 (C=C, aromáticos).

Se puede observar que para los tres gráficos de la **Figura 4.2**, la tendencia es que al aumentar el tiempo de flotación se incrementan las concentraciones de Q, K, C-H_{AR}, C-S_M, Si-O, S y FeS, ubicados en las longitudes de onda comprendidas entre 400 – 1000 cm^{-1}. Con el incremento de tiempo, se observa también una obtención mayor de material inorgánico en los flotados, lo cual sugiere que inicialmente flotan las partículas más hidrófobas y más liberadas, después flotan las menos hidrófobas y menos liberadas, las cuales son minerales que posiblemente son arrastrados con los flotados (*entrainment*).

4.1.1.2. Efecto de la concentración de espumante Aerofroth-65 sobre la distribución de grupos funcionales y minerales

A pesar de que el análisis del efecto de la concentración de espumante Aerofroth-65 sobre la distribución de grupos orgánicos y minerales también se puede hacer en la **Figura 4.2.**, para mayor facilidad, la **Figura 4.3.** muestra los espectros de los grupos funcionales y minerales manteniendo como parámetros las 3 concentraciones de Aerofroth-65 (10, 15 y 20 ppm).

Para propósitos comparativos de los espectros de los flotados, en la **Figura 4.3.** se presenta el espectro del lodo alimentado de la misma manera que se hace en la **Figura 4.2.** Tal como se observa, en general para todas las concentraciones de espumante, los grupos funcionales NH, OH, CH_3-CH_2, CH, C=C y C=O presentan mayor concentración en comparación con las que lucen el lodo alimentado. Altas concentraciones de espumante generan gran cantidad de espuma lo cual produce mayor concentración de materia orgánica de los flotados, sin embargo, con el incremento de la concentración de espumante, los minerales cuarzo y caolinita presentes en los flotados, localizados en la longitud de onda 1100-900 cm^{-1}, presentan concentraciones variables al compararse con la del alimento.

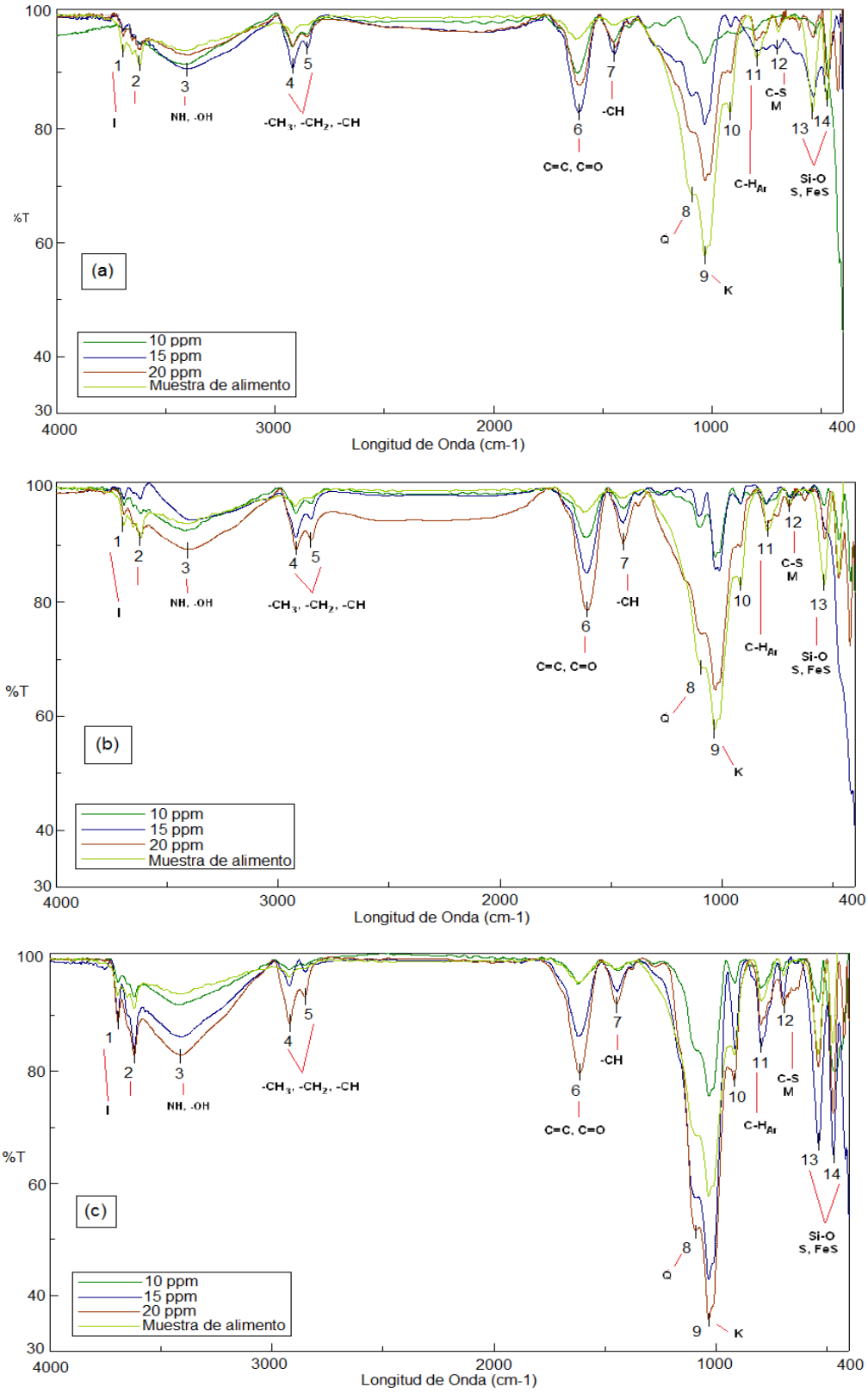


Figura 4.3. Espectros de muestra de alimento y a concentraciones 10, 15 y 20 ppm de AF-65 a tiempos de barrido (a) 0.25 min., (b) 1 min. y (c) 8 min.

Se observa que, en general para las 3 concentraciones de espumante, y para los tiempos de flotación de 0.25 y 1 min, las concentraciones de cuarzo y caolinita son menores en los flotados en comparación con sus concentraciones en el alimento. Esto explica que una gran proporción de esos minerales quedan en los fondos, lo cual los caracteriza como hidrófilos. Por el contrario, al tiempo de flotación de 8 min. y a la concentración de espumante de 15 y 20 ppm, la concentración de cuarzo y caolinita son mayores en los flotados que en las del alimento, lo cual se debe a la existencia de mayor producción de espuma, lo cual puede arrastrar mas minerales cuarzo y caolinita hacia el flotado.

Con el fin de facilitar la comparación entre los espectros obtenidos a diferentes concentraciones de espumante se elaboró la **Tabla 4.3.**, la cual tiene información relativa a los grupos funcionales y minerales característicos, longitudes de onda, orden de intensidad de picos y tiempos de barrido. Para las muestras flotadas a un tiempo constante de 0.25 minutos (**Figura 4.3.** (a)), los grupos CH_3-CH_2-CH (3000 - 2800 cm^{-1}), C=C C=O (1700 - 1600 cm^{-1}), CH (1500 - 1400 cm^{-1}), presentan alta concentración a 15 ppm de espumante en comparación con 10 y 20 ppm. Esto indica que no se presenta alguna correlación directa entre la concentración de esos grupos funcionales y la concentración de espumante.

Sin embargo, para tiempos de barrido de 1 y 8 minutos, **Figuras 4.3.** (b) y (c) respectivamente, se observa que, en general, esos grupos funcionales en los flotados presentan mayor concentración a 20 ppm de espumante. Los anteriores resultados están de acuerdo con el trabajo de Barraza y Guerrero [12], del cual se obtuvieron las muestras procesadas en este estudio, donde se encontró que a mayor concentración de espumante se obtuvieron altas recuperaciones de materia orgánica.

Tabla 4.3. Resumen de espectros a las concentraciones de AF-65 10, 15 y 20 ppm en tiempos de flotación constante de 0.25, 1, y 8 minutos.

NO. PICO	RANGOS DE POSICION	GRUPO FUNCIONAL /MINERAL	RANGOS DE INTENSIDAD	ORDEN DE PROFUNDIDAD DECRECIENTE	0.25 min	1 min	8 min
1 y 2	3700-3600	I, Cm	97-80	Primero	Alimento	Alimento	20
				Segundo	20	20	15
				Tercero	15	10	Alimento
				Cuarto	10	15	10
3	3500-3400	NH-OH	94-82	Primero	15	20	20
				Segundo	10	10	15
				Tercero	20	15	10
				Cuarto	Alimento	Alimento	Alimento
4 y 5	3000-2800	CH_3-CH_2-CH	99-88	Primero	15	20	20
				Segundo	20	15	15
				Tercero	10	10	10
				Cuarto	Alimento	Alimento	Alimento
6	1700-1600	C=C C=O	96-79	Primero	15	20	20
				Segundo	20	15	15
				Tercero	10	10	10
				Cuarto	Alimento	Alimento	Alimento
7	1500-1400	CH	99-79	Primero	15	20	20
				Segundo	20	15	15
				Tercero	10	10	10
				Cuarto	Alimento	Alimento	Alimento
8 y 9	1100-900	Q K	90-35	Primero	Alimento	Alimento	20
				Segundo	20	20	15
				Tercero	15	15	Alimento
				Cuarto	10	10	10
10 y 11	800-700	C-Har	99-92	Primero	Alimento	Alimento	20
				Segundo	15	20	15
				Tercero	20	10	Alimento
				Cuarto	10	15	10
12	500-600	C-S (M)	98-83	Primero	Alimento	Alimento	20
				Segundo	15	20	15
				Tercero	20	10	Alimento
				Cuarto	10	15	10
13 y 14	500-400	Si-O, S, FeS	85-40	Primero	Alimento	Alimento	15
				Segundo	10	15	Alimento
				Tercero	20	20	20
				Cuarto	15	10	10

En cuanto a los minerales como cuarzo, caolinita, C-S y Si-O, S, FeS representados con los picos 8, 9, 10, 11, 12, 13 y 14 (rango de longitud de onda de 1100 a 600 cm^{-1}); se puede observar que sus concentraciones son las más altas para 20ppm espumante, y luego decrecen para 15 y 10 ppm. Lo anterior indica que, al trabajar con mayor concentración de espumante se incrementa la concentración de minerales, debido a que hay formación de gran cantidad de espuma la cual arrastra partículas de esos minerales a la corriente de flotados.

Para los picos 13 y 14 representados por los minerales Si-O, S y FeS se observa mayor concentración en los flotados para la concentración de espumante de 10ppm, seguido de 20ppm y por último 15ppm de espumante. Posiblemente, menor concentración de espumante arrastra selectivamente esos minerales.

4.2. COMBUSTIÓN A BAJA TEMPERATURA

Usando las mejores condiciones para la remoción de materia orgánica y concentración de minerales del trabajo de A. F. Rojas y J. M. Barraza [18], donde se busca no alterar la cristalinidad de las especies minerales, se procedió con el proceso de combustión a baja temperatura (CBT), arrojando los resultados de remoción de materia observados en la **Tabla 4.4.** ((a), (b) y (c)), para muestras de lodos finos de carbón tratados a concentraciones de 10, 15 y 20 ppm de espumante Aerofroth-65 respectivamente.

Tabla 4.4. % de remoción de materia durante el proceso de Combustión a Baja Temperatura para muestras flotadas a (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de espumante AF-65 y con diferentes tiempos de muestreo.

(a)

TIEMPO DE MUESTREO EN CBT (horas)	MUESTRA DE ALIMENTO (NO BENEFICIADA)	10 ppm DE ESPUMANTE AEROFROTH-65							
		TIEMPO DE PROCESAMIENTO EN LA CELDA (min.)							
		0.25	0.50	0.75	1.0	1.5	2.0	4.0	8.0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	9.3	18.56	17.04	16.07	19.14	18.83	32.26	16.65	14.28
2	11	19.72	18.49	17.75	20.04	20.40	34.47	18.44	15.31
3	12.3	20.63	19.77	19.22	20.71	21.62	36.56	19.47	16.08
4	12.7	22.08	20.91	20.77	23.91	24.01	38.54	21.01	17.27
5	13	23.30	21.97	22.22	24.06	25.73	40.32	22.30	18.31
6	13.2	23.70	22.61	22.79	24.53	28.35	45.17	23.32	19.29
7	13.4	23.99	23.02	23.17	24.84	30.50	48.92	24.18	19.78

(b)

TIEMPO DE MUESTREO EN CBT (horas)	MUESTRA DE ALIMENTO (NO BENEFICIADA)	15 ppm DE ESPUMANTE AEROFROTH-65							
		TIEMPO DE PROCESAMIENTO EN LA CELDA (min.)							
		0.25	0.50	0.75	1.0	1.5	2.0	4.0	8.0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	9.3	15.90	18.30	14.9	18.40	13.91	14.85	13.80	14.80
2	11	19.00	20.50	16.60	20.20	15.90	17.50	16.20	15.80
3	12.3	21.64	23.23	18.41	21.75	18.50	19.75	17.12	17.05
4	12.7	22.62	24.11	19.44	22.73	19.13	20.6	19.40	18.10
5	13	23.26	24.72	20.25	23.27	19.55	21.4	20.59	18.60
6	13.2	24.38	25.95	21.01	23.61	19.94	21.7	21.14	19.10
7	13.4	25.44	26.68	22.04	23.92	20.51	22.05	21.41	20.30

(c)

TIEMPO DE MUESTREO EN CBT (horas)	MUESTRA DE ALIMENTO (NO BENEFICIADA)	20 ppm DE ESPUMANTE AEROFROTH-65							
		TIEMPO DE PROCESAMIENTO EN LA CELDA (min.)							
		0.25	0.50	0.75	1.0	1.5	2.0	4.0	8.0
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1	9.3	14.79	20.25	18.52	17.11	14.62	21.13	21.08	19.21
2	11	17.24	22.92	19.79	21.28	17.87	23.46	22.82	20.67
3	12.3	20.73	25.18	21.28	23.29	21.54	24.85	24.82	21.86
4	12.7	23.82	26.43	22.02	25.12	22.63	27.73	25.58	21.69
5	13	24.85	28.52	22.02	27.04	24.18	29.37	26.88	22.89
6	13.2	26.68	29.73	23.48	28.11	25.10	31.11	27.29	23.78
7	13.4	27.79	30.13	23.89	28.58	25.76	33.52	29.64	24.05

En la **Tabla 4.4.** (a) se presentan los resultados de la remoción de materia de las muestras beneficiadas a 10 ppm. Se observa una remoción del 48,92% para la muestra flotada a 2 minutos y sometida a CBT durante 7 horas. La menor remoción se presenta en la muestra flotada a 8 minutos y sometida a CBT durante 7 horas con apenas 19,78%. En promedio existe una remoción orgánica de alrededor del 25% para las muestras flotadas a 10 ppm y tratadas en el sistema de Combustión a Baja Temperatura por un periódo de 7 horas.

Los flotados a 15 ppm de AF-65, en general presentan una menor disminución de la materia orgánica (alrededor del 24%), comparativamente con las tratadas a 10 ppm; el flotado a 0,5 min es el que exhibe la mayor remoción (26,68%), mientras que la muestra flotada a 8 min es la que menos eliminación de material orgánico exhibe con apenas un 20,30%.

Por su parte, el conjunto de muestras flotadas a 20 ppm exhiben un comportamiento en el que la mayor eliminación de materia orgánica se observa en el flotado a 2 minutos con un porcentaje de eliminación del 33,52%, por su parte la de menor remoción se presenta en la muestra flotada a 0,75 minutos (23,89%).

De los resultados anteriores se observa también que la mayor remoción se obtiene en la primera hora de tratamiento en el CBT y aunque de la hora 1 a la 7 se sigue removiendo materia, la tasa es mucho inferior a la presentada al inicio del tratamiento.

4.3. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Por medio de la técnica de Difracción de Rayos X, se realizó el análisis mineralógico a muestras de lodos finos de carbón flotadas a diferentes tiempos de procesamiento durante su beneficio en celda, las cuales fueron previamente sometidas a combustión a baja temperatura (CBT). Cada difractrograma se realizó en un barrido angular 2θ de 5 a 80 grados.

La nomenclatura utilizada para referirse a los minerales identificados es la siguiente: Caolinita K, Cuarzo Q, Mica M, Muscovita Ms, Ilita I, Albita Al, Pirita P, Anatasa An, y Biotita B.

4.3.1. Efecto del proceso de combustión a baja temperatura en los lodos de carbón.

La **Figura 4.4.** (a) exhibe la comparación entre el difractograma de una muestra flotada sin oxidar y posteriormente oxidada (a 300 °C durante 7 horas), a 10ppm del espumante Aerofroth 65.

Se pueden apreciar diferencias entre los dos difractogramas. Se observa una mayor línea de base en la muestra sin oxidar con respecto a la que ha sido oxidada a 300 °C; esto se debe a que la muestra sin oxidar presenta mayor contenido de material orgánico, el cual tiene estructura amorfa. Una vez oxidada la muestra se observa una mayor resolución de los picos, e incluso aumento en la intensidad de los mismos.

Resultados similares pueden observarse en las **Figuras 4.4.** (b) y (c) obtenidas a 15 y 20 ppm de espumante respectivamente.

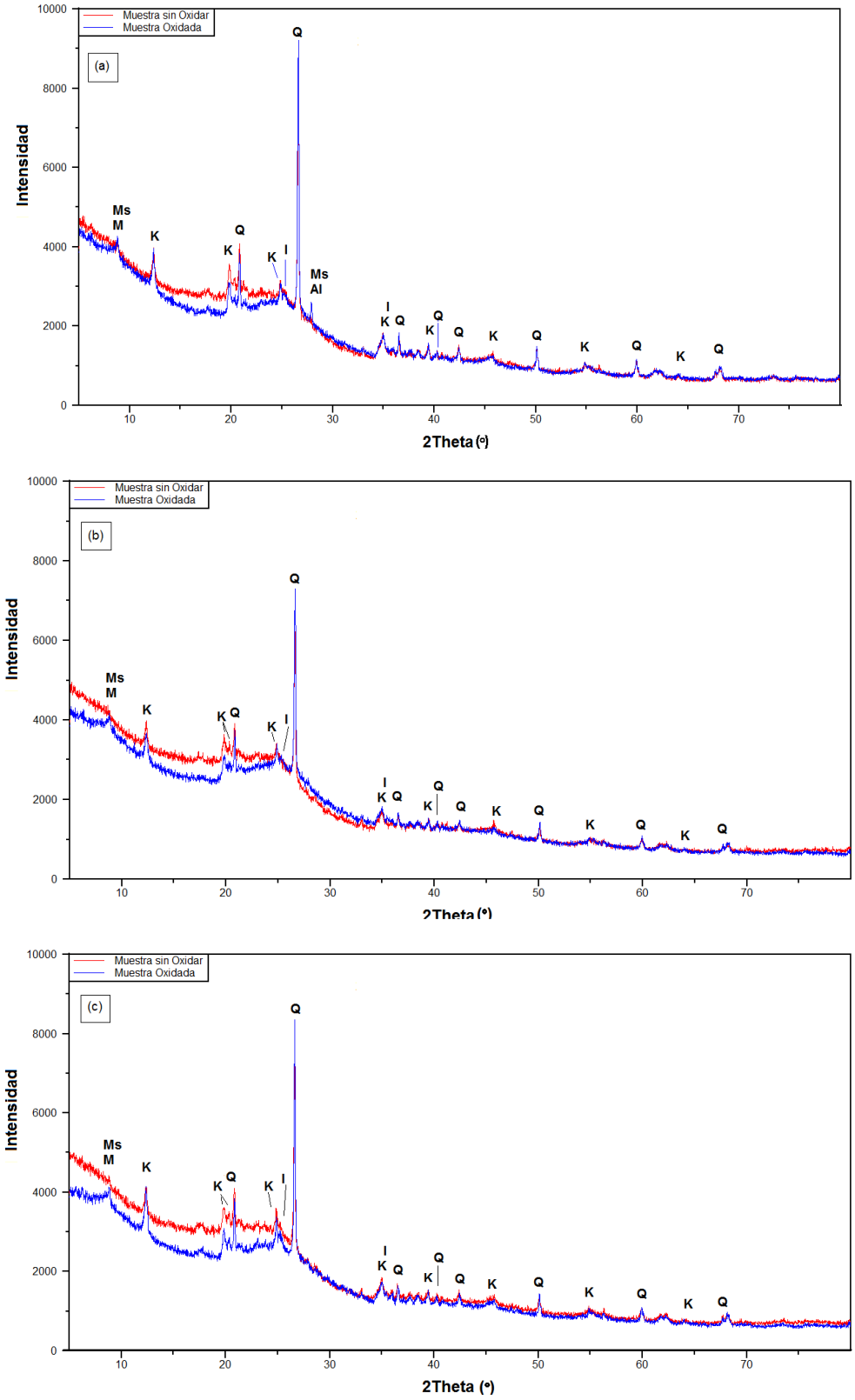


Figura 4.4. Difractograma de flotado – (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de Aerofroth 65 - sin oxidar y oxidado a baja temperatura, 300 °C.

Las diferencias observadas en los difractogramas de la **Figura 4.5**, evidencian la transformación que provoca en la estructura del carbón - más específicamente en la materia orgánica - el proceso de combustión a baja temperatura, y permiten concluir que este sistema concentra las fases minerales. Debido a esto, a todas las muestras se les realizó este mismo tratamiento, para que el equipo de difracción de rayos X detecte minerales que se presenten en bajas concentraciones y de esa manera determinar su distribución y presencia en los distintos tiempos de barrido y concentraciones de espumante.

4.3.2. Efecto de la concentración de espumante sobre la distribución de minerales.

El efecto de la concentración de Aerofroth-65 se estudió a 10, 15 y 20 ppm. Los resultados se muestran en los difractogramas presentados en la **Figura 4.5.** para el flotado de lodo fino de carbón a un tiempo de procesamiento en celda de 1 minuto, y oxidada a 300°C durante 7 horas.

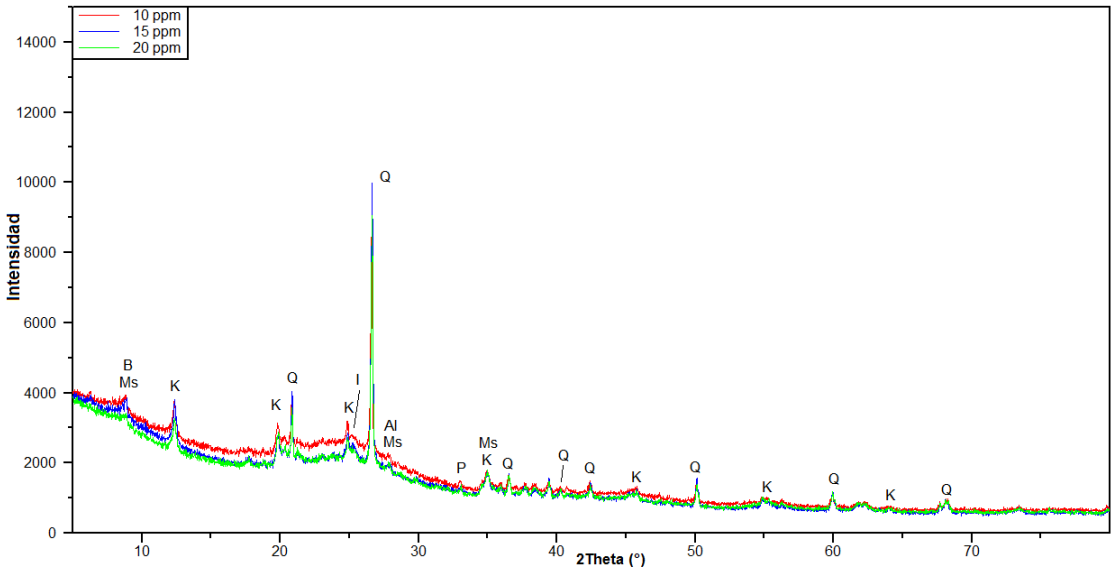


Figura 4.5. Difractogramas de lodos flotados oxidados a un tiempo de flotación de 1 min. en función de la concentración de espumante.

Los resultados de los difractogramas muestran diferencias apreciables en el rango de 2theta cuando se varía la concentración de espumante. Se observa que en el rango de ángulos 12 a 35, existe mayor concentración de cuarzo, caolinita, muscovita e illita a la concentración de 20 ppm de espumante comparativamente con las concentraciones de 10 y 15 ppm. Estos resultados están de acuerdo con los obtenidos anteriormente usando la técnica FT-IR, la cual mostró que a mayores concentraciones de espumante se arrastran partículas de estos minerales por la gran formación de espumas.

Por otro lado, en la **Figura 4.5.** se observa también que para ángulos de 2theta mayores a 35 no se observa una diferencia apreciable de las concentraciones de los minerales con la concentración del espumante.

Al comparar los difractogramas de las fracciones flotadas a las tres concentraciones de espumante con respecto al obtenido para la muestra de lodos sin beneficiar, (mostrada en la **Figura 4.6.)**, se observa que en el rango de 2theta de 0 a 40 se presenta mayor concentración de los minerales K, Q, I, Ms y M en el alimento que en las corrientes flotadas. Estos resultados sugieren que esos minerales tienden a concentrarse en la corriente de fondos teniendo un carácter hidrofílico, es decir tienen poca afinidad con la materia orgánica.

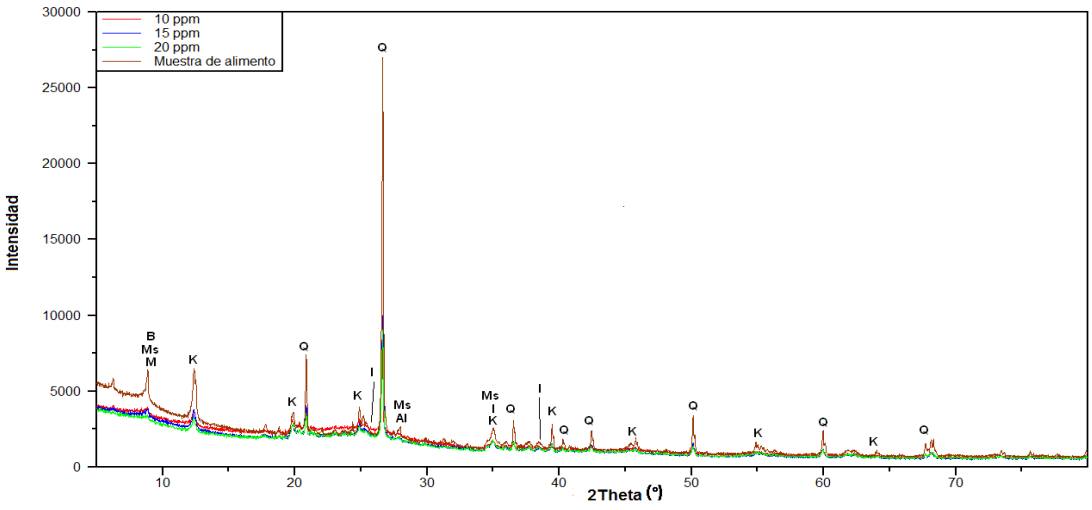


Figura 4.6. Difractogramas del lodo fino de carbón sin beneficiar y de los flotados variando la concentración de espumante.

4.3.3. Efecto del tiempo de flotación sobre la distribución de minerales.

La **Figura 4.7.** ((a), (b) y (c)) presenta los difractogramas de las muestras flotadas oxidadas obtenidas a diferentes tiempo de beneficio usando las tres concentraciones de espumante (10, 15 y 20 ppm respectivamente). Con el fin de poder realizar una comparación entre las variaciones en las fases minerales, los difractogramas han sido superpuestos y presentados a una misma escala.

Se observa que todos los difractogramas presentan similitud en la distribución de los minerales. Sin embargo, el tiempo de flotación afecta la concentración de los minerales. Por ejemplo, a la concentración de 10 ppm en todo el rango de ángulos 2theta, la concentración de los minerales en los flotados se incrementa con el tiempo de flotación. Para destacar las altas concentraciones de los minerales al tiempo de flotado de 8 min. Esto ocurre porque a tiempos bajos de flotación, partículas finas de los minerales se arrastran con la materia orgánica, mientras que a altos tiempos de flotación se arrastran partículas gruesas (*entrainment*).

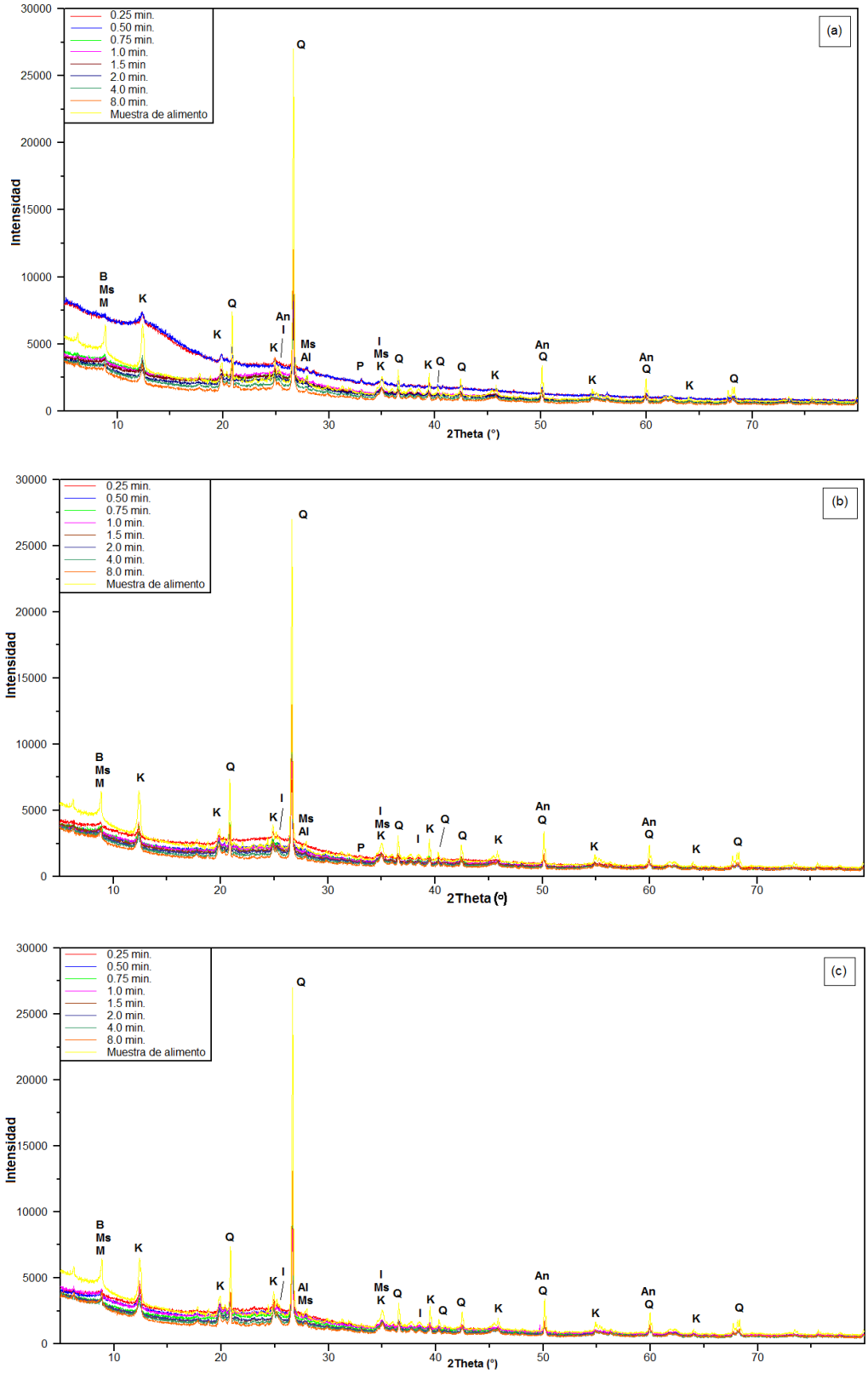


Figura 4.7. Difratogramas de muestras flotadas– (a) 10, (b) 15 y (c) 20 ppm de espumante- oxidadas variando el tiempo de beneficio.

4.4. Análisis semicuantitativo de minerales.

En La **Figura 4.8.** se observa el difractograma obtenido de la muestra de lodo de carbón original. En este difractograma se identifican las fases minerales Caolinita K, Cuarzo Q, Mica M, Muscovita Ms, Albita Al, Ilita I y Anatasa An.

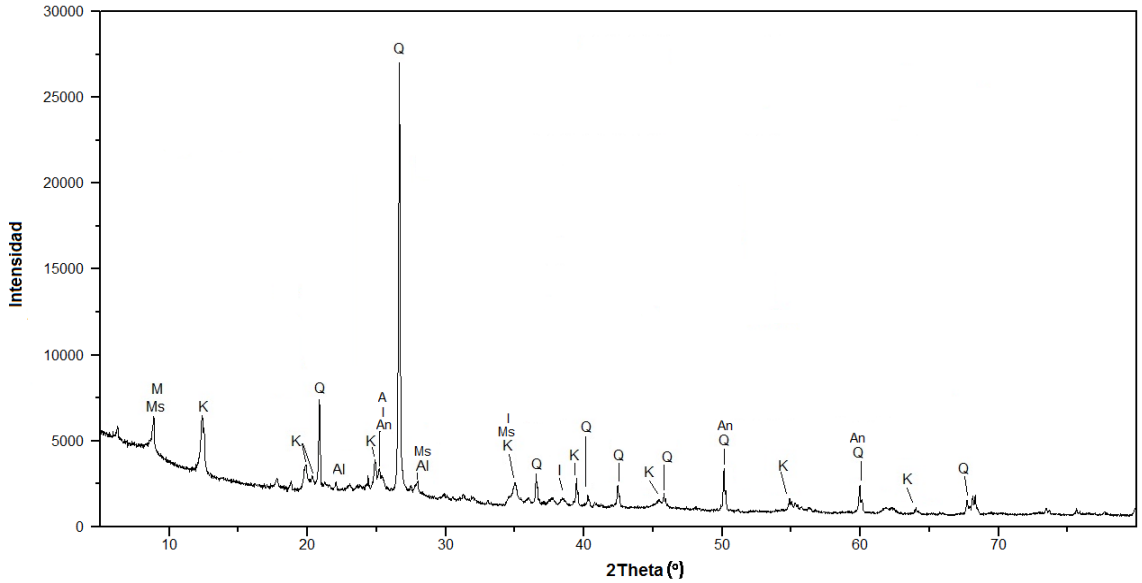


Figura 4.8. Difractograma de lodo fino de carbón sin beneficiar.

En el análisis semicuantitativo, la abundancia de los minerales se clasifica en el siguiente intervalo de concentración porcentual: trazas por debajo del 5%, escaso entre 5 – 10% pobre entre el 10 – 20%, común entre 20 – 40% y abundante por encima del 40%.

Como se observa en el difractograma de la muestra de alimento, el Cuarzo presenta la mayor concentración de todos los minerales, seguido por la Caolinita y la Ilita, comparativamente con el resto de minerales. Estos resultados están acordes a los expuestos en la **Tabla 4.5.** en la que se resumen las fases minerales presentes en la muestra de alimento y los flotados procesados a distintas concentraciones de espumante y tiempos de barrido en la celda.

La no identificación de algunos minerales presentes en ciertas de las muestras de lodos de carbón, al usar la técnica de difracción de rayos X, muy probablemente se debe a la pequeña concentración en la que se encuentran.

Al analizar los minerales en las muestras flotadas obtenidas en las 3 concentraciones de espumante (10, 15 y 20 ppm), se detectaron los minerales Cuarzo (Q), Caolinita (K), Ilita (I), Mica (M), Muscovita (Ms), Anatasa (An), Biotita (B), Pirita (P), Albita (Al). Se observa en la **Tabla 4.5.** que, en general para todas las concentraciones de espumante, a bajos tiempos de flotación (0.25 min) se presenta poca presencia del cuarzo (óxido). Sin embargo, a mayores tiempos trata de concentrarse en los flotados. Este resultado es importante desde el punto de vista del beneficio de los lodos, lo cual sugiere que si se desea concentrar el cuarzo en los fondos se requieren bajos tiempos de residencia en la flotación.

Por otro lado, minerales como caolinita e ilita (arcillas) tienen un comportamiento variable tanto con el tiempo como con la concentración de espumante. Esto está relacionado con que partículas finas flotan rápidamente y partículas gruesas son arrastradas a largos tiempos y altas concentraciones de espumante.

Otros minerales arcillosos como la montmorillonita, muscovita y biotita se concentran en los flotados rápidamente, lo cual se explica por tener afinidad con la materia orgánica o partículas finas que no se liberaron y se arrastran en los primeros tiempos de flotación hacia los flotados.

El mineral anatasa (TiO_2), también muestra que se concentra a bajos tiempos de flotación a las concentraciones de espumante de 10 y 15 ppm. Este resultado está de acuerdo con que reportan que este mineral tiene afinidad con la materia mineral.

Para destacar que a la pirita (FeS_2) no se le detectó su concentración en el lodo alimento. Sin embargo, apareció en los flotados a la concentración de 10 ppm de espumante y tiempos de flotación desde 2 hasta 8 min. Otros estudios [15] han reportado que partículas finas de pirita flotan con la materia orgánica.

Tabla 4.5. Contenido de minerales de fracciones flotadas y de alimento de lodos finos de carbón (muestras oxidadas a 300°C y 7 h)

Muestra	Q	K	M	Ms	I	An	B	P	Al
Alimento	++++	++	+	*	++	*			*
10 ppm de AF-65									
0.25 min.	++	++	+++	*	+++	*	?		+
0.50 min.	+++	+++	++	+	++	+	+		*
0.75 min.	+++	+++	+	+	+++	++	*	?	*
1.00 min.	++	++	+	+	++	+	+	?	?
1.50 min.	++++	+++	+	+	++	*	+	?	?
2.00 min.	+++	+++	+	+	++	*		*	*
4.00 min.	+++	+++	+	++	++	*	*	*	?
8.00 min	+++	+++	+	+	+++	?	*	*	
15 ppm de AF-65									
0.25 min.	++	+++	++	++	++	++	*		+
0.50 min.	+++	+++	+	+	+++	*	++		+
0.75 min.	++	+++	++	*	+++	*	*		+
1.00 min.	+++	++	+++	+	++	++			*
1.50 min.	+++	+++	+	+	++	*	*	?	+
2.00 min.	+++	++	++	+	+++	*	*	?	?
4.00 min.	+++	+++	++	+	+++	*	*	?	?
8.00 min	+++	+++	++		+	*	*	?	
20 ppm de AF-65									
0.25 min.	++	++	++	++	?		+		++
0.50 min.	+++	+++	+	+	+	*	+		++
0.75 min.	+++	+++	+	*	+++	*	+		+
1.00 min.	+++	++	+	+	++	*	+		+
1.50 min.	+++	+++	+	*	++	*	*		++
2.00 min.	+++	+++	+	+	+++	*	+		+
4.00 min.	+++	++	*		++	+	*		*
8.00 min	+++	++	+	++	++	+	*		*

++++ Abundante, +++ Común, ++ Pobre, + Escaso, *Trazas, ¿ Dudoso.

Caolinita (K), Cuarzo (Q), Mica (M), Muscovita (Ms), Ilita (I), Albita (Al), Pirita (P), Anatasa (An), Biotita (B).

5. CONCLUSIONES

Basado en los resultados de FT-IR y DRX, se evidencia la clara influencia que tienen variables como concentración de reactivos y tiempo de barrido sobre el proceso de beneficio de lodos finos de carbón en celda de flotación. En el estudio se observó la presencia de grupos funcionales como hidroxil (-O-H), NH, grupos alifáticos y alicíclicos CH_3, CH_2 y CH y grupos aromáticos entre otros característicos del carbón, de igual manera se detectó la existencia de minerales como Cuarzo, Caolinita, Ilita, Mica, Muscovita, Biotita y Pirita.

A altas concentraciones de espumante, se produce un aumento en la concentración de la materia orgánica presente en los flotados, lo cual se explica debido a la gran cantidad de espuma que se genera en el proceso.

Las muestras flotadas exhiben mayor concentración de grupos funcionales en relación a la muestra de alimento, ya que es justamente ese el objetivo del proceso de beneficio (incrementar la concentración de material orgánico a la vez que se remueven los minerales y demás sustancias inorgánicas).

El proceso de Combustión a Baja Temperatura a las condiciones de operación a las que se trabajó (300 °C durante 7 horas), es un método eficaz para concentrar la materia mineral presente en las muestras, lo cual se pudo evidenciar al observar una menor línea base comparativamente con las muestras no oxidadas de los difractogramas obtenidos por medio del DRX.

Los grupos orgánicos presentes en el carbón tienen la tendencia a concentrarse principalmente con el aumento de la concentración de espumante más que con el aumento del tiempo, por su parte los minerales tienen un comportamiento variable entre ellos; por ejemplo para todas las concentraciones de espumante y a bajos

tiempos de flotación se presenta poca presencia de cuarzo (comparativamente con las otras muestras flotadas) sin embargo a mayores tiempos trata de concentrarse en los flotados, lo cual sugiere que si se desea concentrar este mineral en los fondos, debe hacerse a tiempos bajos.

Se observa mayor presencia de Cuarzo conforme aumenta el tiempo de flotación, mientras que minerales como caolinita e ilita (arcillas) tienen un comportamiento variable tanto con el tiempo como con la concentración de espumante, lo cual está relacionado con que partículas finas flotan rápidamente y partículas gruesas son arrastradas a largos tiempos y altas concentraciones de espumante.

6. RECOMENDACIONES

Los resultados del estudio realizado sirven como base para el desarrollo de futuras investigaciones de mayor complejidad y exactitud. Para realizar un análisis completo y mejor definido en cuanto a las cantidades de material orgánico e inorgánico y determinar las proporciones específicas presentes en los lodos finos de carbón estudiados, se propone utilizar las técnicas de Microscopía de barrido electrónico (SEM), análisis Mossbauer y de rayos X con refinamiento Rietveld, parámetros de red y tamaño de cristalito en este último método.

7. BIBLIOGRAFÍA

[1] The World Coal Institute. Coal and the environment; 2009. <http://www.worldcoal.org/coal-the-environment/>.

[2] Saikia B. K. *et al.*, "XRD and FT-IR investigations of sub-bituminous Assam coals," *Bulletin of Materials Science,* vol. 30, pp. 421-426, Aug 2007.

[3] Cooke N. E. *et al.,* "FT-IR spectroscopics analysis of coals and coal extracts", *Fuel*, vol. 65, pp. 1254-1260, Sept 1986.

[4] Saikia B. K. *et al.*, "FT-IR and XRD analysis of coal from Makum coalfield of Assam," *Journal of Earth System Science,* vol. 116, pp. 575-579, Dec 2007.

[5] Sonibare O. O. et al, "Structural characterization of Nigerian coals by X-ray diffraction, Raman and FTIR spectroscopy," *Energy*, vol. 35, no. 12, pp 5347-5353, Dec. 2010.

[6] Sobkowiak et al, "Determination of aromatic and aliphatic CH groups in coal by FT-IR," *Fuel*, vol. 63, pp. 1245-1252, Sept 1984.

[7] Rojas A. and Barraza J., " Distribución de minerales en dos carbones del Sur-Occidente colombiano usando separación ciclónica y oxidación ciclónica a baja temperatura," *Dyna-Colombia,* vol. 77, pp. 169-178, Jun 2010.

[8] Ahmed M. A. *et al.*, "Characterisation of an Egyptian coal by Mossbauer and FT-IR spectroscopy," *Fuel,* vol. 82, pp. 1825-1829, Oct 2003.

[9] Bodoev N. V. et al, , "FT-IR and XRD analysis of sapropelitic coals," *Fuel*, vol. 75, No. 7, pp. 839-842, 1996.

[10] Baruah M. K. et al. “Distribution and nature of organic/mineral bound elements in Assam coals, India*,” Fuel,* vol. 82, pp 1783–1791, 2003.

[11] Zubrik A.*, et al.*, "Distribution of inorganic and organic substances in the hydrocyclone separated Slovak sub-bituminous coal," *Fuel,* vol. 89, pp. 2126-2132, 2010.

[12] Guerrero J., “Cinética de flotación de los lodos finos de carbón de la mina Cerrejón (Guajira) utilizando celda de flotación”, Tesis de grado en curso: Mágister en Ingeniería Química. Universidad del Valle. Santiago de Cali, 2010.

[13] Jorjani E.”Prediction of coal response to froth flotation based on coal analysis using regression and artificial neural network,” *Minerals Engineering*, 22:11, pp 970-976, 2009.

[14] Piñeres J., “Estudio de los fenómenos superficiales y cinéticos en la concentración del grupo maceral vitrinita en fracciones beneficiadas de carbones colombianos obtenidas por flotación burbujeante”. Tesis (Doctorado de Ingeniería Química). Universidad del Valle. Santiago de Cali. 2008.

[15] Garcia A., Martinez-Tarazona M.,“Remoción de trazas de elementos presentes en un carbón Español mediante flotación,” *Fuel*, 1992.

[16] Delgado J. J., “Efecto del PH sobre el proceso de beneficio de un carbón del sur-occidente colombiano mediante flotación espumante”, Tesis de grado: Ingeniería Química. Universidad del Valle. Santiago de Cali. Septiembre 2004.

[17] Medina G., “Caracterización de fases minerales de un carbón de la mina de Mercedes por técnicas espectrométricas nucleares y electrónicas”. Tesis (Doctorado en Física). Universidad del Valle. Santiago de Cali.

[18] Rojas A. and Barraza J., " Reactividad en la combustión de carbones beneficiados”. Tesis (Maestría en Ingeniería Química). Universidad del Valle. Santiago de Cali. Octubre 2001.

[19] Gluskoter H.J. “Electronic Low Temperatura Ashing of Bituminous Coal,” *Fuel.* N° 44, pp 285 – 291, 1965.

[20] Thermo Nicolet Corporation, “Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry”, Madison, 2001.

[21] Scintang, Inc, “Chapter 7: Basics of X-ray Diffraction”, Cupertino, California, 1999.

[22] Herman R. et al "Catalytic action of minerals in the low temperature oxidation of coal,” *Fuel,* vol. 63, pp 669 – 673, 1984.

[23] Brame J.S.and J. G. King "Solid, liquid and gaseous,” *Fuel*, Sixth Edition, Great Bretain, pp 77, 1997.

[24] Coley E. "Efecto de la temperatura, relación solvente/carbón y pretratamiento en la licuefacción directa (Térmica) del carbón del Cerrejón,” Tesis (Maestría en Ingeniería Química), Universidad del Valle. Santiago de Cali. 2012.

[25] Douglas A. Skoog, F. James Holler, Stanley R. Crouch. “Principios de análisis instrumental”. Capitulo 17 Aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo. Sexta edición. Tabla 17.3 resumen de la frecuencia de grupo para grupos orgánicos funcionales. pp 461.

[26] Guerrero J., “Cinética de flotación de los lodos finos de carbón”, III Congreso Brasilero de Carbón Mineral. Gramado. Brasil. Agosto. 2011.