



EL SABER DE MIS HIJOS
HARA MI GRANDEZA

UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISIÓN DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

TECNICAS EXPERIMENTALES EN FLOTACION

TESIS

Que para obtener el Título de:

INGENIERO QUIMICO

ESPECIALIDAD METALURGIA

PRESENTA

JORGE IGNACIO MONGE RIVERA

Hermosillo, Sonora

Diciembre de 2001

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

.....	vi
AGRADECIMIENTOS.....	vii
RESUMEN.....	viii
I INTRODUCCION.....	1
II OBJETIVOS.....	3
2.1. Objetivo general.....	4
2.2. Objetivos específicos.....	4
III PRECAUCIONES PRELIMINARES.....	5
3.1. Cristalería.....	6
3.2. Purificación del agua.....	7
3.3. Reactivos.....	8
3.4. Mineral.....	8
3.5. Caracterización.....	9
IV. TECNICAS EXPERIMENTALES BASICAS EN FLOTACION.....	11
4.1. Hidrofobicidad.....	12
4.1.1. Angulo de contacto.....	13
4.1.2. Tiempo de inducción.....	13
4.1.3. Burbuja retenida.....	14
4.1.4. Microflotación.....	14
4.1.5. Celdas de laboratorio.....	16
4.2. Adsorción.....	17
4.3. Estudios electrocinéticos.....	19
4.3.1. Movilidad electroforética.....	20
4.3.2. Potencial de flujo.....	21
4.4. Floculación.....	23
4.5. Tensión superficial.....	23
V. TECNICA EXPERIMENTAL CONVENCIONAL EN FLOTACION.....	26
5.1. Planeación de experimentos.....	27
5.1.1. Selección de condiciones de estudio.....	27
5.1.2. Metodología de investigación.....	29
5.1.2.1. Acercamiento tradicional contra el "flotador"	

5.1.2.3. Minerales puros.....	32
5.1.2.4. Simplicidad.....	32
5.1.2.5. Observación.....	32
5.2. Procedimientos experimentales.....	33
5.2.1. Contaminación.....	33
5.2.2. Archivo.....	33
5.3. Preparación de la muestra.....	34
5.3.1. Quebrado.....	34
5.3.2. Almacenamiento.....	34
5.3.3. Muestreo.....	35
5.3.4. Molienda.....	36
5.3.5. Atrición.....	38
5.4. Pruebas de flotación.....	39
5.4.1. Celdas de flotación.....	39
5.4.2. Agitación.....	40
5.4.3. Acondicionamiento.....	41
5.4.4. Control de la espuma.....	41
5.4.5. Remolienda.....	42
5.4.6. Densidad de la pulpa.....	42
5.4.7. Agua.....	43
5.4.8. Adición de reactivos.....	44
5.4.9. Control del pH.....	44
5.4.10. Temperatura.....	45
5.4.11. Tiempo de flotación.....	45
5.4.12. Limpias.....	46
5.4.13. Manejo de productos.....	46
5.5. Evaluación de resultados.....	47
5.5.1. Criterios de evaluación.....	48
5.5.2. Análisis gráfico.....	48

5.5.4. Pruebas de incrementos múltiples.....	49
5.5.5. Pruebas de limpieza múltiple.....	50
5.5.6. Flotación diferencial.....	50
VI. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	51
6.1. Material y equipo.....	52
6.1.1. Material.....	52
6.1.2. Equipo.....	52
6.2. Preparación del mineral.....	53
6.3. Determinación del potencial zeta.....	53
6.4. Angulo de contacto.....	54
6.5. Microflotación.....	55
VII. RESULTADOS Y DISCUSION.....	56
7.1. Distribución de tamaño.....	57
7.2. Potencial zeta.....	57
7.2.1. Tiempo de acondicionamiento.....	59
7.2.2. Efecto del pH.....	59
7.3. Angulo de contacto.....	63
7.4. Flotación con tubo Hallimond.....	66
VIII. CONCLUSIONES Y RECOMEDACIONES.....	68
IX. BIBLIOGRAFIA.....	71
X. APENDICE.....	74

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama esquemático para la determinación del ángulo de contacto.....	13
Figura 2. Tubo Hallimond modificado.....	15
Figura 3. Diagrama esquemático de un equipo usado en las pruebas de adsorción.....	18
Figura 4. Diagrama esquemático de una celda de electroforesis.....	20
Figura 5. Diagrama esquemático de una celda de potencial de flujo.....	22
Figura 6. Arreglo para la medición de la tensión superficial.....	24
Figura 7. Compartimiento para la medición de la tensión superficial.....	24
Figura 8. Sistema utilizado para determinar el ángulo de contacto.....	54
Figura 9. Fotografía del tubo Hallimond.....	55
Figura 10. Distribución de tamaño de cuarzita para las pruebas de potencial zeta, generada por el Coulter LS100Q.....	58
Figura 11. Potencial zeta del mineral de cuarzita en función del tiempo a pH 5.5 y $22\pm 1^{\circ}\text{C}$	60
Figura 12. Potencial zeta del mineral de cuarzita en función del pH en ausencia y presencia de acetato de amina a una temperatura de $22\pm 1^{\circ}\text{C}$ y con un tiempo de acondicionamiento de 24 horas.....	61
Figura 13. Diagrama de concentración logarítmica 1×10^{-4} M dodecilamina.....	62
Figura 14. Angulo de contacto como una función de la concentración de acetato de amina a diferentes pH.....	63
Figura 15. Angulo de contacto como una función de pH en el sistema cuarzo/dodecilamina (King) [14] y en el sistema cuarzita/acetato de amina.....	64
Figura 16. Porcentaje de recuperación del mineral de cuarzita en función del pH.....	66

RESUMEN

El presente trabajo tiene como finalidad describir las diferentes técnicas experimentales usadas en flotación así como también la metodología para desarrollar un proceso de flotación.

Se estudiaron y aplicaron técnicas experimentales que proporcionaron información básica para establecer las condiciones fisicoquímicas en flotación. Estas incluyen la medición del potencial zeta, el ángulo de contacto y flotación en el tubo Hallimond.

En los resultados del potencial zeta de cuarzita en ausencia y presencia de acetato de amina se observó que se hace más negativo al incrementar el valor de pH.

En la determinación del ángulo de contacto con cuarzo se encontró que al incrementar la concentración de acetato de amina este aumentó, llegando hasta el punto de saturación donde se mantuvo estable. Así mismo, al incrementar el valor de pH, se detectó una mejoría tanto en la adhesión como en el tamaño de la burbuja, hasta pH 10.

En las pruebas con el tubo Hallimond se aprecia que al aumentar el pH hasta un valor de 10, se incrementa la recuperación de cuarzita.

A pH arriba de 10, el acetato de amina comienza a hidrolizarse ocurriendo una disminución del ángulo de contacto y un decremento en la recuperación de cuarzita en las pruebas con el tubo Hallimond como se observa a pH 12.

I. INTRODUCCION

La flotación es indudablemente la técnica de procesamiento de minerales más importantes y versátil. Se patentó originalmente en 1906 permitiendo el minado de yacimientos complejos y de bajo grado que de otro modo se habrían considerado no económicos.

Con el paso del tiempo la recuperación de minerales por flotación ha ido en ascenso al igual que la tecnología para lograr un mejor aprovechamiento de los recursos, es por eso la importancia de conocer los procedimientos básicos y las técnicas utilizadas experimentalmente en el desarrollo de un proceso de flotación.

En el presente trabajo se desea mostrar los cuidados que hay que tener para la obtención y preparación de las muestras, las técnicas experimentales básicas que existen para la caracterización de los minerales y la metodología para determinar algunas propiedades importantes. Adicionalmente se describen los procedimientos convencionales para el desarrollo de las pruebas de flotación, y la importancia de algunas variables relevantes.

Las técnicas experimentales empleadas en este trabajo son: electroforesis, ángulo de contacto y flotación en el tubo Hallimond.

II. OBJETIVOS

2.1. Objetivo general.

Describir una metodología general para la realización de pruebas de flotación y la evaluación de algunos parámetros básicos.

2.2 Objetivos específicos.

- a) Describir los procedimientos para cuantificar algunas propiedades superficiales del mineral
- b) Explicar la metodología para la realización de pruebas de flotación y el efecto de algunos parámetros importantes
- c) Determinación del potencial zeta, ángulo de contacto y efectuar pruebas de microflotación en tubo Hallimond con un mineral puro

III. PRECAUCIONES PRELIMINARES

cantidades de impurezas, así como a los iones calcio o magnesio presentes en el agua. Por este motivo, es esencial limpiar bien la cristalería, y controlar la química del agua y de los reactivos utilizados en las pruebas.

3.1. Cristalería

La cristalería es el material más utilizado en un laboratorio de investigación y al no limpiarse, puede volverse una fuente de contaminación. Un procedimiento recomendado para su limpieza es remojarla en solución no chromix (formulación patentada) por 20 minutos [11], enseguida se lava con agua corriente y luego se enjuaga 3 ó 4 veces con agua tridestilada. La limpieza de la cristalería puede verificarse con vapor, una condensación uniforme en las paredes del recipiente (sin la formación de gotas aisladas) se considera un signo de limpieza con respecto a contaminación orgánica.

Por otro lado la cristalería limpia también puede causar problemas, por ejemplo, en la preparación de soluciones muy diluídas ($<10^{-6}M$) de algún reactivo en un recipiente de vidrio puede estar acompañada por una drástica reducción en la concentración del surfactante debido a la adsorción de éste en las paredes del recipiente; esto puede conducir a interpretaciones erróneas de los resultados. Para evitar este tipo de problemas se recomienda prelavar toda la cristalería con soluciones de concentración similar a las usadas en las pruebas.

Un problema serio, que frecuentemente se descuida, es la liberación de especies de silicatos de los recipientes de almacenamiento a causa de la disolución del vidrio. La solubilidad de la sílice puede ser del orden de $10^{-4}M$ ó mayor, dependiendo del pH y la temperatura. Ya que la concentración de los reactivos de flotación son del mismo orden, la

práctico evitar la contaminación con especies del vidrio, pero la posibilidad de este problema debe ser reconocido. Del mismo modo, se debe evaluar cuidadosamente el uso de contenedores plásticos ya que frecuentemente liberan materiales orgánicos durante el almacenamiento.

3.2. Purificación del agua

El agua se puede purificar efectivamente si se libera inicialmente de materia volátil. La destilación en presencia de permanganato de potasio es una práctica común para destruir contaminantes orgánicos. Pero aminas y compuestos similares pueden destilarse en el baño alcalino y en este caso será necesario una destilación ácida. Los intercambiadores iónicos son buenos para remover electrolitos inorgánicos, pero liberan impurezas orgánicas al sistema y no deben ser usados como una etapa final de limpieza. Con tres etapas de destilación se obtiene agua con bajo nivel de impurezas. La calidad del agua se determina midiendo su conductividad específica y la tensión superficial. Una conductividad por debajo de 10^{-6} mho/cm y una tensión superficial de 72.8 dinas/cm a 20°C puede ser usado como criterio para agua purificada. El agua tridestilada en contacto con el aire tiene un pH cercano a 5.5 debido a la formación de ácido carbónico.

3.3. Reactivos

La presencia de impurezas en pequeñas cantidades causan un comportamiento anómalo del surfactante y por esto se recomienda el uso de reactivos ultrapuros. También se aconseja el uso de soluciones frescas, ya que ciertos reactivos en solución sufren oxidación (ácido oleico) o hidrólisis (sulfatos de cadena larga). Idealmente las soluciones

atmósfera de nitrógeno.

3.4. Mineral

La heterogeneidad y la naturaleza compleja de los cuerpos minerales hace difícil obtener muestras similares de diferentes minas y frecuentemente de dos lugares de la misma mina. Esto hace necesario tener extremo cuidado en la selección de las muestras para la investigación fundamental.

Para las pruebas de flotación se requiere el material en un rango de tamaño de 10 a 200 mallas. La reducción de muestras de gran tamaño se realiza en quebradoras y/o molinos. Los minerales que pasan por molienda, pueden contaminarse con hierro en un molino de bolas, con aluminio en un molino de guijarros o con minerales que han sido quebrados anteriormente. La muestra, adicionalmente puede experimentar transformaciones físicas y químicas durante la molienda. Desde el punto de vista de investigación, estas posibles transformaciones y contaminaciones deben ser minimizadas. Por lo tanto, se sugiere que el paso de molienda sea evitado si están disponibles otras técnicas alternativas de reducción de tamaño. Para preparar el material entre 35 y 200 mallas se puede usar un molino de rodillos. Para una posterior reducción en tamaño, se recomienda el uso del mortero de ágata.

Cuando el producto este contaminado con partículas de hierro, estas se pueden remover pasandolas a través de un separador magnético de alta intensidad. Para óxidos como cuarzo, se recomienda una lixiviación ácida ($\text{pH} = 1.5$). En este caso, el tratamiento con ácido continuará hasta que no se observe coloración en la solución. Después de lixiviar, el mineral debe ser lavado repetidamente hasta que el pH alcance un valor constante.

los sulfuros. Se recomienda triturar y moler estas muestras en una atmósfera inerte para prevenir la oxidación de las superficies frescas. Por otro lado, debido a la porosidad natural de estos minerales las superficies interiores podrían haber sido oxidadas antes de las operaciones de reducción de tamaño. Se puede prevenir este fenómeno almacenando estos minerales en una atmósfera inerte, a temperatura por abajo de la ambiente.

3.5. Caracterización

La caracterización física, química y morfológica de las partículas es importante en la interpretación del comportamiento en los sistemas de procesamiento. Las características físicas comúnmente evaluadas incluyen la distribución de tamaño, la porosidad y el área superficial. El análisis de tamaño usando tamices es efectivo hasta 625 mallas (24 μ). Para minerales puros en el rango de tamaño fino, se pueden usar técnicas de sedimentación (basado en la ley de Stokes de asentamiento). Para finos heterogéneos (mezcla de minerales), el equipo Coulter da buenos resultados de 0.4 a 1000 μ m. El método BET de adsorción de ácido esteárico, de nitrógeno y el de permeabilidad son las técnicas más usadas para medir el área superficial de las partículas. La técnica de adsorción de ácido esteárico se limita a sólidos polares, esta información puede ser importante ya que se obtiene el área interfacial accesible a moléculas surfactantes.

El microscopio electrónico de barrido puede suministrar valiosa información sobre la morfología de las partículas que puede ser importante en determinar el comportamiento de estas en un buen número de operaciones de procesamiento de minerales.

composición química de la superficie es relevante. Una muestra con mineralogía heterogénea puede tener grandes variaciones en su composición superficial. Estudios recientes de muestras de hematita por técnicas Auger y Energía de Dispersión de Fluorescencia de Rayos X (EDXRF) [15] mostraron un 50% silica sobre la superficie, en contraposición a un contenido de 5%. Esta diferencia fue el factor usado para explicar el punto isoeléctrico más bajo de la muestra comparada con la hematita pura.

IV. TECNICAS EXPERIMENTALES BASICAS EN FLOTACION

proceso de flotación de minerales de una forma más acertada ha llevado al empleo de ciertas técnicas experimentales, las cuales son utilizadas para determinar la hidrofobicidad de los minerales, proporcionando información básica para el buen desempeño de la flotación.

4.1. Hidrofobicidad

La hidrofobicidad es la repulsión que tienen algunos materiales al agua. La flotación depende primordialmente de la hidrofobicidad de las partículas. Excepto por unos cuantos, los minerales son en general hidrófilos y por lo tanto se requiere añadir surfactantes al sistema los cuales son selectivamente adsorbidos en la superficie del mineral a ser flotado. La hidrofobicidad depende de las condiciones de la solución como el pH, la fuerza iónica y la temperatura. Algunas de las técnicas usadas para determinar la hidrofobicidad son: medición del ángulo de contacto, tiempo de inducción, burbuja retenida, y experimentos de microflotación.

La medición del ángulo de contacto se realiza sobre superficies pulidas mientras que las pruebas de burbuja retenida y los experimentos de microflotación se llevan a cabo con partículas en el mismo rango de tamaño que en flotación.

4.1.1. Angulo de contacto

Las técnicas para medir el ángulo de contacto incluye mediciones directas basadas en proyecciones o imágenes fotográficas; además de evaluaciones indirectas en las cuales el

asentadas.

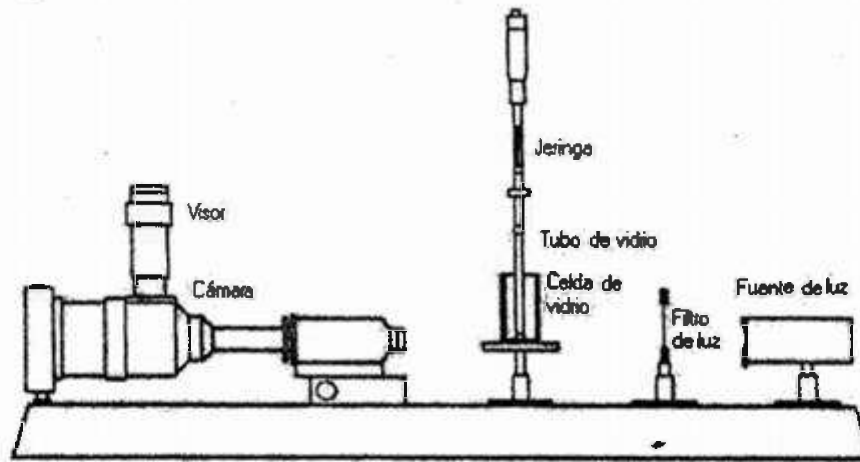


Figura 1. Diagrama esquemático para la determinación del ángulo de contacto. [1, 24]

Un diagrama esquemático modificado por Ottewill [1] es mostrada en la Figura 1. En esta técnica, la burbuja formada por la manipulación de una jeringa micrométrica es puesta en contacto con la superficie sólida, y el ángulo se mide en una fotografía. Para las mediciones del ángulo de contacto, las superficies deben estar pulidas y almacenadas en lugares libres de posibles contaminantes. Existe frecuentemente considerable histerismo en las mediciones debido a una superficie áspera, contaminación, efectos de adsorción en desequilibrio y heterogeneidad mineralógica. El pulir la superficie para medir el ángulo de contacto limita su importancia práctica, ya que el mineral nunca se usará en tales condiciones.

4.1.2. Tiempo de inducción

Es el período de tiempo entre el contacto de la burbuja con la partícula y su adhesión. Durante la unión burbuja-partícula, la película líquida que los separa tiende a

contribuye en el tiempo de inducción.

El tiempo de inducción se determina haciendo vibrar una burbuja retenida contra un lecho sumergido de partículas de mineral [23]. Se varía la frecuencia de vibración y el período de tiempo correspondiente a la frecuencia en que toma lugar la unión se toma como el período de inducción, este puede variar de una fracción de segundo a varios cientos de segundos.

4.1.3. Burbuja retenida

En esta técnica se forma una burbuja al final de un capilar aplicando presión a un bulbo de caucho, luego se pone en contacto con una suspensión de partículas activadas y se estima la cantidad de mineral colectado en la burbuja [12]. Se puede obtener una concentración estable de partículas en la superficie de la burbuja induciendo fuerzas de cizalla en el sistema con la ayuda de un agitador de paleta.

Es extremadamente importante estandarizar las condiciones, como el tamaño de la burbuja, el tiempo de contacto, la posición de la punta del capilar con respecto al agitador y al fondo del contenedor, y la intensidad de agitación, de manera que se pueda relacionar la información obtenida en estas pruebas.

4.1.4. Microflotación

Cada día se hacen más frecuentes las pruebas de microflotación con muestras de 0.5 a 5 g. Se han desarrollado algunas celdas, sobresaliendo el tubo hallimond modificado, el cual se muestra en la Figura 2. La parte inferior de la celda consiste de una caja de vidrio con un sinter adherido al fondo, con un tamaño de poro uniforme de no menos de 40 μm .

encima del doblez. Un agitador de barra magnética cubierta de teflón se coloca en el interior de la caja de vidrio para mantener las partículas en suspensión. El agitador magnético y la válvula que controla el flujo de gas se activan secuencialmente de tal modo que se obtenga una buena suspensión antes de iniciar el flujo de gas.

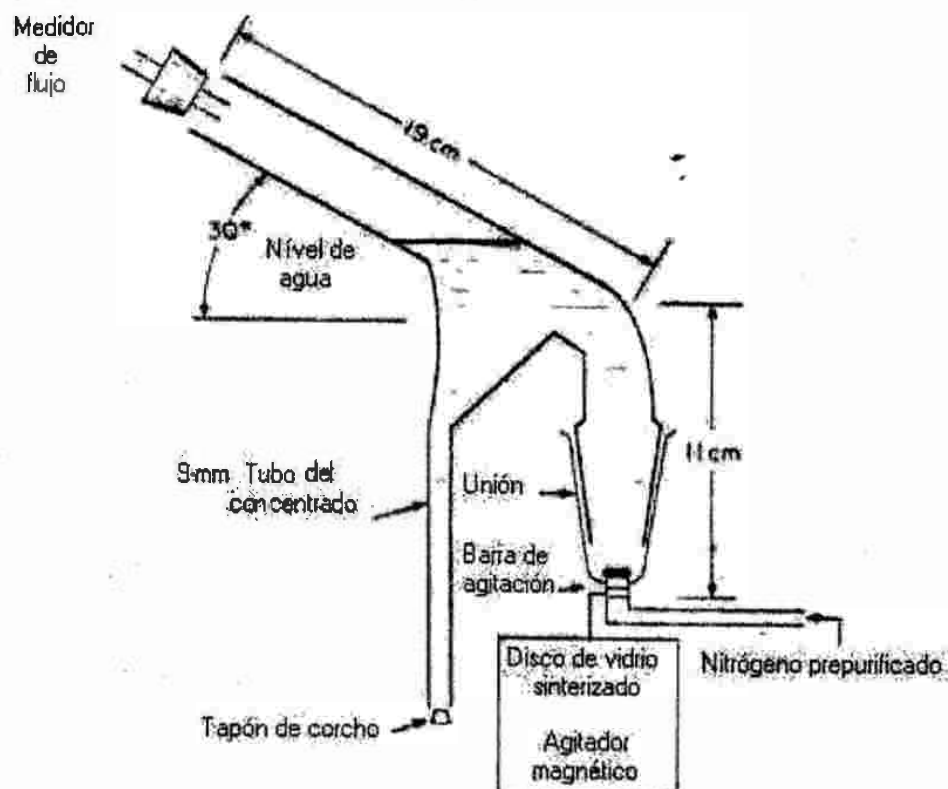


Figura 2. Tubo Hallimond modificado. [21, 24]

Normalmente, el acondicionamiento del mineral se realiza fuera del tubo Hallimond, con un agitador magnético o un agitador de vidrio por un determinado período de tiempo. Al término del acondicionamiento, se mide el pH de la pulpa y se transfiere al tubo hallimond con mínima turbulencia. Los espumantes generalmente no son usados en ésta técnica.

El producto flotado cae por el ramal vertical o permanece adherido a la parte superior de la celda de donde se recupera fácilmente.

Esta etapa puede ser usada para experimentos cuantitativos ya que las variables hidrodinámicas importantes como el flujo de gas, la intensidad de agitación, y el tiempo de flotación pueden ser controladas con precisión. La densidad de la pulpa es de 1%.

4.1.5. Celdas de laboratorio

Las condiciones químicas para la flotación se deben establecer con experimentos de microflotación. La etapa siguiente en el diseño de experimentos se realiza usando de 200 a 1000g de material en celdas de laboratorio. Algunos de los equipos que se encuentran disponibles para este tipo de pruebas son las celdas Denver, Wemco, Fagergren, Agitair, Weday, etc. Estas son replicas de máquinas comerciales y por lo tanto pueden ser usadas como prueba de viabilidad del proceso. Las condiciones hidrodinámicas en estas celdas son más cercanas a las máquinas comerciales que las celdas de microflotación. Además el uso de grandes cantidades de muestras reducen los problemas debido a errores de muestreo.

Las condiciones experimentales en una celda Denver son: relación sólido/líquido de 20 a 30%; velocidad del impulsor para el acondicionamiento de 1600 a 1800 rpm; para flotación de 1400 a 1600 rpm, y para limpieza de 1200 a 1400 rpm; el flujo de aire es natural o puede ser inyectado.

El mineral se acondiciona con el reactivo colector por un período de tiempo predeterminado. Otros reactivos como los modificadores de pH, depresores, etc., se pueden adicionar durante el acondicionamiento. El orden y la cantidad adicionada, etc., dependerá de la pulpa programada y deberá ser anotado. Hacia el final del acondicionamiento, se

flotación varía y puede llegar a un máximo de 15 minutos. El producto flotado y las colas son analizadas para evaluar el grado y la recuperación.

En las pruebas de flotación para el diseño de procesos, es preferible usar agua de suministro. Para la optimización de las condiciones de flotación, los experimentos se deben realizar en base a diseños estadísticos y la importancia de las variables debe ser evaluada de conformidad.

4.2. Adsorción

La flotación depende directamente de la naturaleza y propiedades de la interface mineral-agua. Dos factores son importantes: (1) la interacción de las moléculas de agua con la superficie del mineral, tanto en ambiente líquido como gaseoso, y (2) la doble capa eléctrica en la interfase sólido-líquido.

Es importante investigar las características de adsorción de los colectores o modificadores, tanto en el mineral a ser flotado como en la ganga. Un procedimiento para medir la adsorción es el siguiente: Cierta cantidad de mineral (de área superficial conocida) se pone en equilibrio con agua tridestilada (o en solución de electrolito indiferente). Cuando la conductividad y el pH de la solución alcanza valores constantes (dependiendo del sistema, el criterio puede ser diferente), se puede considerar que se ha alcanzado el equilibrio. En este momento se adiciona el volumen deseado de surfactante de concentración conocida al sistema y se acondiciona con el mineral por un período de tiempo establecido. Debe puntualizarse que el tiempo de equilibrio para un sistema colector-mineral puede variar considerablemente dependiendo de las condiciones de la solución, como el pH, y por lo

rango pertinente. La Figura 3 muestra el equipo usado en las pruebas de adsorción.

Para casos donde el pH es un parámetro crítico, este se debe mantener constante. Después del equilibrio, el sólido se separa de la solución por centrifugación a temperatura constante, y se analiza la concentración del surfactante en la solución por titulación o espectrofotometría. El cambio de concentración durante el acondicionamiento se atribuye a la adsorción en la interfase sólido/líquido, y, conociendo el área superficial de la muestra, se calcula la densidad de adsorción. Si ΔC es el cambio de la concentración del surfactante, V el volumen original de la solución, A el área superficial específica del mineral (m^2/g), y S

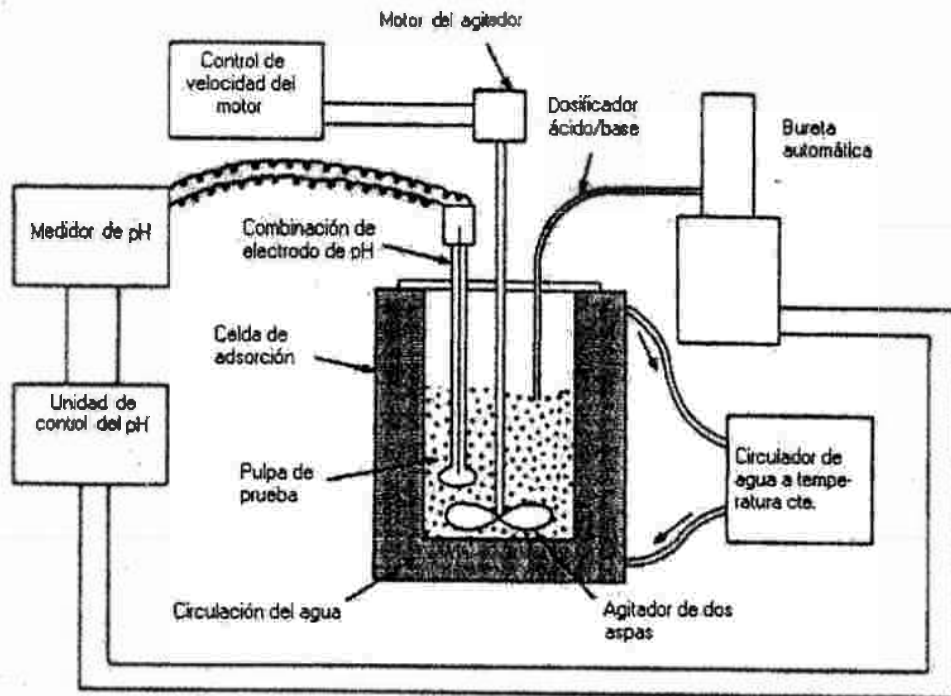


Figura 3. Diagrama esquemático de un equipo usado en las pruebas de adsorción. [24]

la cantidad de sólido en gramos, entonces $\Delta C.V/(A.S)$ representa la densidad de adsorción. Se debe de tomar en cuenta que en estos cálculos, el volumen de solución adsorbida por el sólido es despreciable, y si este es apreciable, se deben realizar correcciones al valor de V .

condiciones de saturación será un indicativo de este efecto, aunque también puede resultar de otros efectos fisicoquímicos como interacciones de doble capa, particularmente a altas densidades de pulpa.

Algunos posibles problemas que se pueden encontrar durante estos son los siguientes.

- 1) Posible adsorción de surfactantes en las paredes del contenedor.
- 2) Si la separación sólido/líquido se realiza por filtración, existirá pérdida de surfactantes debido a la adsorción en el papel filtro o liberación de especies solubles como el calcio del papel.
- 3) Cambios de temperatura durante la separación sólido/líquido, si se usa centrifugación.
- 4) Precipitación de surfactante.
- 5) Precipitación durante el análisis de una especie particular por otra especie en solución (por ejemplo, los iones Ca^{++} afectan el análisis de fósforo en solución por adsorción atómica. Problemas similares pueden surgir cuando son usados electrodos de ión específico).

4.3. Estudios electrocinéticos

La adsorción del surfactante sobre la superficie del mineral se puede deber a un gran número de fuerzas interactivas entre ambos. La medición del potencial zeta de la partícula a diferentes condiciones puede ser útil para especificar la relación de las contribuciones electrostáticas durante la adsorción. Dos de las técnicas más usadas para medir el potencial zeta son las siguientes.

7.3.1. MOVILIDAD ELECTROFORÉTICA

Cuando una partícula cargada se mueve en un campo eléctrico, la dirección del movimiento indica el signo y la velocidad indica la magnitud de la carga. Este principio se usa para medir el potencial zeta de la partícula. La movilidad electroforética de la partícula se relaciona con el potencial zeta por la ecuación:

$$V = \zeta \epsilon x / 4\pi \quad (1)$$

donde V es la velocidad de la partícula, x es el campo aplicado en V/cm , ζ es el potencial zeta, y ϵ es la constante dieléctrica.

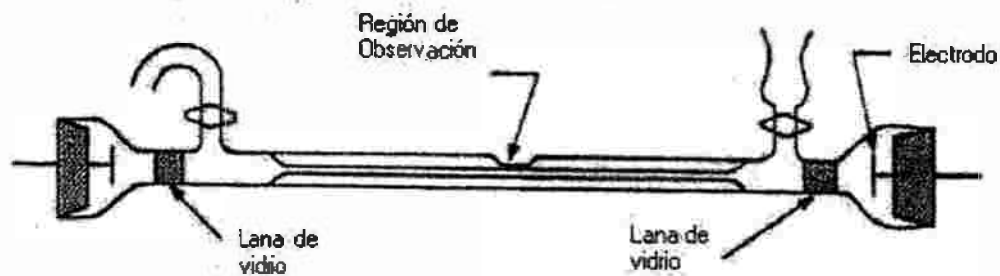


Figura 4. Diagrama esquemático de una celda de electroforesis. [24]

En la celda de electroforesis se vierte una solución que contiene 0.1% de sólidos con un tamaño de partícula de 0.5 a 5μ (ver Fig. 4) y luego se le aplica voltaje a través de los electrodos. La velocidad de las partículas se determina observando el movimiento de las mismas en un microscopio. La velocidad promedio de 15 a 20 partículas se usa para calcular el potencial zeta de la muestra.

Ya que en el microscopio solo se observan partículas individuales, esta técnica da una idea de la distribución de cargas. Esto es útil dado que en una mezcla de minerales pueden estar presentes partículas cargadas positiva y negativamente. Se debe evitar un alto

excesivo de la muestra y provocar errores de lectura. Un alto voltaje también puede conducir a la electrólisis del agua.

La técnica de movilidad electroforética se usa para partículas finas. Por otra parte, la flotación se realiza frecuentemente con partículas relativamente gruesas. Por lo tanto, puede ser necesario medir la carga superficial de partículas de tamaño similar para correlacionarlas con la flotación. En sistemas heterogéneos, la carga puede depender del tamaño de la partícula a causa de la distribución interpartícula y a problemas de liberación. También en muchas ocasiones, en la reducción de tamaño puede haber contaminación. Por lo tanto, la medición del potencial zeta en partículas grandes es útil. Esta se realiza empleando la técnica de potencial de flujo.

4.3.2. Potencial de flujo

En ésta técnica, la solución se hace pasar a través de un tapón de partículas de mineral, y al potencial desarrollado se le conoce como potencial de flujo. Este está relacionado al potencial zeta por la ecuación

$$\zeta = 4\pi\eta(E/P)(E/P)(1/\epsilon)\lambda = C/R \quad (2)$$

donde ζ es el potencial zeta, η es la viscosidad en poise, P es la diferencia de presión a través del lecho en dinas/cm², E es el potencial de flujo en el sistema de unidades electrostáticas, ϵ es la constante dieléctrica, λ es la conductividad específica en el sistema de unidades electrostáticas, C es la constante de la celda, y R es la resistencia.

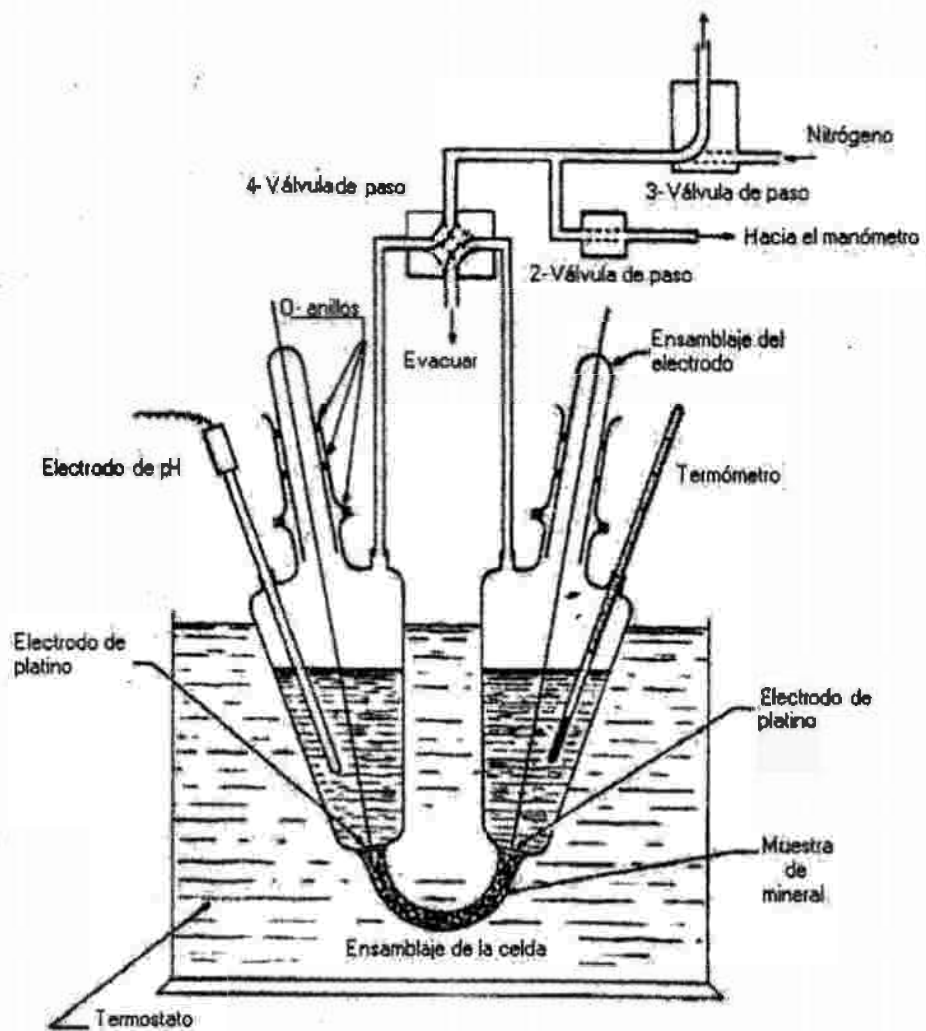


Figura 5. Diagrama esquemático de una celda de potencial de flujo. [8, 24]

Para medir el potencial de flujo muchos investigadores usan una celda similar en principio a la descrita por Fuerstenau [8] con electrodos de platino o de plata/cloruro de plata, como la que se observa en la Figura 5.

La carga superficial puede causar agregación de partículas en mezcla de minerales si éstas son de carga opuesta, y en sistemas de mineral homogéneos si la carga superficial es relativamente baja (<20 mV). Por otra parte, minerales con la misma carga se dispersan ya que las partículas se repelen mutuamente. Este fenómeno es importante para un gran número de procesos como flotación, floculación, floculación selectiva, drenado y filtración.

Se puede obtener información útil sobre las propiedades de dispersión y floculación de las suspensiones midiendo la velocidad de asentamiento o el cambio en la turbiedad de la suspensión.

4.5. Tensión superficial

La flotación involucra 3 interfases: sólido/líquido, líquido/gas, y sólido/gas. Las propiedades de la interfase líquido/gas pueden ser tan importantes como la interfase sólido/líquido para determinar la flotabilidad de los minerales. El equilibrio de adsorción del surfactante en la interfase líquido/gas se puede determinar indirectamente midiendo la tensión superficial de la solución con surfactante. Pero en una celda de flotación, la vida de las burbujas de aire puede ser muy corta y no alcanzan el equilibrio con la solución. Por consiguiente, además del equilibrio de adsorción, es importante estudiar la cinética de adsorción en la interfase líquido/gas.

Existen algunas técnicas para medir la tensión superficial de soluciones surfactantes. La técnica propuesta por Wilhelmy [15] se puede usar para medir la tensión superficial tanto dinámica como en equilibrio.

En esta técnica se mide la tracción en el sensor cuando este se pone en contacto con la solución (Figuras 6 y 7) y es igual a la fuerza de la tensión superficial que actúa sobre el

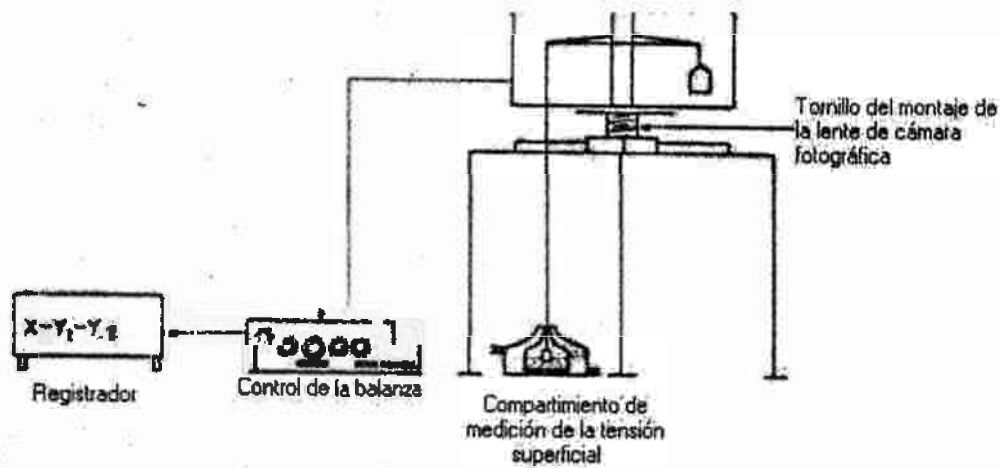


Figura 6. Arreglo para la medición de la tensión superficial. [15, 24]

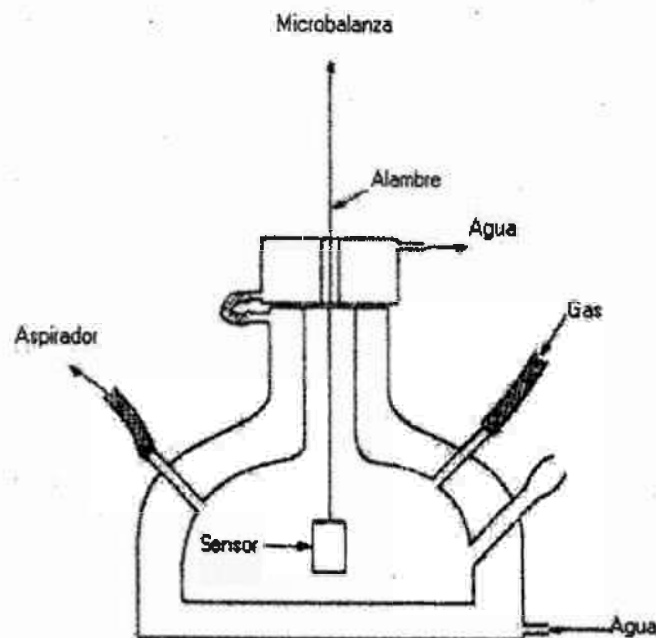


Figura 7. Compartimiento para la medición de la tensión superficial. [15, 24]

plato. Esto se realiza con precisión usando una microbalanza. Normalmente se usa como sensor una hoja de platino, otros materiales que se utilizan son vidrio, teflón, o papel, dependiendo de la disponibilidad y el sistema de prueba.

La balanza es montada sobre una cámara móvil, para poder subir o bajar el sensor.

de calentamiento (para mantener la temperatura constante) como se muestra en la figura 7. Para medir la tensión superficial dinámica se remueve una delgada capa de solución succionando uniformemente por 30 segundos. Se registra la tensión superficial desde el inicio hasta el final de la succión, obteniendose directamente la gráfica de tensión superficial contra tiempo.

La tensión superficial es sumamente sensible a impúrezas, por lo que se debe tener cuidado. Una buena humectación de los sensores es esencial para eliminar efectos de ángulo de contacto sobre la medición de los valores de la tensión superficial. Se recomienda limpiar el sensor de platino en ácido nítrico concentrado además de regularmente eliminar los contaminantes orgánicos con la flama de un mechero.

V. TECNICA EXPERIMENTAL CONVENCIONAL EN FLOTACION

proceso de flotación para el tratamiento de menas específicas. Sin embargo, la mayor parte de los principios y técnicas discutidas son igualmente aplicables a otras formas de investigación aplicada, como mejora de procesos en plantas existentes y en el desarrollo de nuevos reactivos.

Como cualquier otro proceso físico o químico, la flotación de un mineral se investiga por métodos experimentales sistemáticos, los experimentos se basan en la comprensión de las leyes naturales que gobiernan el proceso y sobre buenos procedimientos experimentales.

5.1. Planeación de experimentos

Algunos elementos contribuyen a una buena planeación. El conocimiento de las características de la mena, de las relaciones de separación, una comprensión de los aspectos científicos y consideraciones económicas, son factores importantes en la selección de los reactivos y condiciones que se deben estudiar. Una comprensión de la metodología experimental, así como el de conducir el trabajo de laboratorio eficientemente, es un requisito básico. La evaluación de los resultados se considera en la fase de planeación. Muchos programas experimentales constan de una serie de secuencias de planeación, experimentación y evaluación.

5.1.1. Selección de las condiciones de estudio

Muchos factores que afectan la flotación están más allá del control del investigador, estos incluyen las características de la mena, como la disseminación, el grado de oxidación y la presencia de constituyentes solubles. La calidad y cantidad de agua también están en esta

recirculación.

Las variables que regularmente se controlan incluyen: en molienda; la reducción de tamaño, la densidad de pulpa, el tipo de medio de molienda y los reactivos químicos; en acondicionamiento están los reactivos colectores y depresores, el pH, el tiempo de contacto, la intensidad de agitación y la temperatura; y, en flotación se encuentran el tipo de celda, los reactivos colectores, espumantes, depresores, el pH, la velocidad de agitación, preaeración y el tiempo. Otras variables que se pueden incluir sería el deslamado, un pretratamiento por calcinación, pruebas continuas, cargas circulantes de molienda y flotación, y recirculación de agua.

Una exploración completa de todas las variables involucradas en un problema dado nunca es factible. Las variables seleccionadas para un estudio, dependera del problema, así como de los resultados obtenidos en trabajos previamente desarrollados. En la mayoría de los casos, la mayor parte del trabajo experimental gira alrededor de los reactivos químicos, principalmente los colectores, reguladores de pH y depresores.

Están disponibles varias tablas de reactivos de flotación y sus posibles aplicaciones. Además, los folletos emitidos por proveedores de reactivos también son útiles, sin embargo, en algunos casos no divulgan la composición química de estos reactivos y no es conveniente el uso de estos en el laboratorio de trabajo. Toda la información obtenida de estas fuentes deben ser usadas como un complemento, más que un sustituto para el entendimiento de los principios de flotación.

Habiendo seleccionado una combinación de variables y el rango de estudio inicial, el investigador se enfrenta con el problema de cómo organizar el trabajo experimental. Por ejemplo, ¿Se debe usar teoría de diseño estadístico o el acercamiento de “una-variable-a-la-vez”? ¿Debe usar un tubo de prueba a pequeña escala o flotación por lotes? ¿Debe considerar el uso de una mezcla de mineral artificial para pruebas preliminares en lugar de la mena real?

5.1.2.1. Acercamiento tradicional contra estadístico

Los experimentos deben ser planeados y evaluados en tal manera que se pueda tomar una conclusión tentativa de cada experimento o grupo de experimentos. La principal meta es determinar el efecto de cada variable mientras se mantienen las otras constantes. Realizando algunas pruebas a las mismas condiciones se determina el efecto aproximado del error experimental en los resultados. Si el efecto observado al cambiar una variable es suficientemente mayor que el error experimental, se intuye tentativamente que el efecto se debe al cambio en la variable controlada. Esta conclusión está sujeta a pruebas de confirmación.

La disponibilidad de computadoras ha incrementado el uso del diseño factorial y el análisis estadístico en experimentos de flotación. Sin embargo, muchos investigadores prefieren utilizar el método convencional de aproximación, usando una variable a la vez.

El acercamiento estadístico ha demostrado ser efectivo, particularmente cuando se van a investigar un gran número de variables dependientes e independientes, cuando el costo de experimentación es alto, y/o la muestra disponible es limitada.

muchos investigadores en métodos estadísticos. El ingeniero responsable de planear el trabajo experimental debe comprender los principios del diseño estadístico y su evaluación, o debe trabajar estrechamente con un versado en ese campo. Entonces estará en posición de decidir si la aplicación de esta técnica es conveniente en una situación dada y además ser capaz de interpretar los resultados si se emplea esta técnica.

Aún si el investigador no sigue rigurosamente el procedimiento estadístico, el conocimiento y comprensión de sus principios ayudará a mejorar sus métodos experimentales. Por ejemplo, adoptará automáticamente el hábito de correr experimentos en forma aleatoria y además revisará cuidadosamente las conclusiones para corroborar que los efectos aparentes en el cambio en la variable no se deban simplemente al error experimental.

Del mismo modo, un investigador que emplee el análisis estadístico no puede asumir que esta técnica lo releva de la necesidad de llevar a cabo los experimentos en la manera más cuidadosa, de duplicar corridas en cualquier serie de pruebas para determinar el error experimental y asegurarse que su técnica no ha variado apreciablemente en toda la serie.

En el acercamiento estadístico, se deben evitar ciertas trampas. No se debe considerar como algo útil o inútil por una simple serie de pruebas. Intentar hacer esto, equivale a comprobar la teoría de probabilidad por unos cuantos tiros de un par de dados. Además, un conocimiento superficial del tema puede ser peligroso; seguir paso a paso los procedimientos a ciegas, sin una comprensión de los principios involucrados, es peor que confiar completamente en el sentido común e intuición.

variables que no están sujetas a estudio deban mantenerse constantes. El descuido de este principio, podría llevar solo al caos. Por ejemplo, si no se estudia el efecto de la variación en la cabeza de un mineral, en un grupo particular de experimentos, el investigador debe proporcionar una muestra uniforme de cabeza. En la práctica, la alimentación a un molino varía, pero esta variable se sobrepone deliberadamente en todo el trabajo experimental de laboratorio decretándose arbitrariamente que ninguna variable es de importancia a menos que su efecto sea tan grande que no sea ocultada por el efecto de variación en la mena.

5.1.2.2. Técnicas alternativas

Para los estudios de laboratorio, el investigador tiene la opción de usar pruebas convencionales o una de las varias técnicas alternativas que han sido propuestas.

Algunas de estas técnicas incluyen la medición del ángulo de contacto, pruebas de burbuja retenida, el tubo hallimond y pequeñas celdas de flotación de 50 g. Se han reportado algunas ventajas por estas técnicas y mecanismos similares, la más común es que los resultados se pueden obtener rápidamente. Sin embargo, en estudios aplicados a flotación, se cuestiona si estos ahorran tiempo en relación con pruebas convencionales organizadas eficientemente.

Una desventaja en el uso de estos métodos es la falta de correlación de los resultados con el equipo comercial. Algunas de estas técnicas son muy útiles en estudios básicos de flotación y tienen ciertas aplicaciones en investigación aplicada. Actualmente, no sustituyen satisfactoriamente las pruebas convencionales.

El uso de minerales relativamente puros y mezclas de tales minerales, en lugar de menas naturales, es frecuente en investigación básica. Esta práctica se emplea comunmente para el desarrollo de procedimientos de separación de dos minerales con propiedades similares de flotación y sin antecedentes de separación exitosa. El uso de menas sintéticas no solo aisla los problemas para su fácil estudio, sino que también simplifica el análisis de los resultados.

5.1.2.4. Simplicidad

Una regla general en el desarrollo de las pruebas de flotación es la simplicidad; un proceso desordenado con pasos o reactivos incesarios es difícil de investigar y analizar. Una tendencia natural es insertar nuevos reactivos o etapas y que con un cambio en él, se obtenga realmente una mejora, esta es la manera más simple para alcanzar resultados. En el desarrollo de un proceso, cada nueva mejora debe ser cuestionada: ¿Es realmente una mejora? ¿No hay un camino más simple para llegar al mismo resultado? El proceso final, debe ser el más económico, no necesariamente el más simple.

5.1.2.5. Observación

A pesar del esfuerzo por atacar problemas de flotación sobre una base sistemática, algunos adelantos importantes vienen de observaciones inesperadas. Por ejemplo, en un estudio, fue difícil obtener el mismo resultado en dos laboratorios diferentes. Esto se debió a una diferencia en la concentración de cierto ión en el agua usada por los dos laboratorios. Se encontró que con el incremento de la concentración de este ión aumenta la selectividad. El investigador debe estar siempre atento del significado de observaciones anómalas.

En varios libros de texto y otras publicaciones [4, 25] se han descrito procedimientos de laboratorio para pruebas de flotación. Los detalles pueden variar mucho dependiendo del problema y los medios disponibles.

5.2.1. Contaminación

En una planta comercial de flotación, una pequeña cantidad de grasa o aceite, afecta temporalmente el circuito. En experimentos de laboratorio a una escala que puede ser 100,000 veces más pequeña que la comercial, es esencial evitar cantidades traza de contaminantes.

La contaminación puede provenir de aceite o grasa del equipo usado en la reducción de tamaño o de reactivos remanentes en el equipo de trabajos previos. Se ha encontrado que el polvo y el gas en la atmósfera del laboratorio puede afectar igualmente los resultados.

5.2.2. Archivo

El estandarizar las hojas de registro sirve para ahorrar tiempo y recordar que datos experimentales se deben registrar. Si se usan formas estandar o se guarda la información en un libro de registro, se deben incluir todos los datos y observaciones pertinentes.

Después de las pruebas de flotación a muchos ingenieros les gusta hacerse un juicio inmediato de sus experimentos en base al acarreo en las colas o el concentrado, y examinando estos en un microscopio. Estas observaciones pueden ser una valiosa guía en experimentos subsecuentes, pero no evita la necesidad de archivar el trabajo.

El realizar una adecuada preparación del mineral nos evita problemas en el proceso, como la contaminación, oxidación, exceso de finos y pérdida de estos.

5.3.1. Quebrado

En el quebrado de la mena se debe evitar la contaminación accidental con grasa o aceite, o por otros materiales previamente quebrados en el equipo. Las pérdidas de polvo deben ser minimizadas, particularmente si tiene un alto contenido de valores.

Para trabajos de laboratorio, la mena es normalmente fragmentada en quebradoras de quijada o de cono pequeñas ($1/4$) y el producto se pasa por una criba vibratoria de 10 a 20 mallas en circuito cerrado con una quebradora de rodillos. Se debe evitar el uso del pulverizador de discos debido a su tendencia de producir muchos finos.

5.3.2. Almacenamiento

La forma de almacenar la mena puede tener un marcado efecto en los resultados de las pruebas de flotación debido a oxidación, particularmente si la mena contiene sulfuros. Por esta razón, se recomienda evaluar estas menas lo más pronto posible después de obtener la muestra. Sin embargo, normalmente es inevitable un retraso, y en estos casos se adoptan medidas adecuadas para minimizar este tipo de problemas. Las muestras de menas sulfurosas se envían al laboratorio en tambores sellados, preferiblemente en estado grueso o en bolsas de polietileno. No es raro evacuar los tambores de acero o llenarlos con nitrógeno antes de empaquetar la muestra de mineral. Todos estos métodos son útiles, pero no evitan que algo de la mena se oxide durante el manejo de la muestra. Ya que no se pueden realizar todas las pruebas a la vez la mena se volverá más oxidada con el tiempo.

conveniente es triturar la mena y preparar varias muestras para el estudio, siguiendo los mismos procedimientos en cada ocasión. Se deben correr pruebas comparativas para verificar los posibles efectos del tiempo de acondicionamiento y de diferencias en la molienda entre los lotes. Una alternativa, y probablemente la mejor solución es preparar suficientes muestras para el programa completo y almacenarla en una atmósfera inerte. El almacenamiento de las muestras en un congelador reduce pero no elimina los efectos del tiempo de acondicionamiento.

5.3.3. Muestreo

Es importante que cada muestra sea representativa del depósito, o de una parte de él, de manera que se puedan comparar los resultados de cada grupo de pruebas con confianza. Esto significa que se debe llevar a cabo un muestreo cuidadoso, iniciando en la mina.

De mayor importancia es la reducción de una muestra grande de mineral a una pequeña, suficiente para un lote de flotación.

El mejor método de muestreo del material grueso es por montones y cuarteo, o por selección alternada con una pala, alrededor del montón. Para material entre $\frac{1}{2}$ pulgada y 20 mallas, se recomienda el muestreador Jones.

Para preparar muestras representativas de igual peso, es conveniente hacer pasar la muestra completa por el muestreador y ajustar cada una de ellas a el peso deseado por adición o eliminación.

Las muestras a veces contienen humedad apreciable y es prudente secarlas con aire antes de prepararlas para las pruebas de flotación y análisis. La muestra debe ser extendida en una hoja de plástico a una profundidad de no más de unas pulgadas y permitir el secado

frescas y apresurar el secado. Se debe evitar secar las muestras en hornos, aun a bajas temperaturas.

5.3.4. Molienda

Muchos laboratorios de flotación trabajan con muestras de 500, 1000, o 2000 g. Regularmente usan un molino cilindrico con dimensiones interiores de 8x8 pulgadas. Estos molinos pueden llevar una carga de 10,000 g de bolas de acero de 5/8 a 1¼ pulgadas de diámetro. La densidad de la pulpa es de 50 a 67 % de sólidos. Si la contaminación por hierro es un problema, se pueden usar molinos de guijarros ó cerámicos pero la velocidad de molienda disminuye y la distribución de tamaño del material pulverizado probablemente sea diferente al obtenido en un molino de acero.

Los molinos pequeños son deficientes en moler partículas gruesas, el tamaño máximo de partícula no debe exceder de 10 mallas. En muchos casos, especialmente si se usan pequeñas bolas de acero o de cerámica, es preferible muestras a -20 mallas.

La molienda en el laboratorio, particularmente en molinos de bolas, produce una distribución de tamaño muy amplia, diferente a la obtenida en un molino en circuito cerrado. Para minimizar esta diferencia, se usan a menudo molinos de barras. Ya que la distribución de tamaño obtenida en estos se aproxima a la que se obtiene en un molino de bolas en circuito cerrado.

Sin embargo, esta práctica no compensa otras diferencias entre la molienda por lotes y en circuito cerrado. En la molienda en circuito cerrado con un clasificador, los minerales de alta gravedad específica son pulverizados más finos que los minerales restantes. El

este problema e incrementa la utilidad de las pruebas de flotación por lotes.

Muchas plantas de concentración usan alguna forma de molienda autógena primaria, la cual puede producir características de distribución de tamaño y de liberación diferentes de las obtenidas en el laboratorio o en plantas con molienda convencional. La molienda autógena primaria no se puede reproducir satisfactoriamente en el laboratorio, y las pruebas comparativas de flotación se deben realizar con muestras pulverizadas en molinos convencionales y con mineral pulverizado en una planta piloto o en la planta autógena. Cuando se emplean molinos de laboratorio las condiciones se deben ajustar para proporcionar una distribución de tamaño cercano a la obtenido en un molino autógeno.

En muchos procedimientos de flotación, se observan mejoras en los resultados si se adiciona una pequeña cantidad de reactivo colector en el molino antes de iniciar la molienda. Esto es válido si se van a flotar minerales semi-oxidados, con un colector insoluble del tipo aceite, o si se requieren grandes cantidades de ácidos grasos, (1.0 lb/ton). Si se van a agregar reactivos en el molino de laboratorio, es mejor purgarlo con una carga de sílica y descargar y enjuagar antes de empezar otra prueba. Este procedimiento se recomienda al comienzo de cada prueba y entre pruebas si hay evidencia de oxidación del molino y la carga de molienda.

Se pueden tener algunas ventajas al realizar experimentos de flotación relativamente pequeños usando muestras de 100 o 200 g. Algunos investigadores efectúan pruebas preliminares donde la muestra de molienda se divide en partes iguales, se acondicionan y flotan a diferentes condiciones.

El grado de molienda es una de las primeras variables que deben ser exploradas. De los datos de liberación contra tamaño de partícula, se puede hacer una estimación del grado

las condiciones por prueba y error hasta que se obtenga la molienda deseada.

Debe de tenerse en cuenta la interrelación que existe entre el grado de molienda, la concentración de colectores, activadores y depresantes, el tiempo de flotación, y otras posibles variables. Una vez establecida la molienda óptima, las condiciones deben mantenerse rígidamente y controlar todas las variables involuntarias, para que la molienda no sea una fuente de error experimental.

Los molinos de laboratorio y el medio de molienda debe ser de acero dulce o una aleación baja de acero. El uso de molinos y cargas de molienda de acero inoxidable deben ser evitadas cuando la intención sea usar equipo similar al de la planta. En todas las operaciones de molienda comercial se incorporan iones ferroso o férricos a través de la acción química de la pulpa con el medio de molienda y/o las lanas del molino. Estos iones pueden tener un efecto significantivo en la respuesta de flotación, particularmente en la selectividad de menas de hierro y sulfuro de zinc.

Los molinos de laboratorio se sellan para prevenir pérdidas de pulpa por salpicaduras. El tiempo para obtener el tamaño de molienda en el laboratorio no debe ser menor a los 5 minutos ni mayor de 30 minutos. Con menos de 5 minutos existe la posibilidad de que queden partículas muy grandes y con más de 30 minutos se producen muchas lamas.

5.3.5. Atrición

La abrasión es útil en arena de vidrio, menas de hierro, roca fosfórica, potasio y otras menas donde las lamas pueden ser un problema. Después de la abrasión, las lamas son removidas por clasificación.

concentraciones del ión hidroxilo, cuando estos reactivos son tolerados en la siguientes etapas de flotación.

A veces es útil restregar la mena antes de flotarla, ya sea después de la molienda o en lugar de la molienda. Esto se puede realizar en un atricionador de laboratorio comercial, por agitación en una celda de flotación con alta densidad de pulpa, (70% sólidos), o usando un molino de abrasión rotatorio. En vez de un atricionador rotatorio, se puede utilizar un molino de bolas de laboratorio, a baja velocidad (10 rpm), cargado con metal perforado u otro material que restregue o limpie la superficie de la mena.

5.4. Pruebas de flotación

Las pruebas de flotación por lote es generalmente el primer paso en una investigación que puede incluir, pruebas a nivel laboratorio, en planta piloto y a escala industrial. Las condiciones empleadas en las pruebas por lotes deben ser escalables con facilidad a operaciones de planta.

5.4.1. Celdas de flotación

Se han usado muchos diferentes tipos de celdas de flotación de laboratorio, pero actualmente solo tres o cuatro tipos son los más usadas. Todas son agitadas mecánicamente con impulsores de velocidad variable. Algunos tipos son de sub-aeración con capacidad limitada para controlar el flujo de aire en la zona de agitación y otros requieren una fuente externa de aire de baja presión para generar la espuma. Algunas celdas de laboratorio comerciales son de vidrio o de acero inoxidable, para 500, 1000 ó 2000 g de muestra; los

sólidos.

Cuando los valores del pH se encuentran por arriba de 7, se utilizan celdas de moldura de hierro o acero. Las celdas de vidrio, y las de acero inoxidable, son buenas para todo propósito aunque algunas veces pueden causar problema. Por ejemplo a condiciones muy ácidas se corroe el acero inoxidable introduciendo iones de níquel o cobalto en la pulpa. El vidrio reacciona con el ácido fosfórico o fluorhídrico que pueden estar presentes en algunas pulpas.

En muchos casos las máquinas de laboratorio tienen impulsores intercambiables a fin de que la geometría de la celda se mantenga razonablemente semejante a los diferentes tipos de celdas industriales. Generalmente, la velocidad del rotor es alta para minimizar el asentamiento de la pulpa.

5.4.2. Agitación

Para permitir un contacto efectivo de la partícula con la burbuja, la agitación en la celda debe ser lo bastante intensa para garantizar que todas las partículas esten en suspensión. Las celdas de flotación de laboratorio usualmente tienen agitación adecuada para muchas pulpas, pero con moliendas gruesas algunas de las partículas grandes o de alta densidad pueden asentarse. Una celda con cuerpo de vidrio o plástico transparente permite la detección visual, en celdas de metal el asentamiento puede ser detectado por sondeo con una barra.

El término "acondicionamiento" se aplica al período de agitación de la pulpa con los reactivos, antes de inyectar el aire. Es necesario para aproximarse a condiciones de equilibrio entre los reactivos y la superficie del mineral. El tiempo de acondicionamiento puede variar de 1 minuto a 30 minutos.

5.4.4. Control de la espuma

El control de la espuma en el laboratorio es básicamente el mismo que en una planta comercial. Este se realiza añadiendo pequeñas cantidades de agente espumante. Es importante reconocer que la adición de unos gramos por tonelada de espumante, pueden tener efectos útiles y notables.

En forma general, el volumen y las características de la espuma tienen un efecto significativo, una espuma fuerte y voluminosa permite una alta recuperación pero a expensas del grado del concentrado. Con poca espuma se obtiene un alto grado en el concentrado a expensas de la recuperación.

La velocidad de remoción de la espuma es importante. Algunos investigadores prefieren abrir la válvula de aire totalmente y raspar la espuma continuamente por el período completo de flotación. Esto da por resultado la más alta recuperación posible pero a expensas del grado. Muchas partículas gruesas y medianas que se levantan en la flotación primaria, son eliminadas en una limpia de concentrado.

Se usa una paleta lo bastante ancha para colocarla justo entre la flecha del impulsor y la pared de la celda. La paleta se marca para normalizar la profundidad.

Con el impulsor apagado, se fija el nivel de la pulpa para mantener el volumen constante. El impulsor se enciende, se añaden los reactivos y se acondiciona por el período

con un rotámetro.

A veces se observan espumas excesivamente voluminosas, particularmente en la flotación de menas no metálicas cuando se utilizan aminas. Estas espumas no son deseables, sin embargo las pruebas donde se encuentre este tipo de espuma no se eliminan si se obtiene una buena separación.

5.4.5. Remolienda

Para obtener una óptima recuperación y grado en el concentrado, normalmente se requiere una completa liberación de los valores de la ganga. Esto se realiza moliendo la mena a un tamaño en el cuál se obtenga dicha liberación, solo que esto puede resultar en una sobre molienda de los constituyentes valiosos y en una disminución en la recuperación. Al concentrado obtenido en flotación primaria se le da una remolienda para aumentar la ley del concentrado y aquí es donde se puede disminuir la de recuperación.

En el laboratorio, se debe usar un molino por separado para propósitos de remolienda. La carga de molienda normalmente es de bolas de acero de diámetro pequeño con un tamaño máximo de $\frac{3}{4}$ de pulgada.

5.4.6. Densidad de la pulpa

Muchas plantas comerciales trabajan con densidades de pulpa entre 25 y 45% de sólidos, pero puede ser tan alta como 55% y tan bajo como 8%.

Durante una prueba de flotación, la densidad de la pulpa varía continuamente, conforme los sólidos se remueven con la espuma y se añade agua para mantener el nivel de

reactivos, y el carácter de la espuma.

Las etapas de limpieza se realizan en pulpas con bajos porcentajes de sólidos; si la pureza del producto es importante, la densidad de la pulpa se debe mantener baja.

5.4.7. Agua

La calidad del agua que se usará en la planta pueden tener un importante efecto en los resultados de flotación.

Cuándo se haya establecido la fuente de agua para una nueva planta, se deben de tomar muestras para determinar su composición. Las muestras deben ser tomadas en intervalos durante todo el año para conocer posibles variaciones temporales. En áreas de vegetación boscosa, el análisis también debe incluir materiales de origen orgánico.

Si no se puede usar agua de la planta en las pruebas experimentales, el investigador tiene la elección de usar agua local, agua destilada o deionizada, o agua en las mismas condiciones a la que será usada en la planta. El agua es un factor controversial en las pruebas de laboratorio. Es deseable usar agua deionizada para las pruebas preliminares de flotación, pero regularmente se usa agua del grifo a menos que tenga una dureza fuera de lo común.

Es preferible usar agua destilada o deionizada para establecer los efectos de las variables principales. Para tales pruebas el agua deionizada es preferida al agua destilada, ya que el agua destilada es a menudo deficiente en oxígeno disuelto y tiende a absorber dióxido de carbono de la atmósfera, produciendo una solución diluída de ácido carbónico.

Los reactivos de flotación son usados en dosificaciones muy pequeñas y, por lo tanto, generalmente se requieren diluir para tener un control exacto. Los reactivos solubles en agua son agregados como soluciones acuosas. La cantidad requerida se mide en pipetas o probetas graduadas. Los xantatos deben ser preparados diariamente, ya que se descomponen rápidamente y los productos de la descomposición pueden ser depresores. Las sales orgánicas también son manejadas como soluciones acuosas.

Los reactivos que son insolubles o poco solubles en agua requieren técnicas especiales. Si están en forma líquida, estos pueden añadirse con goteros o con una aguja hipodérmica. El peso de cada gota se determina pesando veinte o más gotas en una balanza analítica y sacando un promedio. Otro método para añadir reactivos insolubles en agua es disolverlos en un solvente orgánico, como el etanol. Sin embargo, se debe evaluar el efecto del solvente en el proceso de flotación. También se puede emulsificar el reactivo en agua mezclándolo con un surfactante y agítandolo vigorosamente. Por ejemplo, el ácido oleico se puede emulsificar en agua mezclándolo con una pequeña cantidad de oleato de sodio y forzando la mezcla a través de un orificio con una bomba emulsificadora. A veces una agitación vigorosa es suficiente para la emulsificación.

5.4.9. Control del pH

Un sensor del pH en el circuito de flotación es esencial. La medición del pH de la pulpa se hace en cuestión de segundos, y el pH puede ser ajustado rápidamente al valor deseado mientras los electrodos están sumergidos en la celda de flotación. Este debe ser calibrado al inicio de cada período de investigación.

Muchas operaciones de flotación se realizan a condiciones ambientes para no controlar la temperatura, pero esta puede ser muy importante. Por ejemplo algunos minerales no metálicos flotan más rápidamente, con una mejor selectividad y con un consumo reducido de reactivos en agua caliente, comparado con agua fría. Este es el caso particular de la fluorita donde la pulpa se calienta a una temperatura entre 60-95°C [5]. A temperaturas elevadas se mejora la flotación de algunos minerales y se deteriora la flotación de otros. La temperatura ha sido usada para separar minerales que no pueden ser separados de otra manera.

En estudios de laboratorio es conveniente registrar la temperatura de la pulpa al inicio y término de cada prueba de flotación aun si no se considera una variable importante en el sistema particular bajo estudio. Si se observa un incremento significativo de la temperatura en la pulpa durante el día, se recomienda correr una prueba idéntica al inicio y final del día para determinar si este incremento afecta la respuesta de alguna manera significativa.

5.4.11. Tiempo de flotación

El tiempo de flotación generalmente se encuentra entre 3 y 15 minutos. El tiempo total puede ser dividido en dos o más períodos; como en operaciones primarias y limpias. El tiempo de flotación requerido se puede determinar colectando la espuma en intervalos de tiempo, pesando y analizando la muestra recogida a cada intervalo.

muchas operaciones comerciales de flotación incluyen un paso de limpieza y a veces hasta 7 pasos de relimpieza, en el cuál la espuma es reflatada para incrementar su grado y las colas de las limpias son recirculadas.

Los resultados de las limpias en las pruebas de flotación, no se asemejan a los obtenidos en plantas comerciales, debido a que las colas de las limpias no son recirculadas, y la densidad de la pulpa es menor que la correspondiente en las plantas comerciales.

Para evitar una dilución excesiva en los pasos de limpieza, la flotación primaria se realiza en una celda grande (2000 g.), y las limpias en celdas pequeñas (250 a 1000 g. de capacidad). Se necesitan dos o más productos de la flotación primaria para obtener un concentrado suficiente para la etapa de limpieza.

5.4.13. Manejo de productos

Los productos de una prueba de flotación son filtrados, secados, pesados y analizados. Los filtros a vacío se usan para los concentrados y los medios, y los filtros a presión para los grandes volúmenes de colas. Si la pulpa no puede ser floculada fácilmente o el floculante no es tolerado, la muestra debe ser evaporada a sequedad en un horno. En el horno de secado, los productos de bajo grado deberán estar situados en la parte superior, los medios debajo, y los concentrados en el fondo, esto es para evitar la contaminación de los productos de bajo grado con los de alto grado.

Después del secado y pesado, los productos deben ser muestreados y molidos para su análisis. La muestra se pasa a través de una criba para quebrar los aglomerados, posteriormente se toma una muestra representativa. Los molinos de anillo o disco son los

tiene cuidado de no perder material fino como polvo.

Se debe de tener mucho cuidado en todas las etapas con el del manejo de los productos para prevenir pérdida de material y contaminación.

Para el manejo de las muestras se recomiendan platos de acero inoxidable y baldes. Después de remover las tortas de filtrado, los filtros se limpian cuidadosamente con papel filtro el cuál se añade y se seca con la torta. Los filtros se lávan cuidadosamente al término de cada prueba.

Luego de tomar la muestra para análisis, la parte restante se coloca en una bolsa, se sella y se marca claramente con todos los datos relevantes de la muestra, la prueba y el producto. Las muestras se deben almacenar hasta que la investigación haya concluido.

5.5. Evaluación de resultados

Los resultados de las pruebas de flotación generalmente se reportan en base a la ley y a la distribución de valores en función del peso en los diferentes productos. Información auxiliar puede estar disponible en la forma de análisis mineralógico, datos cualitativos de la distribución de tamaño del mineral. No es suficiente reportar estos datos, sino también evaluar su importancia.

En la evaluación y planificación de los experimentos, deben de considerarse los factores económicos. Cuando el propósito sea obtener información básica, los costos deben ser puestos a un lado temporalmente.

Ya sea usando los procedimientos estadísticos convencionales o no, es necesario seleccionar un criterio de comparación de los resultados. Idealmente, este debe ser un valor simple; regularmente se utiliza la recuperación y el grado del concentrado sin embargo estos son interdependientes para muchas de las variables en un sistema de flotación; un cambio que aumente el grado simultáneamente disminuye la recuperación y viceversa.

5.5.2. Análisis gráfico

La relación gráfica de dos o más factores son usados comúnmente para evaluar los resultados de flotación. Algunas de las posibles combinaciones de coordenadas son las siguientes:

Abscisa	Ordenada
% en peso del producto ó relación de concentración	% de recuperación ó % de rechazo
Análisis del producto ó relación de enriquecimiento	%de recuperación ó % de rechazo
Nível de la variable del proceso	% de recuperación ó % de rechazo
Nível de la variable del proceso	Análisis del producto o relación de enriquecimiento
% en peso del producto ó relación de concentración	Análisis del producto ó relación de enriquecimiento

Aunque se acostumbra graficar tanto la ley y la recuperación contra la variable del proceso, o graficar la ley contra la recuperación para cada condición, las relaciones

relación de enriquecimiento puede ser una coordenada más satisfactoria que la ley del concentrado. Si el porcentaje en peso del concentrado y la relación de enriquecimiento son tomados como las coordenadas, el área definida por estas coordenadas representan el porcentaje de recuperación.

Una separación de dos productos evidentemente da solo un punto en una gráfica grado-recuperación o similar. Para obtener varios puntos necesarios para una curva, se aplican tres métodos alternativos: (1) Una serie de pruebas simples de dos productos, (2) Una serie de pruebas de incremento múltiple, y (3) Una serie de pruebas de limpieza múltiple. Estas tres técnicas no producen datos comparables, excepto posiblemente para la primera operación de flotación en cada caso; por lo tanto los resultados deben ser evaluados solamente en relación a otros resultados obtenidos por la misma técnica.

5.5.3. Pruebas de dos productos

El análisis gráfico se aplica comúnmente a un grupo de pruebas de dos productos, para determinar el efecto de las variables. Por ejemplo, [18], se puede graficar tanto el grado y la recuperación contra cada una de las variables estudiadas, por otro lado se puede [19] graficar una variable contra otra, luego trazan curvas de igual grado e igual recuperación para definir la condición óptima para las dos variables.

5.5.4. Pruebas de incrementos múltiples

Si la espuma es removida en varias etapas, con adición de colector y espumante antes de cada flotación, los resultados acumulados de cada prueba pueden ser trazados en

una curva. Las curvas resultantes para algunas pruebas, representan una condición específica, que se pueden comparar entre si [7, 10, 20].

5.5.5. Pruebas de limpieza multiple

Si se realizan dos o más pasos de limpieza, se puede obtener una gráfica de grado acumulado contra recuperación acumulada, empezando con el concentrado de la limpia final. En relación con el método de incremento multiple, la técnica de limpieza multiple consume más tiempo pero se apro

VI. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

6.1.1. Reactivos

- Acido nítrico
- Hidróxido de potasio
- Nitrato de potasio

Estos reactivos fueron elaborados por Productos Químicos Monterrey, S.A. de C.V. cumpliendo con la especificaciones A.C.S.

- Buffer de referencia de pH 4, 7 y 10 elaborado por HYCEL-DE MÉXICO, S.A. de C.V.
- Agua tridestilada
- Acetato de amina, $\text{CH}_3\text{COONH}_3$ (colector): Elaborado por Akzo Nobel Chemicals, S.A. de C.V. Un gramo de colector se afora en 1lt de agua tridestilada y se calienta.
- Mineral de cuarzo con una de sus caras pulidas con un peso de 58.8946 g; cuarzita de la región con 97.35% de sílice.

6.1.2. Equipo

- Agitador magnético (CORNING)
- Analizador de tamaño de partículas (Coulter LS 100Q)
- Balanza digital con precisión de 0.0001 g (SARTORIUS)
- Horno (OMEGA ENGINEERING, INC.)
- Mortero de ágata
- pH meter 320, Corning
- Reflector de 100 watts
- Tamiz Tyler de 60, 150 y 400 mallas (248, 104 y 38 μm)

- Zeta-Meter System 3.0+

6.2. Preparación del mineral

La cuarzita se redujó de tamaño en una quebradora de quijada, seguido de un molino de anillos, posteriormente se lavó con agua tridestilada para eliminar las lamas, después el fierro se separó con un iman y se lixivió con ácido nítrico concentrado por 2 horas, los sólidos fueron enjuagados con abundante agua tridestilada, repitiendo este paso en 3 ocasiones. Después de la lixiviación los sólidos se volvieron a enjuagar hasta que el pH permaneció constante e igual a 5.5, que es el del agua tridestilada. El tamaño de partícula en las pruebas de microflotación se encuentra entre 104 y 248 micras. Para la determinación del potencial zeta el mineral se redujó de tamaño con un mortero de ágata a menos 38 micras.

6.3. Determinación del potencial zeta

El procedimiento para la medición del potencial zeta es el siguiente [2]:

Se ajustó el pH de 100 ml de agua tridestilada con HNO_3 ó KOH , posteriormente se agregó 0.01g de muestra y se fijó la concentración de KNO_3 a $1 \times 10^{-3} \text{M}$. Una vez alcanzado el equilibrio entre la solución y la muestra (sin agitación), se toma la lectura del potencial zeta de 20 partículas a una temperatura de $22 \pm 1^\circ\text{C}$, el promedio de este y el pH final son los valores que se reportan.

En la determinación del tiempo de acondicionamiento, la solución se fijo a un pH de 5.5 y se realizaron pruebas a diferentes tiempos de contacto (0.25, 2, 6, 24 y 48 hrs). Una

7, 8, 9, 10, 11 y 12).

6.4. Angulo de contacto

En la celda de prueba se acondicionó la muestra con acetato de amina por 5 minutos en 100 ml de agua tridestilada al pH deseado (3, 7, 10 ó 12). Con ayuda de un capilar se formaron burbujas de aire dentro del contenedor con la intención de que alguna(s) se adhirieran a la superficie del mineral. Al lograr la adhesión de la burbuja se midió el ángulo de contacto en la sombra proyectada al hacer incidir un haz de luz a través de la celda que contiene al sistema. La sombra proyectada se fijó situando los puntos de acuerdo a la Figura 8, se trazaron las líneas sobre los puntos y se midió el ángulo con un transportador. En esta prueba se estudió el efecto del pH y la concentración de acetato de amina.



Figura 8. Sistema utilizado para determinar el ángulo de contacto.

En un vaso de precipitado se colocó 1 g de mineral en 380 ml de agua tridestilada a un pH previamente ajustado (3, 5.5, 7, 10 ó 12), después se adicionó acetato de amina para dar una concentración en la solución de $4 \times 10^{-3} \text{M}$, y posteriormente se acondicionó sobre un agitador magnético por 20 minutos. De acuerdo con la bibliografía [17], un tiempo de 10 minutos de acondicionamiento es suficiente. Se apagó el agitador, se dejó asentar el mineral por un minuto y se decantó el sobrenadante en un matraz de 500 ml; el mineral que quedó en el fondo se vació en el interior del tubo Hallimond y se montó el equipo según la Figura 9. Se tapó la salida del concentrado y se vertió el sobrenadante por la parte superior con ayuda de un embudo. Se puso en funcionamiento el agitador magnético y se suministró aire a un flujo de 85 mililitros por minuto. El mineral se flotó durante 1 minuto y el concentrado se recuperó y posteriormente se determinó el % de recuperación. Estas pruebas se realizaron por triplicado para corroborar los resultados obtenidos, evaluándose únicamente el efecto del pH.

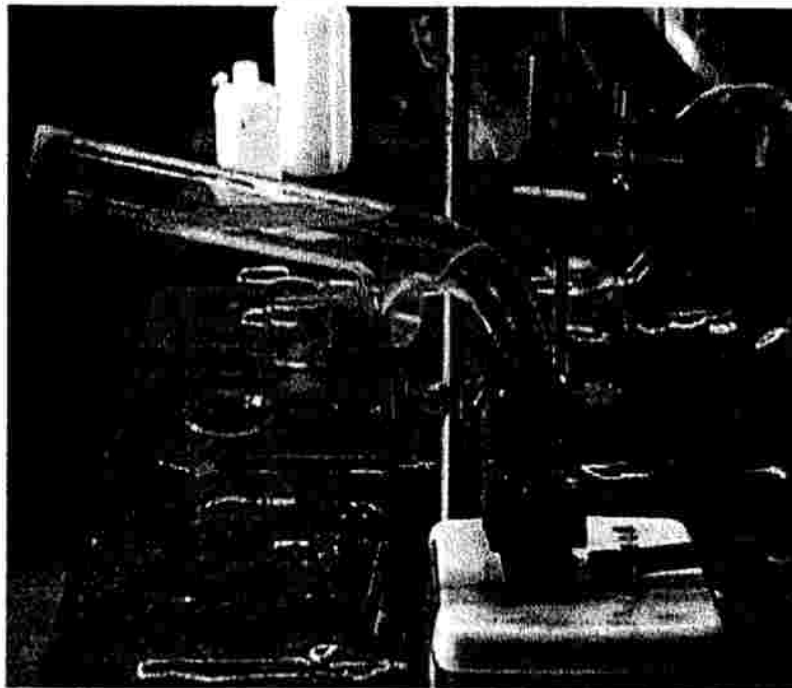


Figura 9. Fotografía del tubo Hallimond.

VII. RESULTADOS Y DISCUSION

La distribución de tamaños para las pruebas de potencial zeta y flotación se determinó con el Coulter LS 100Q, en la Figura 10 se observan los resultados. Para el potencial zeta, el tamaño promedio de partícula es 14.18 μm , apreciándose un 95% de partículas menores de 38 μm en la muestra analizada. Para flotación el tamaño promedio de partícula es de 168.1 μm , el 90% del mineral se encuentra entre 106 y 248 μm . La diferencia que existe entre los resultados de distribución de tamaño de partículas obtenidos con el análisis de mallas y el equipo Coulter LS100Q, se debe que en la primera técnica se mide el tamaño de las partículas al hacerlas pasar a través de un orificio de dimensión determinada y en la segunda técnica la medición ocurre mediante la difracción de la luz en las partículas que normalmente las mide como si fueran esféricas. Adicionalmente en el Coulter LS100Q puede ocurrir una aglomeración de las mismas al momento de leer la muestra efectuándose así un posible error de lectura. En el caso de los finos encontrados en las pruebas de microflotación probablemente sucedió una dispersión de las partículas aglomeradas.

7.2. Potencial zeta

El potencial zeta expresa la carga neta efectiva sobre la superficie de las partículas. Así mismo nos indica el tipo de reactivo a utilizar como colector (aniónico o catiónico) en las pruebas de flotación.

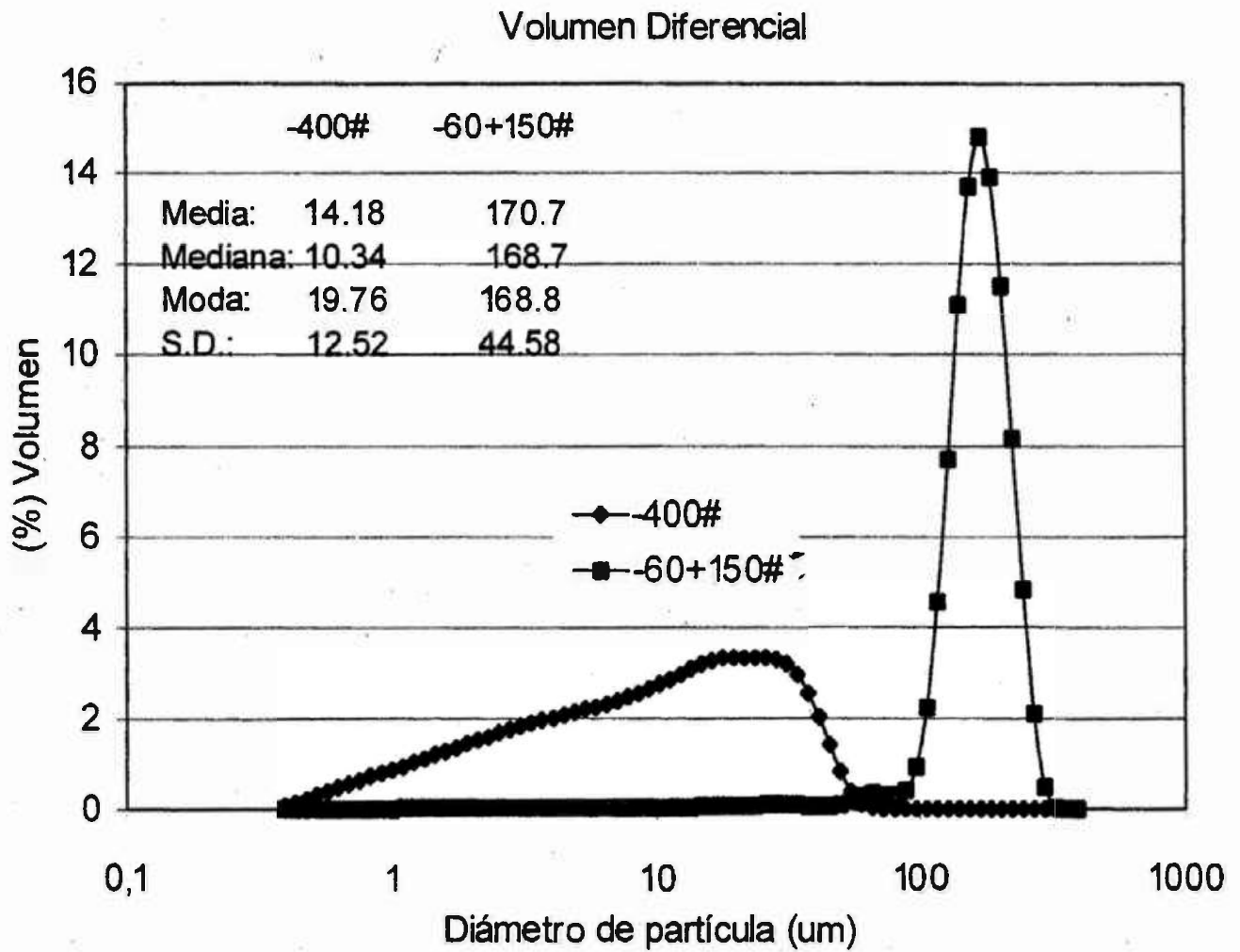


Figura 10. Distribución de tamaño de cuarzita para las pruebas de potencial zeta, generada por el Coulter LS100Q.

En la Figura 11 se observa la variación del potencial zeta en función del tiempo, partiendo de un valor de -39.7 mV para 15 minutos de acondicionamiento hasta -26.7 mV para 48 horas, llegando a un valor aparentemente constante al término de 24 horas, que fue el tiempo que se tomó para las demás pruebas a realizar.

7.2.2. Efecto del pH

En la Figura 12 se ve el efecto del pH en el potencial zeta de cuarzita, en ausencia y presencia de acetato de amina. Conforme el pH aumenta, el potencial zeta se hace más negativo en ambos casos debido al incremento de los iones OH^- en la superficie del mineral. En las pruebas realizadas en presencia de acetato de amina se observa una disminución en los valores del potencial zeta, es decir lo hace menos negativo en relación a las pruebas realizadas sin colector, esto probablemente se debe a que existe una adsorción física de la amina en la superficie de la cuarzita. De acuerdo con la Figura 13 el acetato de amina después de pH 10 empieza a hidrolizarse [9], después de este pH las dos curvas tienen el mismo comportamiento.

Comparando nuestros resultados de la prueba sin colector con los presentados por Herrera y colaboradores [13], se aprecia la misma tendencia, pero sus valores del potencial zeta son más negativos, esta diferencia probablemente se debe a que el mineral que emplearon son cristales de cuarzo de Brasil de alta pureza en sílice, en este estudio se empleo una cuarzita de la región con 97.35% de sílice.

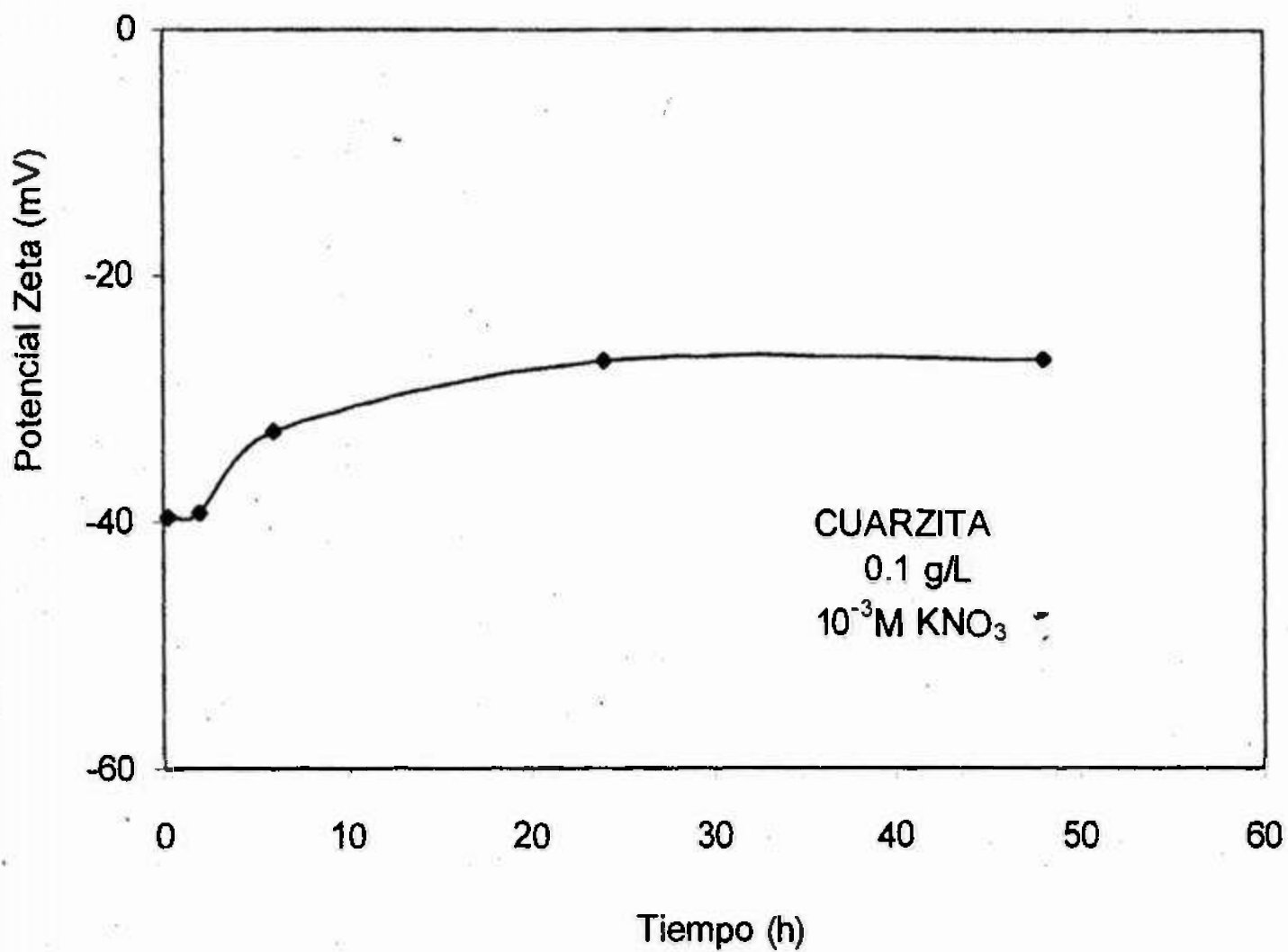


Figura 11. Potencial zeta del mineral de cuarzita en función del tiempo a pH 5.5 y 22±1°C.

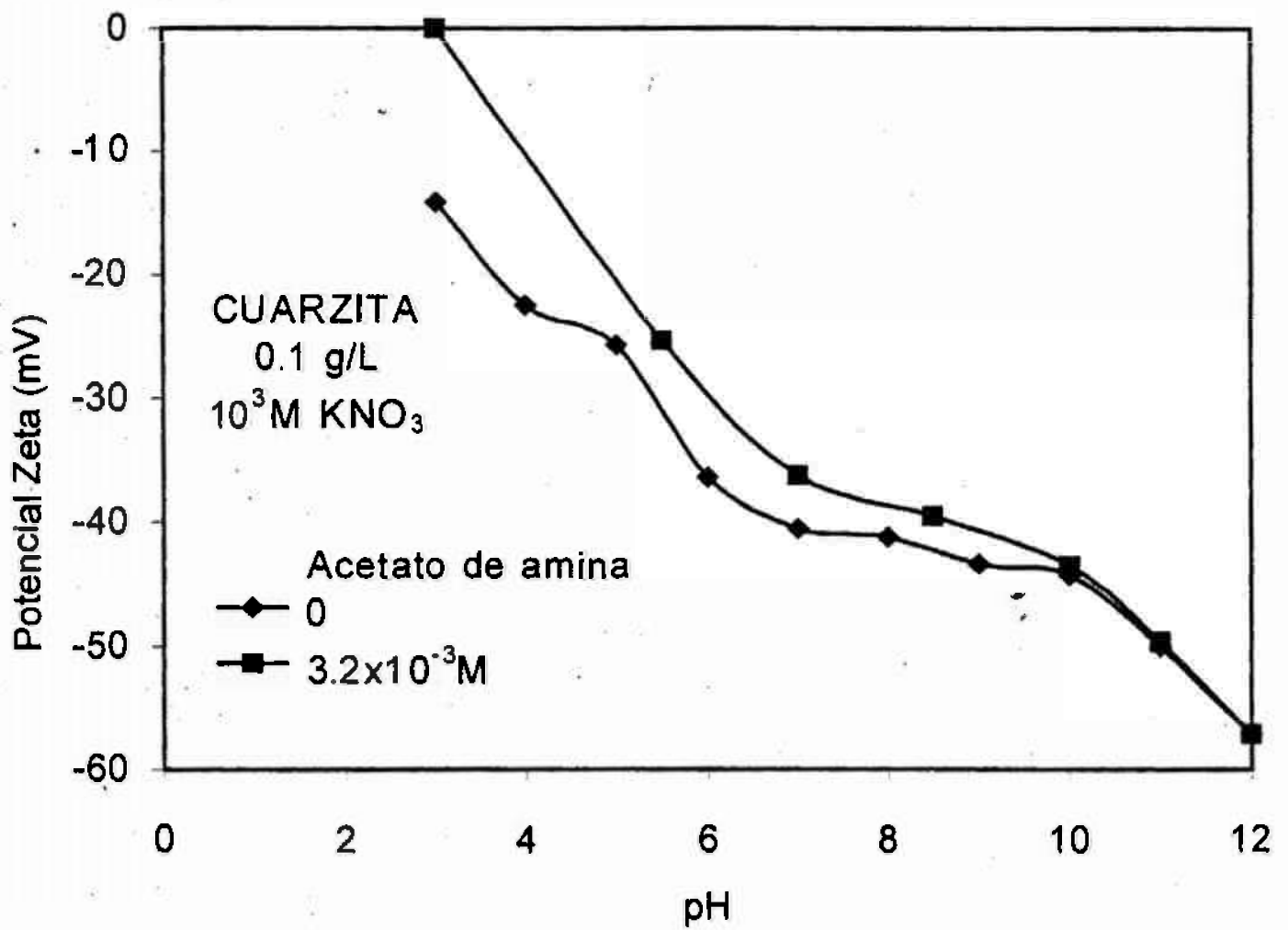


figura 12. Potencial zeta del mineral de cuarzita en función del pH en ausencia y presencia de acetato de amina a una temperatura de $22 \pm 1^\circ\text{C}$ y con un tiempo de acondicionamiento de 4 horas.

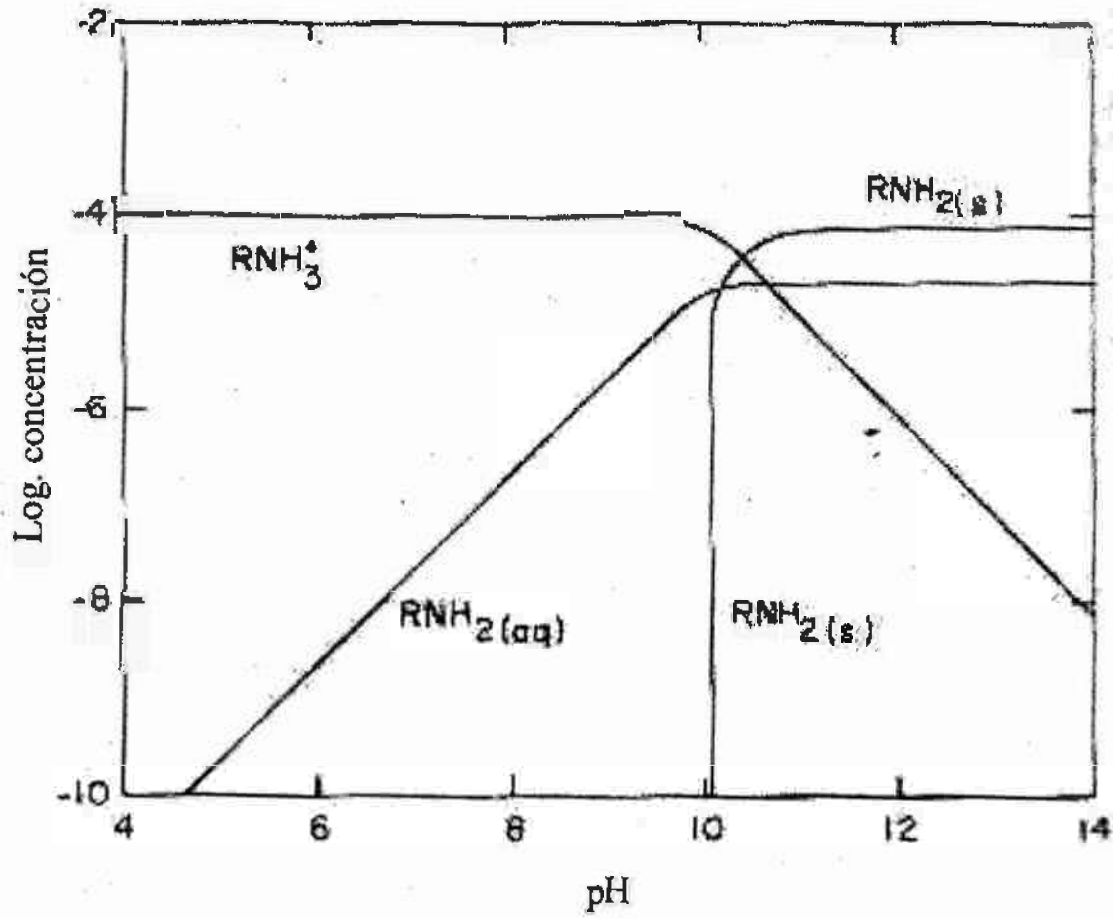


Figura 13. Diagrama de concentración logarítmica $1 \times 10^{-4} \text{M}$ dodecilamina [9].

En la Figura 14 se observa el comportamiento del ángulo de contacto en función de la concentración de acetato de amina a diferentes pH. Al incrementarse la concentración de acetato de amina se mejoran las condiciones de adhesión partícula-burbuja y se incrementa el ángulo de contacto, es decir aumenta su hidrofobicidad hasta llegar a un punto de saturación donde se mantiene estable. Al irse aumentando el pH se observó una mayor rapidez y facilidad de adhesión de la burbuja, y un incremento en el tamaño de las mismas; lo mismo que un aumento en el ángulo de contacto hasta pH 10.

A pH 12 existe dificultad para la adhesión de la burbuja en la superficie del cuarzo y también disminuye el ángulo de contacto, esto se debe a que el acetato de amina se precipita a pH superiores a 10 [21]. En las pruebas realizadas, el ángulo de contacto se mantiene aparentemente constante a partir de una concentración de acetato de amina de $4 \times 10^{-3} \text{M}$ para los pH de estudio (3, 7, 10 y 12), obteniéndose el mayor ángulo (94°) a pH 10.

Comparando los resultados reportados por King[14] en sistema cuarzo/dodecilamina, a concentraciones de 4×10^{-5} y $4 \times 10^{-4} \text{M}$, con los nuestros utilizando acetato de amina a una concentración de $4 \times 10^{-3} \text{M}$, se puede apreciar que tienen similar comportamiento, pero los ángulos obtenidos con colector de dodecilamina son menores a los obtenidos con colector de acetato de amina, como se aprecia en la Figura 15 esto probablemente se debe a que las concentraciones del colector son más bajas y que el reactivo empleado es diferente.

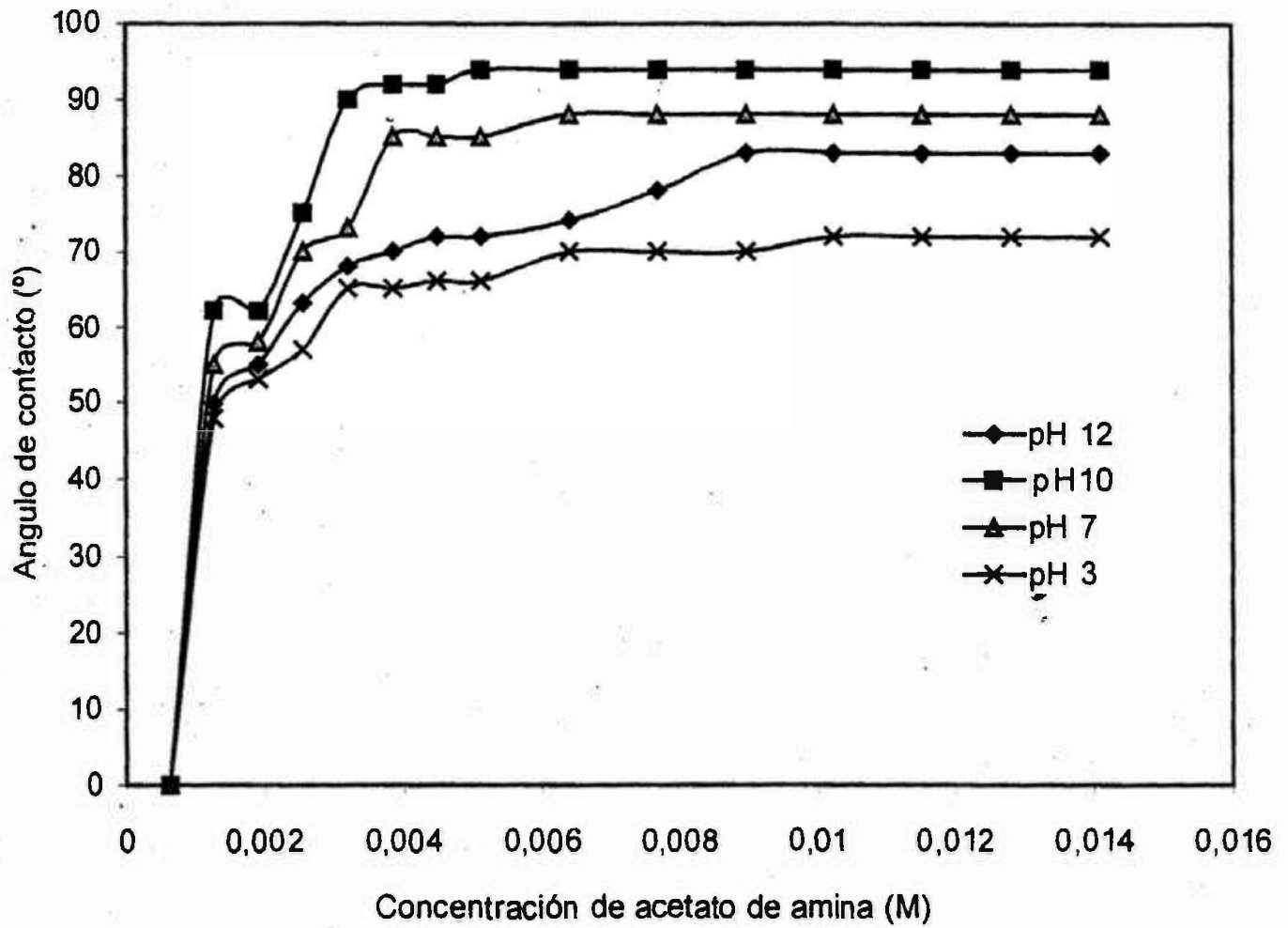


Figura 14. Angulo de contacto como una función de la concentración de acetato de amina a diferentes pH.

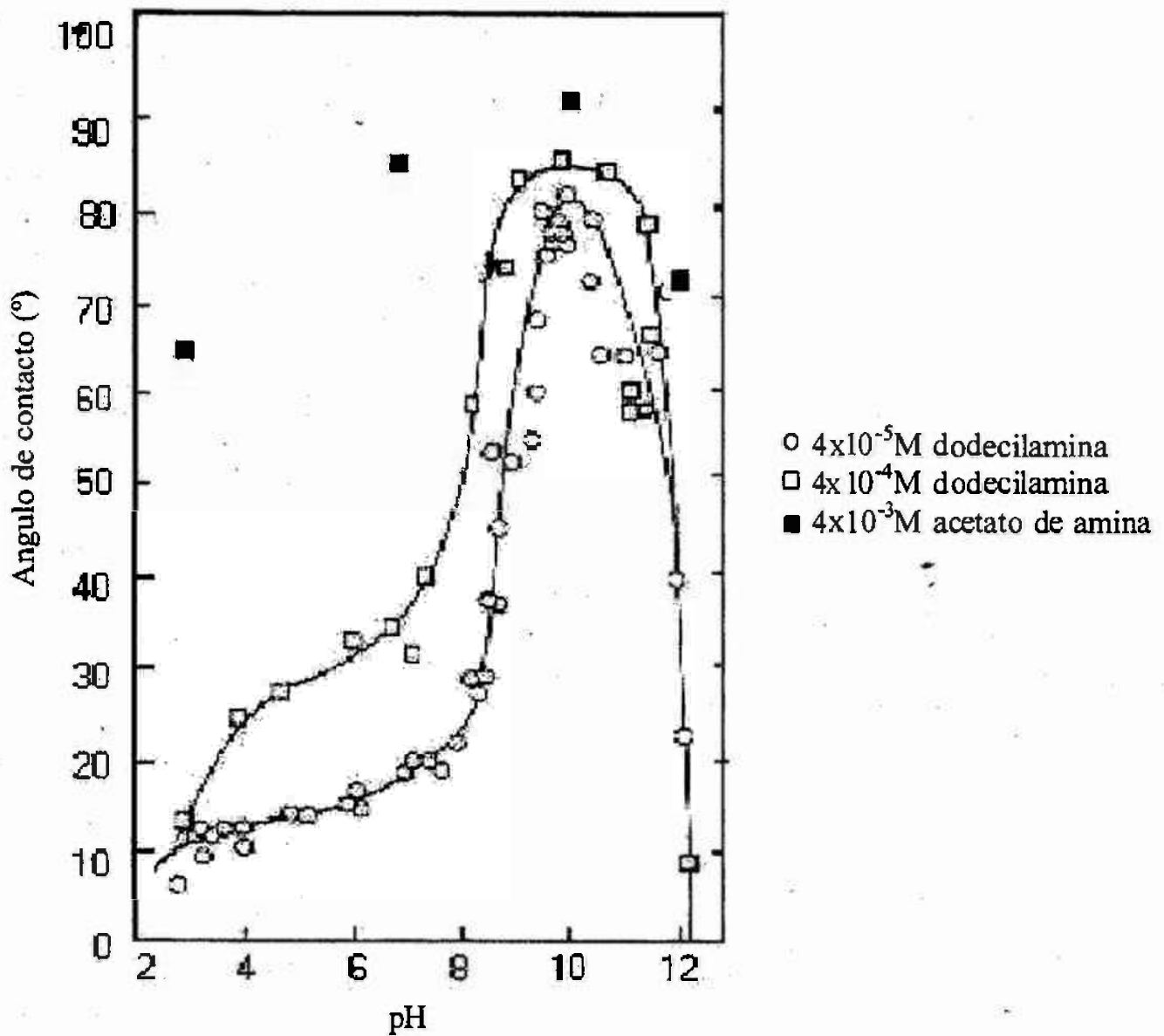


Figura 15. Angulo de contacto como una función de pH en el sistema cuarzo/dodecilamina (King) [14] y en el sistema cuarzita/acetato de amina.

Las condiciones de trabajo de las pruebas microflotación se determinaron en base a los resultados logrados con los estudios de potencial zeta y ángulo de contacto. Los resultados obtenidos de potencial zeta a diferentes pH, indican que la carga superficial del mineral es negativa por lo que se requiere un colector catiónico, la bibliografía recomienda el uso de aminas [5,21], en este caso se empleó acetato de amina que es el reactivo colector que se utiliza en la concentración de wollastonita [3]. A una concentración de acetato de amina de $4 \times 10^{-3} \text{M}$ se obtuvieron los mayores ángulos de contacto a los diferentes pH estudiados.

Las pruebas de microflotación se realizaron por triplicado encontrándose un error experimental de $\pm 2.5\%$. En la Figura 16 se observa que conforme aumenta el pH, es mayor la recuperación de cuarzita hasta pH 10, a un pH 12 la recuperación disminuye, debido a que el acetato de amina empieza a hidrolizarse como se aprecia en la Figura 13. Se logró una recuperación máxima de 88.02% a pH 10.

Comparando la Figura 16 de microflotación con la Figura 15 de ángulo de contacto, se observa que ambas curvas tienen similitud entre sí. Al irse incrementando el pH hasta un valor de 10 se obtiene mayor recuperación así como también un aumento del ángulo de contacto y disminuye a pH 12, visualizándose una probable relación directa entre las dos. A pH 10 existe mayor adsorción, mejoró el ángulo de contacto, y en consecuencia se obtiene una mejor recuperación, después de este pH se precipita la amina y la recuperación cae[21].

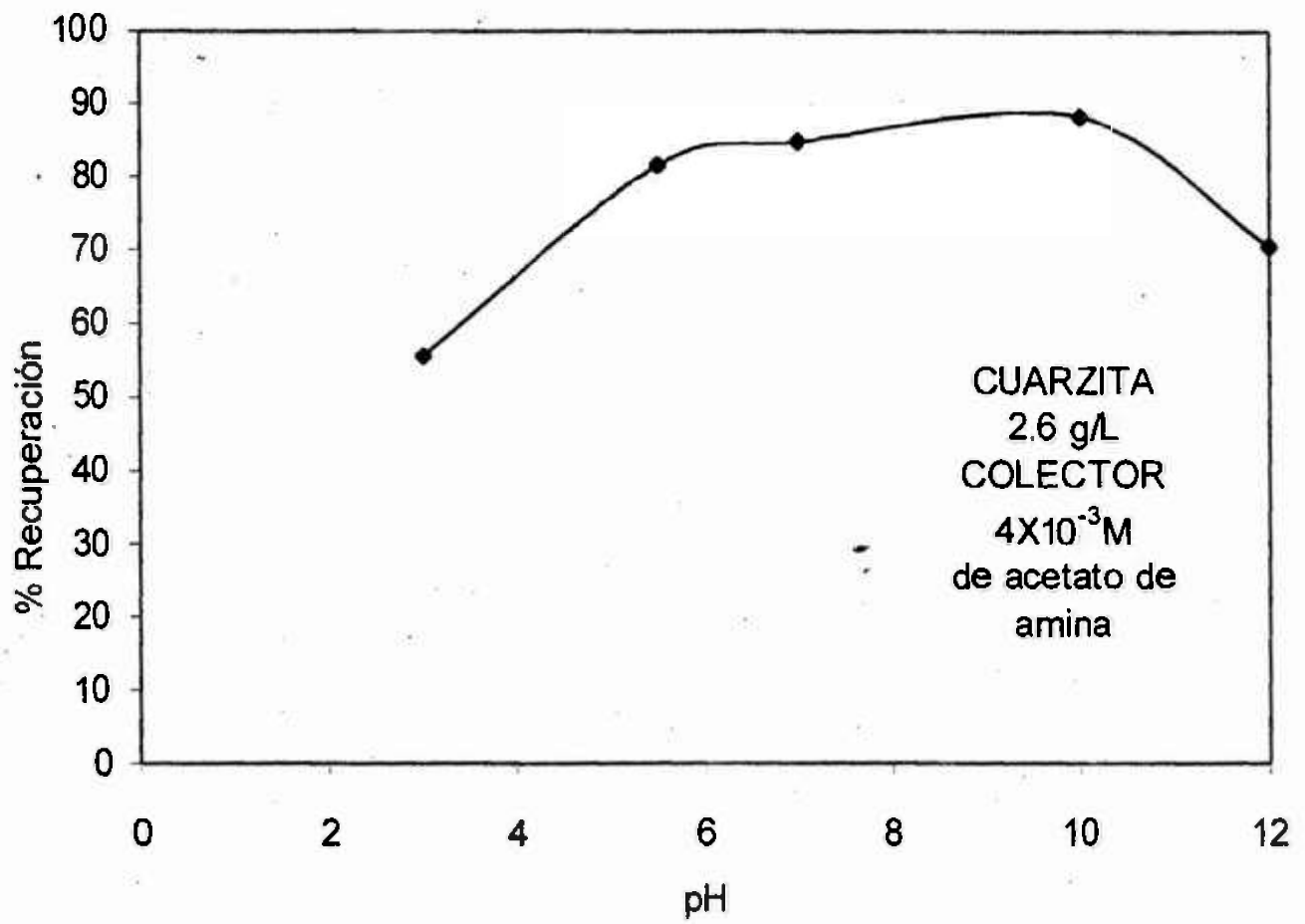


Figura 16. Porcentaje de recuperación del mineral de cuarzita en función del pH.

VIII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Como se muestra, observándose a que al aumentar el pH, el potencial zeta se hace más negativo debido al incremento de los iones OH^- en la superficie del mineral.

- Conociendo que la carga superficial del mineral de cuarzita es negativa, el reactivo colector a utilizar es de carga positiva, entonces las cargas se neutralizan disminuyendo el potencial zeta, es decir lo hace menos negativo.
- El acetato de amina incrementa el ángulo de contacto de cuarzita, es decir aumenta su hidrofobicidad al incrementar su concentración hasta el punto de saturación aproximadamente $5.1 \times 10^{-3} \text{M}$.
- El aumento de pH hasta un valor de 10 incrementa el ángulo de contacto y disminuye en un valor de 12, debido a que el acetato de amina se precipita a pH mayores de 10.
- El aumento de pH hasta un valor de 10 incrementa la recuperación de cuarzita en las pruebas de flotación con tubo Hallimond y a un pH de 12 decrece, debido a que el acetato de amina se hidroliza.

En este trabajo solo se desarrollaron pruebas básicas de flotación. Con el potencial zeta se determinó la carga superficial del mineral y con ello el tipo de reactivo a utilizar. Con el ángulo de contacto se estableció a que pH y que dosificación de reactivo colector son necesarios para tener una flotación adecuada. Las pruebas de flotación con tubo Hallimond fueron el punto culminante de las técnicas empleadas, ya que es el reflejo del trabajo realizado en ellas.

VII. BIBLIOGRAFIA

1. ADAMSON, A.W., "Physical Chemistry of Surfaces", International Scientific Pbl., 1960.
2. AGUILAR Manriquez, H. Manuel., "Caracterización de un mineral de clinoptilolita como potencial adsorbente de plomo", Tesis de licenciatura, Depto de Ingeniería Química y Metalurgia, Hemosillo, Sonora, México 2001.
3. CORONA, A., "Minera Nyco S.A. de C.V.", Comunicación directa.
4. CROZIER, R.D., "Flotation, Theory, Reagents and Ore testing", Pergamon Press Pel, Headington Hill Hall, Oxford OX3 OBW. England 1992, Pág. 258-311.
5. CYANAMID, "Manual de productos químicos para minería", American Cyanamid Company 1986, Pág. 102, 123.
6. DRZYMALA J., "Technical note entrainment of particles with density between 1.01 and 1.10 g/cm³ in a monobubble hallimond flotation tube", Minerals Engineering, Vol. 12, No. 3, pp. 329-331, 1999 Elsevier Science Ltd.
7. FRAAS F., "Report of investigations 3663", US Bureau of Mines, 1942.
8. FUERSTENAU, D.W., "Measuring Zeta Potential by Streaming Potential Techniques", Trans. AIME, Vol. 205, 1956, pp. 834-836.
9. FUERSTENAU M.C., "Flotation", A.M. Gaudin Memorial Volume, Vol. I y II, 1976, Editorial COMMITTEE, Pág. 26, 27, 104, 214, 475, 477-479, 585, 586, 617.
10. GILLIES G.A., et. al., "A graphical method for evaluating selective flotation test", AIME Technical Publication 1409, 1942.
11. GODAX, Laboratories, Inc. "Nochromix laboratory glass cleaning reagent", 1998.
12. HARGREAVES, R.N., et al., "Flotation Performance Correlations in Laboratory-Scale Equipment", CIM Bulletin, June 1974, pp. 84.
13. HERRERA Urbina, J. Ronaldo., Fuerstenau D.W., "The effect of Pb(II) species, pH dissolved carbonate on the zeta potential at the quartz/ aqueous solution interface", Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects, 98 (1995) Pág. 25-33.
14. KING R.P., "Principles of flotation", Primera Edición South African Institute of Mining and Metallurgy Johannesburg 1982, Pág. 17, 20, 27, 30, 57, 116.

- and role in flotation", AIChE Symposium Series, Vol. 71, 1975, pp. 124.
16. KULKARNI, R.D., et. al., "Mineralogical Heterogeneity of Ore Particles and its Effect on Their Interfacial Characteristics, Powder Technology, Vol. 14, 1976, pp. 279.
 17. LEJA Jan, "Surface chemistry of froth flotation", Segunda Edición 1982, Editorial Plenum Press-New York-London, Pág. 95.
 18. MITCHELL W., et. al., "Flotation test on korean scheelite ore", Trans. AIME, Vol. 190, 1951, pp. 60-64.
 19. MORTENSON M., "Graphical analysis of flotation test results", Mining and Metallurgy, Vol. 12, Nov., 1931, p. 496.
 20. NIXON J.C., et. al., "Transactions, institution of mining and metallurgy", Vol. 66, 1956, pp. 453, 593, 615; Vol. 67, 1957, p.194.
 21. PAREKH B.K., Miller J.D., "ADVANCES IN FLOTATION TECHNOLOGY", Society for Mining, Metallurgy, and exploration, Inc., 1999, Pág. 59 a 80.
 22. SCHULZE H.J, "Physico-Chemical Elementary Processes in Flotation", Primera Edición 1983, Editorial Elsevier, Pág. 96.
 23. SVEN-NILSSON, I., Ingenioersventenskapsakademien, Handlingar, No. 133, 1935.
 24. WEISS N.L., "SME Mineral Processing Handbook", Society of Mining Engineers, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Inc., New York, 1985, Pág.30-87 a 30-104.
 25. VENTURA E.-MEDINA., et. al., "Calculation of the specific surface area in flotation", Minerals Engeering, Vol. 13, No. 3, pp. 265-275, 2000 Elsevier Science Ltd.

VIII. APENDICE

Augita, $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6(\text{Mg,Fe})(\text{Al,Fe})_2\text{SiO}_6$	2.7 (a)
Barita, BaSO_4	6.7 (a), 3.4 (b)
Bentonita	<3.0 (a)
Berilo, $\text{Be}_2\text{Al}_2(\text{SiO}_3)_6$	3.1, 3.3, 4.4 (a)
Biotita, $\text{H}_2\text{K}(\text{Mg, Fe})_3\text{Al}(\text{SiO}_4)_3$	0.4 (a)
Blenda, ZnS	2.2 (e)
Calcita, CaCO_3	9.5 (a), 5.5-6 (b)
Caolinita, $\text{H}_4\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_9$	3.4 (a)
Casiterita, SnO_2	4.5 (a)
Celestita, SrSO_4	2.3 (b)
Cloruro de plata, AgCl	4 (a)
Corindón, Al_2O_3	9.0, 9.1, 9.4 (a)
Crisocola, $\text{CuSiO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2.0 (a)
Cromita, FeCr_2O_4	5.6, 7.0, 7.2 (a)
Cuarzo, SiO_2	1.8 (a)
α -cuarzo, SiO_2	2-3 (a)
Cummingtonita, $(\text{Mg, Fe})\text{SiO}_3$	5.2 (a)
Cuprita, Cu_2O	9.5 (a)
Diópsido, $\text{CaMg}(\text{SiO}_3)_2$	2.8 (a)
Dolomita, $(\text{CaMg})\text{CO}_3$	<7.0 (b)
Egonita, $\text{AlPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	4.0 (b)
Fluorapatita, $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F, OH})$	6 (a)
Fluorita, CaF_2	3 (a), 6.2 (b)
Francolita, $\text{Ca}_{10}(\text{C, PO}_4)_6(\text{F, OH})_2$	3.8-4.9 (b)
Galena, PbS	9.2 (c)
Goemita, AlOOH	7.8-8.8 (a)
Goetita, FeOOH	6.7, 6.8 (a)
Grafito/Ceilán, C	2.2 (c)
Granate	4.4 (a)
Hematita (natural), FeO_3	4.8-6.7 (a)
Hematita (sintética), FeO_3	5.6 (a)
Hidroxiapatita, $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$	7 (a)
Magnesia, MgO	12 (a)
Magnesita, MgCO_3	6-6.5 (b)
Magnetita, $\text{FeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	6.5 (a)
Moscovita, $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	4 (c)
Pirita, FeS_2	2.2 (c)
Pirolusita, MnO_2	5.6, 7.4 (a)
Podocita, MnSiO_3	2.2 (c)

Silica gel, SiO_2	1-2 (a)
Strengita, $\text{FePO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2.8 (b)
Sulfuro de plata, Ag_2S	10.2 (a)
Turmalina, $\text{H}_9\text{Al}_3(\text{B.OH})_2\text{Si}_4\text{O}_{19}$	4.0 (a)
Yeso, $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	2.3-10.7 (b)
Yoduro de plata, AgI	5.6 (a), 4.8-6.0 (b)
Zircón, ZrSiO_4	5.8 (a)
Zirconio, ZrO_2	4 (a)

(a)KING, R.P., "Principles of flotation"

(b)FUERSTENAU M.C., "Flotation"

(c)SCHULZE H.J., "Physico-Chemical Elementary Processes in Flotation"

cuarzita generado por el Coulter LS100Q.

Volumen	100.000
Media	14.180
Mediana:	10.340
D(3,2):	4.225
Moda:	19.760
S:D.:	12.520
C:V.:	88.300

Tabla III. Datos de la Figura 13 para el tiempo de acondicionamiento.

Tiempo (hr)	PZ (mV)
0.25	-39.7
2	-39.3
6	-32.6
24	-26.8
48	-26.7

Tabla IV. Datos de la Figura 14 para el diagrama de potencial zeta contra pH en ausencia y presencia de acetato de amina a una concentración de 3.2×10^{-3} mol/L.

Ausencia de colector		Presencia de colector	
pH	PZ	pH	PZ
3	-14.1	3	0
4	-22.5	5.5	-25.4
5	-25.7	7	-36.2
6	-36.3	8.5	-39.4
7	-40.5	10	-43.5
8	-41.1	11	-49.7
9	-43.3	12	-57.2
10	-44.2		
11	-50.0		
12	-57.1		

pH3		pH7		pH 10		pH 12	
(moles/L)	θ	(moles/L)	θ	(moles/L)	θ	(moles/L)	θ
6.41×10^{-4}	0	6.41×10^{-4}	0	6.41×10^{-4}	0	6.41×10^{-4}	0
1.28×10^{-3}	48	1.28×10^{-3}	55	1.28×10^{-3}	62	1.28×10^{-3}	50
1.92×10^{-3}	53	1.92×10^{-3}	58	1.92×10^{-3}	62	1.92×10^{-3}	55
2.56×10^{-3}	57	2.56×10^{-3}	70	2.56×10^{-3}	75	2.56×10^{-3}	63
3.20×10^{-3}	65	3.20×10^{-3}	73	3.20×10^{-3}	90	3.20×10^{-3}	68
3.84×10^{-3}	65	3.84×10^{-3}	85	3.84×10^{-3}	92	3.84×10^{-3}	70
4.48×10^{-3}	66	4.48×10^{-3}	85	4.48×10^{-3}	92	4.48×10^{-3}	72
5.12×10^{-3}	66	5.12×10^{-3}	85	5.12×10^{-3}	94	5.12×10^{-3}	72
6.41×10^{-3}	70	6.41×10^{-3}	88	6.41×10^{-3}	94	6.41×10^{-3}	74
7.69×10^{-3}	70	7.69×10^{-3}	88	7.69×10^{-3}	94	7.69×10^{-3}	78
8.97×10^{-3}	70	8.97×10^{-3}	88	8.97×10^{-3}	94	8.97×10^{-3}	83
1.02×10^{-2}	72	1.02×10^{-2}	88	1.02×10^{-2}	94	1.02×10^{-2}	83
1.15×10^{-2}	72	1.15×10^{-2}	88	1.15×10^{-2}	94	1.15×10^{-2}	83
1.28×10^{-2}	72	1.28×10^{-2}	88	1.28×10^{-2}	94	1.28×10^{-2}	83
1.41×10^{-2}	72	1.41×10^{-2}	88	1.41×10^{-2}	94	1.41×10^{-2}	83

Tabla VI. Datos de la Figura 17 para el porcentaje de recuperación de mineral contra pH.

pH	%
3	55.5
5.5	81.44
7	84.69
10	88.02
12	70.33