

UNIVERSIDAD DE SONORA
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS

ESTUDIO SOBRE CONCENTRACION DE GRAFITO
AMORFO DEL ESTADO DE SONORA.

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICO INDUSTRIAL

PRESENTA

Martha Margarita Martínez Villegas

HERMOSILLO, SONORA, MEXICO,

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

C O N T E N I D O

	Pag.
I. INTRODUCCION.	1
II. GENERALIDADES SOBRE EL GRAFITO.	4
a) Propiedades.	4
b) Origen del Grafito.	7
c) Usos.	9
III. EVALUACION DE LOS METODOS DE CONCENTRACION.	14
a) Factores que influyen en la selección del método.	14
b) Selección del método.	14
c) Descripción detallada del método de flotación.	16
IV. EXPERIMENTACION.	31
I Etapa. Determinaciones analíticas en el grafito.	31
a) Método Estándar para Determinación de Carbono en Grafito.	32
b) Determinación de Carbono grafitico en las Cebadas de Experimentación.	33
II Etapa. Pruebas Preliminares.	35
III Etapa. Diseño Factorial de Experimentos.	43
a) Resultados del Diseño de Experimentos.	46
b) Interpretación de los Resultados del Diseño de Experimentos.	53
V. CONCLUSIONES.	95
VI. BIBLIOGRAFIA.	56

I. INTRODUCCION.

Los yacimientos de grafito en el Estado de Sonora, México, son de importancia mundial, específicamente en la producción de grafito amorfo que se presenta en forma natural como masas criptocristalinas (3).

Debido a los requerimientos de calidad exigidos por las empresas compradoras de este producto que especifican grafito con un contenido mayor de 85% de carbón grafitico, se han estado acumulando grandes cantidades de material con porcentajes menores de carbón y en la actualidad están consideradas como desperdicios en las minas o reservas en vías de utilización. Estas reservas no están consideradas en la actualidad cuantitativamente ni por la Comisión de Fomento Minero ni por la Secretaría de Recursos Naturales No Renovables.

El presente estudio está hecho sobre una porción de la región denominada "Cobalmar" del que se extrae el mineral con ley inferior al 80% de carbón grafitico.

Este trabajo tiene por objeto obtener las condiciones óptimas de flotación de manera que resulten concentrados que cubran los requerimientos exigidos por las empresas compradoras, tomándose como base de experimentación estudios realizados en Rusia (17) sobre grafito de características similares a las del grafito de Sonora, donde se han obtenido resultados positivos usando métodos de concentración por flotación a molindas muy finas.

Como antecedentes se puede decir que se han llevado a cabo estudios en grafito de la región sin llegar a resultados positivos.

Producción en el Estado de Sonora.

Existen actualmente tres zonas de las que se extrae grafito y son las siguientes: Moredillas, San Francisco,

Mina Santa Clara, situada al sureste de Hermosillo. Los depósitos están constituidos por mantos de grafito entre estratos de pizarras arcillosas. La ley media de este mineral es de 80-85% de carbón grafitico, conociéndose el producto de esta región (al igual que el de San Francisco y Santa Clara) como amorfo. (1)

El último Censo reportado por la Secretaría de Industria y Comercio (2) de la producción de grafito amorfo en Sonora de los siguientes resultados:

<u>AÑO</u>	<u>PRODUCCION TOTAL</u> <u>TCS/AÑO</u>
1965	40,414
1966	38,752
1967	40,690

Los datos reportados por la Comisión de Fomento Minero del Estado de Sonora, la producción durante el año - - 1968-1969 así como la localización de las minas en el Estado se muestra en el siguiente cuadro:

El total de la producción de grafito amorfo para el año que se indicó fue de 50,000 toneladas, que en su mayor parte son para consumo en el mercado de Estados Unidos de Norteamérica y satisface algunas de las necesidades nacionales que actualmente son aproximadamente de 5000 toneladas por año, siendo los mercados principales; Monterrey, Guadalupe y el Distrito Federal.

<u>PRODUCTORES</u>	<u>LOCALIZACION MUNICIPIO</u>	<u>PRODUCCION TON/ANO</u>	<u>CONTENIDO MINI MO DE CARBON - GRAFITICO %</u>
Grafitos Mexicanos, S.A.	La Colorada	16,000.00	85
Grafito Superior, S.A.	Hermosillo	10,000.00	85
Cía. Minera Moreguí rre, S. A.	Guaymas.	18,000.00	85
Cías. del Sr. Feli- pe Bernal.	La Colorada.	6,000.00	85
Grafiters de Guaymas.	Guaymas		85
Total:.....		<u>50,000.00</u>	

4

II. GENERALIDADES SOBRE EL GRAFITO.

El grafito es una forma mineral de carbono cristalizada en el sistema hexagonal.

La clasificación más útil del grafito es la común en la industria que se basa en su manera de formación y resultan tres variedades físicamente diferentes llamadas: ESCAMA DISSEMINADA, DE FILON (se presenta en terrones, astillas y agujas) y ANCRPA (forma criptocristalina). Estas tres clases de grafito natural son la misma forma cristalina de carbono.

A) PROPIEDADES:

Las propiedades del grafito dependen de su forma natural, de los minerales con que está asociado y del contenido de carbón gráfico:

En general se pueden utilizar:

Dureza 0.5 a 1.5 (escala Mohs), Punto de Sublimación mayor que $3,500^{\circ}\text{C}$, Densidad de 2.1 a 2.5, Brillo Metálico de color negro a gris acero, Raya negra, hojas flexibles pero no elásticas.(3).

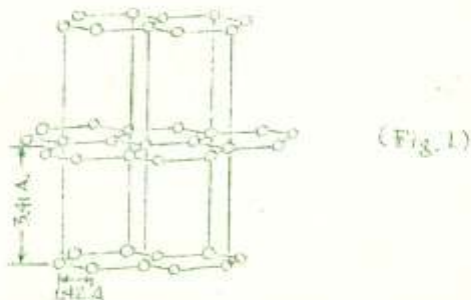
Tiene propiedades muy variables: es untuoso, deja fácilmente huella, arde con lentitud, resiste bien la acción de la atmósfera, es casi químicamente inerte, flexible en gran intervalo de temperaturas, es buen conductor del calor y la electricidad, tiene coeficiente negativo de temperatura para la resistividad, es hidrófobo, forma emulsiones del tipo agua en aceite y es soluble en hierro.

El grafito es unióxido, el signo de la birrefringencia es negativo, las escamas delgadas son opacas pero los cortes sumamente delgados transmiten luz verdeazulada y azulada, el índice de refracción del rayo ordinario es 2.

En luz polarizada entre nicóles cruzados el grafito es casi claro u oscuro con dos extinciones por vuelta. Los cortes basales son isotrópicos, tiene bajo coeficiente de absorción de Rayos X y electrones por su reducido número atómico. (4)

En cuanto a su estructura el cristal de grafito es compuesto de hojas o láminas paralelas de átomos de carbono, cada una de las cuales es un sistema de anillos hexagonales planos condensados de C_6 .

La distancia entre capa y capa es de 3.41 \AA y los anillos de una capa no están situados directamente encima de los de la capa inmediata inferior sino desviados lateralmente en un trecho de 1.42 \AA , la mitad de los átomos de C de una capa están sobre los átomos de la capa inferior, la otra mitad sobre los centros de los anillos hexagonales y la repetición de esta desviación lateral hace que la tercera capa puede como una proyección ortogonal sobre la primera. (Fig.1)



En 20% del grafito no se observa estrictamente esta desviación lateral sino que puede haber alguna desviación lateral de las láminas paralelas al azar.

Cada átomo de C está unido a tres átomos de C contiguos, dispuestos en ángulos de 120 grados en el plano de la lámina y tiene un enlace doble y dos sencillos en resonancia de igual manera que entre las dos estructuras kekulé en

el benceno lo que hace que sean equivalentes todos los enlaces de C a C y resulta entre ellos un tercio de carácter de ligadura doble y dos tercios de ligadura sencilla. (3)

La distancia entre C y C en los anillos es de -- 1.42°A en comparación con el benceno que es de 1.39°A y con la distancia normal entre C y C de 1.54°A . La distancia a través del anillo es de 2.46°A .

Aunque el carbón amorfo presenta cierto grado de estructura cristalina, visto a los Rayos X las propiedades son muy diferentes a las del grafito en estado de división fina, la densidad del carbono es 1.8 y la del grafito es - 2.3, el poder de lubricación es muy diferente y la resistencia eléctrica en el carbono aumenta con la temperatura mientras que en el grafito disminuye.

Debido a la gran distancia que hay entre las capas y la unión débil de estas por fuerza de Van der Waals, el grafito presenta las siguientes propiedades:

I. La aglutinación es débil y es fácil la exfoliación entre las capas. Esta es una de las razones del poder lubricante del grafito.

II. Se permite la entrada de grupos tan grandes - como SO_4^- , NO_3^- y ClO_4^- y átomos de oxígeno. El grafito absorbe potasio líquido entre los planos de los átomos de carbono, se cree en la existencia de C_8K y C_{16}K . Los agentes oxidantes potentes convierten el grafito en óxido grafitico de composición variable, se cree que los átomos de oxígeno entran en el cristal de la misma manera que los átomos de potasio y los grupos HSO_4^- cuando se trata grafito con ácido sulfúrico concentrado en presencia de un buen oxidante con lo que se forma una sustancia llamada "grafi

to azul" o "sulfito de grafito" por reacciones similares se forma el "nitrate de grafito" y el "fluoruro de grafito", - en todas estas reacciones crece el volumen del cristal. (3)

Por su manera de reaccionar el grafito se diferencia del carbón vegetal.

El grafito oxidado con ácido nítrico caliente y clorato de potasio produce ácido grafitico amarillento - - ($C_{11} H_4 O_6$), este calentado a $200^{\circ}C$ experimenta intumescencia y forma óxido pirografítico ($C_{22} H_2 O_4$) que oxidado con ácido nítrico en presencia de clorato de potasio da ácido nítrico $C_6(OOCH)_6$ que es un derivado del benceno.

El carbón vegetal primero produce ácido húmico y por oxidación ulterior ácido maléico. (3,4)

3) ORIGEN DEL GRAFITO.

Geológicamente se halla circunscrito en regiones - donde las rocas mas antiguas están al descubierto sobre todo las rocas precámbricas y paleozoicas inferiores, lo cual se - pueda decir particularmente de los tipos cristalinos de grafito, estas diseminadas y venas. La forma criptocristalina - se halla también en rocas mas recientes.

La formación natural es uno de los procesos de la naturaleza a los que no se ha podido dar explicación satisfactoria. Un tipo importante de formación natural (grafito - amorfo) se explica fácilmente en cuanto a sus caracteres generales a satisfacción de los investigadores ya que los períodos del proceso se pueden deducir fácilmente por los registros geológicos. En otras clases de yacimientos de grafito (especialmente diseminada y de filón) no es tan fácil de explicarlo por no ser evidentes los indicios de los procesos en -

cuya virtud se formó el grafito. En algunos casos existe más de una clase de grafito y hay que idear una teoría de formación aún cuando lo usual es que predomine una forma de producción natural. (4,5)

Fortunadamente, del grafito del Estado de Sonora existen estudios desde 1887 que hizo el Prof. Newberry de la Escuela de Minas de la Universidad de Columbia. Estos yacimientos son un ejemplo clásico de yacimientos del tipo de contacto donde se encuentran varios estratos inclinados de grafito entre areniscas alternadas de la edad triásica lo que se sabe por los restos fósiles encontrados.

Se sabe además que el grafito se formó por la oxidación producida por intrusiones igneas en estratos de carbón mineral triásico (se puede deducir un origen similar respecto de otros yacimientos de grafito amorfo de otros horizontes geológicos e intrusiones de otras edades geológicas).

El grafito de este origen es siempre muy característico: Criptocristalino de aspecto térreo y deja una raya menos brillante que la del grafito de filón, contiene bastante proporción de carbono en comparación con el grafito diseminado, de ordinario es enviado al comercio tal y como se le extrae y esto se debe a que muchos de los minerales o los ligeros inherentes a la hulla original se encuentran en tan fino estado de división y tan uniformemente diseminados en todo el grafito que "no son susceptibles a tratamientos como la flotación". (3)

A pesar de las diferentes teorías existentes aún no se ha podido dar una explicación satisfactoria al origen del grafito de filón.

La formación del grafito de sacmas se relaciona -

con rocas más antiguas en las que se operó un alto grado de metamorfismo regional (lo cual restringe su formación a lugares donde existen gneises, esquistsos, cuarcitas, pizarras y mármoles).

Las escamas de grafito tienen orientación característica como la tienen las micae de que suelen ir acompañados, en dirección perpendicular al esfuerzo cortante y estas ocasionan un paralelismo de estructura mineral que es característica de esquistsos y gneises. También el grafito está dispuesto en fejes y es la forma actual de los restos orgánicos que se cree existieron en la roca original; la subsecuente distorsión geológica por grandes presiones y altas temperaturas, sirvió para concentrar la substancia carbonosa y para convertirla en grafito aunque sea un enigma la forma en que se efectuó esta mutación.

Es probable que ningún modo de origen pueda operar sin total exclusión de todos los demás procesos por -- ejemplo hay signos de que los yacimientos de grafito amorfo están surcados por venas de pegmatita que por su parte son brotes del magma original que produjo la grafitización, por otra parte se alega el origen inorgánico arguyendo la frecuente presencia de grafito en metacritos. (3)

C) U S O S.

En general los usos del grafito se pueden agrupar por las propiedades que de él se aprovechen, tales como su conductividad eléctrica, lubricación, conductividad del calor, su inercia química y como fuente de carbono. (6)

Por otra parte podemos decir que es un vital ingrediente en refractarios, fierro y acero, tubos de TV. proyectiles, reactores nucleares, lubricantes, cepillos de mo-

tor y electrodos.

Descripción de algunos usos del grafito.

Manufactura de Crisoles.- Un uso importante del grafito es en la manufactura de crisoles para la fusión de metales y aleaciones no ferrosas tales como el bronce y el aluminio donde se emplea porque es inerte y tiene propiedades refractarias; estos crisoles de grafito se pueden usar por largos períodos de tiempo y resisten cambios de temperatura desde la ambiente hasta 2,700 - 2,800°F.

En la manufactura de crisoles se ha estado usando grafito de diferentes variedades, aunque el uso de grafito de escamas ha decrecido porque se están haciendo crisoles de carbón-silicio.

Otros artículos accesorios de los crisoles que se usan con éstos o en operaciones similares requieren propiedades refractarias, también se fabrican con grafito, de estos artículos podemos citar tapaderas, tornillos y pirómetros.

Cepillos de Carbón.- En cepillos de carbón de alta calidad para motores eléctricos y otros equipos eléctricos tales como los usados en la aviación militar que operan en sistemas de 32 Volt; se ha estado usando grafito amorfo, para éste propósito es indispensable el uso de un grado especial de grafito amorfo con 97-98% de carbón grafitico. Otros sustitutos han venido siendo insatisfactorios debido a la presencia de impurezas, abrasivos y contaminantes tales como el cobre y el fierro que están presentes en grafito manufacturado y otros grafitos naturales.

Moldes de Fundición.- Materiales finamente pulverizados son usados en las fundiciones para dar superficies finas, el gra

fito es usado para éste propósito mas extensamente que cualquier otro material, el uso práctico es mezclar el grafito con arena, arcilla, talco o mica por lo que no es necesario grafito con porcentaje alto de carbón grafitico pudiéndose usar todos los tipos de grafito amorfo finamente pulverizado y grafito cristalino.

Cuando se requieran recubrimientos muy finos sin defectos se usa un grafito alto en carbón y de una finura im palpable.

Fabricación de acero.- Para recarburizar acero se usan grandes cantidades de grafito amorfo, pero este uso no es necesario grafito alto en carbono.

Lubricantes.- En la manufactura de varias formas de lubricantes es usado grafito de todos tipos. El uso del grafito se debe a que se adhiere fácilmente a la superficie de los metales, llena los poros, dando un chapado que reduce el coeficiente de fricción virtualmente al del grafito mismo. El chapado es protector resistente a casi todas las reacciones químicas y corrosivas.

Aunque el grafito de escamas es preferible porque forma rapidamente una capa con el metal lo que es esencial en una lubricación sólida, el grafito amorfo extremadamente fino llena la misma función, este último tiende a fluir excesivamente supliendo al aceite.

El grafito también es usado en lubricación seca donde el aceite y la grasa pueden ser detrimentos, donde los líquidos no pueden ser usados como en puentes, pianos y máquinas textiles y donde los lubricantes están sujetos a grandes cambios de temperaturas.

El grafito para lubricación debe estar libre de impurezas abrasivas y puede ser usado sólo o mezclado con grasa, aceite o agua.

Lápices.- Quizá el más conocido y temprano uso del grafito - fué en los lápices, éstos consisten en una mezcla de grafito, arcilla y otros materiales moldeados y horneados por varias horas a 1,500 - 2,000°F dependiendo las propiedades finales del lápiz como la dureza de las propiedades del grafito. Los mejores lápices requieren grafito en polvo alto en carbón y libre de impurezas.

Puede usarse grafito amorfo o de escama, en los Estados Unidos de Norteamérica se usan aproximadamente cantidades iguales de grafito de calidad amorfo mexicano y amorfo de Ceylán alto en carbón.

Pinturas.-Grafito natural de cualquier grado de pureza se puede usar en la manufactura de pinturas, tales pinturas tienen valor en la protección de superficies de metales y son usadas en puentes, carros de ferrocarril calentadores y diversos tipos de tanques.

El grafito conteniendo cantidades sustanciales de SiO_2 , se mezclan con compuestos de óxido de hierro o cinc, un apropiado relleno y un aceite como vehículo, todos estos ingredientes hacen la mayoría de las pinturas no corrosivas.

Varios.- Otros usos importantes del grafito son en electrodos, en baterías secas, varias formas de empaque de bombas y motores y en muchas otras cantidades menores. Los electrodos de grafito no son de grafito natural, el coque de petróleo, antrecita y otras formas de carbón están unidas por una resina.

Cantidades sustanciales de grafito son usadas en reactores nucleares como moderador de neutrones pero este grafito es manufacturado. (6)

III. EVALUACION DE LOS METODOS DE CONCENTRACION.

A) FACTORES QUE INFLUYEN EN LA SELECCION DEL METODO.

Para efectuar la concentración de un mineral los sólidos que se van a separar deben reunir las siguientes condiciones:

1. Las partículas deberán encontrarse en un tamaño en el cual el mineral deseado se encuentre liberado de la ganga. (7)
2. Deberán presentar diferencias en sus propiedades físicas o bien en el comportamiento químico de su superficie. (8)

B) SELECCION DEL METODO.

Cumplido lo anterior se selecciona el método de concentración más adecuado tomando en cuenta la magnitud de las diferencias existentes en cada una de las propiedades físicas y químicas.

Los métodos principales de concentración de minerales son: Selección Manual, Métodos de Concentración Eléctrica y Magnética, Diversos Métodos de Concentración por Gravedad y Centrifugación, Elutriación y Flotación. (7)

Método de Selección Manual.- Las propiedades que se utilizan en este tipo de separación son: color y textura propiedades características de cada mineral, sólo se emplea con minerales cuyos tamaños están entre 3' y 8' y que se encuentren completamente puros, por lo menos en su mayor parte.

Este método no se puede emplear en la concentración de grafito amorfo ya que este por naturaleza es terroso y las impurezas que en su mayor parte son sílice son una

dispersión del grafito en ellos y viceversa.

Método de Concentración Eléctrica y Magnética.- Se basa en la diferencia de comportamiento que tienen los minerales al someterse a la acción de campos eléctricos o magnéticos generados en el medio externo.

En el caso de este mineral, la mayor parte de las impurezas es sílice la cual lo mismo que el grafito no es magnética; en cualquier caso, la misma naturaleza del grafito amorfo no permite este tipo de concentración. (7)

Diversos Métodos de Concentración por Gravedad y Centrifugación.- Es el método de separar granos de diferentes densidades, con base en la diferencia de velocidades originadas por la gravedad u otras fuerzas.

El grafito puede separarse de la ganga, sometiendo lo a moliendas muy finas y de esta manera puede concentrarse aunque no completamente. (7)

Este método se señala en la bibliografía (17) como preliminar a la flotación después de un desmenuamiento en las partículas del mineral hasta un 98% menos de .044 mm. esta clasificación es verificada en un turbociclón.

Elutriación.- Este método de concentración se basa en la diferencia de velocidades que adquieren las partículas al pasar una corriente de agua, diferencia que se origina por las diferentes densidades relativas.

Aunque las densidades relativas del grafito y la ganga son diferentes, a la molienda en la que se encuentran separadas (partículas de -140 mallas) se presenta el arrastre físico de las partículas de ganga por el agua no pudiendo ser posible este tipo de concentración.

Flotación.- La flotación de un mineral se basa en el principio de que algunos minerales no son humedecidos por el agua, propiedad que se usa para separarlos de los minerales o ganga que sí son fácilmente humedecibles.

En el presente estudio, la flotación, se prefiere como método de concentración arguyendo los motivos anteriores, la naturaleza del grafito que lo hace que sea fácilmente flotable y los estudios hechos sobre un grafito de Rusia de características similares a las del grafito de la región (grafito morfo).

C) DESCRIPCION DETALLADA DEL METODO DE FLOTACION.

El mineral bien molido es suspendido en agua y una corriente de finas burbujas de aire se hacen pasar a través de la suspensión. Las partículas que se humedecen con dificultad, se rodean entonces con las finas burbujas de aire las cuales llevan a las partículas hasta la superficie del agua, así estas partículas son concentradas en la espuma. Mientras que los fácilmente humectables (otros minerales, ganga) que no se pueden pegar a las burbujas de aire permanecen en la suspensión o se precipitan hasta el fondo. (8)

El mineral que se separa en la espuma recibe el nombre de "concentrado", el mineral que no flota y que queda sumergido dentro de la pulpa se conoce con el nombre de residuo o de "COLAS". (9)

La flotabilidad es un fenómeno de superficie, es necesario que las partículas de un mineral en particular, sean más hidrofóbicas que otras, es una propiedad de los sólidos, algunos lo son más que otros por lo que flotan más fácilmente por ejemplo el azufre, el grafito y los sulfuros metálicos mientras que los óxidos, silicatos y la sílice es

Los procesos físicos y químicos que tienen lugar en la flotación explican el uso de reactivos específicos y los diversos métodos de su uso:

En el caso particular de la concentración de un mineral para hacer que este se adhiera a las burbujas de aire (objeto de concentración) por un lado y la adhesión del mineral que se va desechar en el agua se necesita la acción de reactivos químicos específicos estos reactivos llamados reactivos de flotación más los cuales la aplicabilidad del método se reduciría a los que son de por sí no mojables, llevan nombres descriptivos que van de acuerdo con su uso y que consecuentemente indican su función durante la flotación: "Recubrimiento o Colección", "Acondicionamiento", "Aligeramiento o Levitación" y "Espumación". (8)

Recubrimiento o Colección.- Es un cambio selectivo en la superficie de un mineral a causa del cual se adquiere cierta acción repelente al agua sin que se afecten los otros minerales presentes que sí son mojados por el agua.

Se utilizan productos químicos denominados "Recuperadores", "Frotadores" o "Colectores" cuyas moléculas al ponerse en contacto con las partículas de mineral las envuelven y las hacen no mojables. (8)

Acondicionamiento.- Comprende cambios en la superficie de los minerales y en la composición de la solución acuosa. Este cambio en la superficie, si ayuda a la colección de las partículas modificadas, recibe el nombre de ACTIVACION, pero si evita o estorba tal colección se denomina DEPRESION O INACTIVACION.

En cambio en las propiedades de las soluciones que no provocan modificaciones en las partículas minerales

y que sólo protegen a otros reactivos se conoce con el nombre protección. (9)

Los tratamientos en la suspensión tales como calentamiento, eliminación de lodos, etc., que contribuyen al éxito de la flotación, son también parte del acondicionamiento.

Levitación o aligeramiento.- Es el acto de aligerar las partículas cubiertas por el colector como resultado de una adhesión a burbujas de aire.

Espumación.- Es la acumulación de burbujas en la superficie del medio de suspensión, sobreentendiéndose que la espuma está cargada con partículas de sólido aligerado.

A los reactivos empleados para producir espuma se les llama espumantes.

Principios y Propiedades Físicas en que se Basa la Flotación.
Se considera que es un sistema que consta de tres fases:

Fase Sólida: Constituida por pequeñas partículas de mineral.

Fase Gaseosa: Constituida por las burbujas de aire producidas o introducidas en el medio acuoso.

Fase Líquida: Constituida por el medio acuoso en el cual se encuentran en suspensión las partículas del mineral.

Al iniciarse la flotación, éstas tres fases forman las interfases Sólido-Líquido (mineral y agua) y líquido-gaseosa (burbujas de aire y agua). Al efectuarse la adhesión de las partículas del mineral a la burbuja de aire, se destruyen esas interfases y se forman una nueva la sólido-gaseosa.

Este cambio debe consumir energía que en este caso sería la energía de superficie cuyo valor numérico es igual al valor de la tensión superficial medida en erg/cm^2 o bien en dinas/cm-seg. (14)

Esto significa que el aire no reemplazará al agua sobre la superficie del mineral recubierto previamente por el colector a menos que la suma de todos los términos de energía de superficie después del cambio sean menores que la suma de los mismos antes de efectuar el cambio (12), de lo anterior tenemos:

$$\gamma_{lg} + \gamma_{sl} > \gamma_{sg}$$

γ_{lg} Tensión interfásica líquido-gas
 γ_{sl} Tensión interfásica sólido-líquido
 γ_{sg} Tensión interfásica sólido-gas

$$T = \gamma_{sl} + \gamma_{lg} - \gamma_{sg}$$

T es una medida en ergios del trabajo desarrollado por el sistema por unidad de áreas durante el cambio, como las tensiones no pueden ser medidas directamente, se ponen en función del ángulo de contacto como se puede ver en la figura siguiente en la que se considere que la burbuja de aire que está sobre la superficie del sólido se encuentra en equilibrio, los vectores representan las tensiones superficiales de las interfases:

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lg} \cos \theta + \gamma_{sg}$$

$$\gamma_{sl} = \gamma_{lg} - \gamma_{sg} \cos \theta$$

$$T = \gamma_{lg} (1 - \cos \theta)$$



representa el trabajo que hay que efectuar para destruir la interfase sólido-aire. Muestra la tendencia del mineral de llegar a ser agregado a una burbuja de aire, vemos aquí que dicho trabajo depende de la magnitud del ángulo de contacto. Se pueden considerar los valores extremos de θ , si $\theta = 0$ por lo tanto $T=0$ significa que el líquido moja completamente el sólido y consecuentemente no se puede efectuar la adhesión del sólido a la burbuja de aire -- ($\theta=0$, $T=0$: el sólido no flota).

$$\text{Si } \theta = 180^\circ \quad \cos 180^\circ = -1 \quad T = 2 \gamma_{lg}$$

Con esto se sobreentiende que el líquido no moja al sólido $\theta=180^\circ$ y el trabajo $T=2\gamma_{lg}$ tiene un valor máximo, es decir, que es muy difícil separar el sólido de la burbuja de aire (el sólido flota en su máximo).

El criterio para la flotación es que el ángulo de contacto tiene un valor finito ($\theta > 0^\circ$) al cual corresponde a una medida del reemplazamiento del agua por aire y establece un ángulo de equilibrio entre las fase sólida, líquida y gaseosa. (12)

Relaciones que Determinan si la Burbuja de Aire Cargada con el Mineral Flota en la Superficie o se Hunde.

Estas relaciones fueron dadas por Werk pero en realidad son la aplicación del principio de Arquímedes y de la Segunda Ley de Newton a la flotación.

E = Empuje ascendente sobre la burbuja

V_b = Volumen de la burbuja

G = Aceleración de gravedad

$$E = V_b G (\rho_w - \rho_a)$$

La aceleración hacia arriba de la burbuja de aire cargada con el mineral es: $A = F$

F= Empuje ascendente de la burbuja cargada con el mineral.

k= masa de la burbuja cargada con el mineral.

a= aceleración hacia arriba de la burbuja cargada con el mineral.

$$F = \rho_w (V_b + V_m) a - (V_b \rho_w + \rho_m V_m)$$

$$k = V_b \rho_w + V_m \rho_m$$

$$a = \frac{L (V_b + V_m) \rho_w - (V_b \rho_w + V_m \rho_m)}{V_b \rho_w + V_m \rho_m}$$

V_k = Volumen de la partícula mineral

ρ_w = Densidad del aire

L = atracción capilar entre la burbuja y mineral

ρ_m = Densidad del mineral

La burbuja cargada con el mineral se hunde si F es negativa, es decir si:

$$V_b \rho_w + V_m \rho_m > (V_b + V_m) \rho_w \quad \text{y si } L > E$$

La burbuja cargada con el mineral flota si F es positiva:

$$V_b \rho_w + V_m \rho_m < (V_b + V_m) \rho_w \quad \text{y si } L > E$$

La burbuja y el mineral se separan si: L < E (33)

Por lo anterior se pueden deducir las propiedades que deben reunir los reactivos de flotación.

Los colectores deben ser repelentes al agua. Esta repelencia se encuentra en la mayoría de los compuestos orgánicos, dentro de estos podemos clasificar dos tipos de colectores.

... aceites hidrocarbonados puros (insolubles en agua)

3. Compuestos orgánicos ionizables con un radical hidrocarbonado formando parte del ión. (parcialmente solubles).

Los colectores del tipo (A) sólo pueden recubrir a minerales hidrocarbonados como: carbón, azufre, grafito y un pequeño grupo de sulfuros de los cuales la molibdenita es el ejemplo típico y mejor conocida; pero la mayoría de los minerales no son recubiertos por colectores de este tipo, sino por los del grupo (B); en este caso el ión que se combine con componentes de la superficie del mineral debe poseer una cadena hidrocarbonada en el extremo opuesto de su unión para contrarrestar el efecto solubilizante de ésta, de tal manera que cuando la parte iónica de la molécula del colector reacciona con un ión presente en la superficie del mineral forma a la vez un compuesto que sea insoluble bajo las condiciones de concentración de los reactivos y otras iones existentes en la zona de la pulpa cercana a la superficie de la partícula mineral. (12)

El contenido de carbón de la parte hidrocarbonada del ión debe ser suficiente para vencer el efecto solubilizante del grupo activo en este ión cuando la reacción con el mineral se hace posible. El contenido de carbón debe depender aparente de la naturaleza del grupo activo. Los grupos hidrocarbonados del ión, si son alifáticos, son más repelentes al agua que los grupos hidrocarbonados aromáticos de igual peso molecular, por ejemplo el etilo que tiene el mismo poder repelente al agua que el fenilo; sin embargo, el carácter repelente se aumenta grandemente por la introducción de alifáticos en el anillo. (12)

La efectividad de los colectores con un grupo activo, dado depende del carácter repelente al agua impartido por el grupo hidrocarbonado. Esta repelencia al agua está

dados en terminos del ángulo de contacto de esos grupos (al aumentar el ángulo de contacto aumenta la repelencia al agua).

En la tabla siguiente se puede apreciar que al aumentar los átomos de carbono de los radicales orgánicos aumenta el ángulo de contacto.

RADICAL ORGANICO	FORMULA	ANGULO DE CONTACTO
Metilo	CH_3^-	50
Etilo	CH_3CH_2^-	60
Propilo	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2^-$	68
Butilo	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3^-$	75
amilo	$\text{C}_5\text{H}_{11}^-$	85
Isosmilo	$\text{C}_5\text{H}_{11}^-$	86
Oleilo	$\text{C}_{17}\text{H}_{33}^-$	90
Cetilo	$\text{C}_{16}\text{H}_{33}^-$	95

Los compuestos "iso" dan un ángulo de contacto ligeramente mayor que los compuestos normales. (12)

La recuperación obtenida con una cantidad dada de colectores es mayor cuando aumenta el ángulo de contacto, inversamente, la cantidad de reactivo requerido para efectuar un grado dado de recuperación disminuye cuando aumenta el contenido de carbón de una serie homóloga.

El grupo iónico de los colectores puede ser de

colio, grasas de peso molecular elevado y sus sales alcalinas (jabones) y por los mercaptanos, xantatos y ácidos tiosfóricos y sus sales, tales colectores se designan como aniónicos por el hecho de que el grupo hidrocarbonado esté en el anión.

Los colectores catiónicos son bases orgánicas, - por ejemplo aminas o sales de tales bases. (12)

Activantes.- Estos, como se dijo anteriormente, eliminan todos los impedimentos que se oponen a que las partículas por un recubrimiento adecuado se adhieran, favoreciendo así la adhesión de las partículas a las burbujas de aire, tales impedimentos son:

1. Formación de una capa múltiple (película múltiple molecular) de colector sobre las partículas minerales, esta es una superficie en la cual alternan elementos polares y no polares que evitan que las burbujas de aire se le adhieran.

2. Deposición de limos (partículas sólidas muy finas) sobre partículas minerales previamente recubiertas por el colector. Esto evita que las partículas minerales cubiertas adecuadamente por el colector se adhieran a las burbujas de aire.

Los reactivos usados para evitar la deposición de limos sobre las partículas del mineral son principalmente: ácidos, bases, silicatos o fosfatos alcalinos y dispersantes coloidales orgánicos. En síntesis, los activadores son aniones o cationes que modifican la superficie de un mineral para que este absorba más fácilmente el colector. Cualquier ión activará la superficie de cualquier mineral, siempre que forme con un ión disponible de él un compuesto menos soluble que sea superficie. (8,10)

La naturaleza del activador esté determinada por el colector que se usa y a su vez los activadores fijan la clase del colector que deberá emplearse. Así, si empleamos colectores aniónicos, los activadores (activos) serán sales de metales pesados o de óxidos metálicos, cuando se trate de colectores catiónicos se emplearán iones silicatos. (9)

Depresores.- Son aquellos reactivos que impiden que la película de colector normalmente adsorbida por varias especies minerales por separar, sea adsorbida por una de ellas. Esto se puede efectuar por los siguientes métodos: (8,9)

1. Impedir la activación de la superficie del mineral por medio de sales solubles presentes en la pulpa.
2. Proteger o recubrir la superficie del mineral contra cualquier reacción del colector.
3. Destrucción de películas de colectores que estén cubriendo el mineral.
4. Dispersión de los limas que cubren el mineral.
5. Activación de la superficie para hacerla óvula por el agua.

Los agentes depresores son generalmente iónicos, en la depresión de minerales que normalmente responden al colector, el ión activo del depresor tiene el mismo signo que el ión activo del colector. (12)

Los depresores más usados son: álcalis y ácidos, los iones carbonato, silicato y cianuro, en una proporción menor los iones sulfito y cromato y los coloides orgánicos.

El estudio del mecanismo de la coleccion es complejo, por que los mismos reactivos pueden reaccionar de modo diferente al evitar la flotación de diversos minerales y la

misma clase de acción sobre un mineral dado puede ser producido por varios reactivos químicos que no tienen entre sí ninguna semejanza.

Espumantes.- Son sustancias que al ser disueltas en un líquido abaten la tensión interfase gas-solución por lo que imparten al líquido una facilidad para formar espuma, se ha visto que los espumantes que forman una espuma más estable son aquellos que abaten más la tensión superficial del líquido en el que fueron disueltos. La medida en que la tensión superficial se abate es proporcional a la magnitud de la concentración del soluto (espumante) en la película superficial de lo que se concluye que para que se produzca una espuma tiene que haber una concentración en la superficie de la película diferente a la concentración en el seno del líquido, por lo que según Foulk, los líquidos puros no deben producir espuma al ser agitados. (8)

La cantidad de espumante depende del mineral y del mismo agente espumante empleado pero en general se usan de 22.7 a 90.8 gramos por tonelada de mineral tratado. Bartsch encontró que cualquier espumante en solución acuosa tiene su máximo poder de espumación a una concentración intermedia entre las citadas. En esta concentración la tensión superficial de los espumantes que son alcoholes, ácidos, fenoles y aminas oscila entre 74 y 70 dinas/cm. (13)

Estructura de los Espumantes.- Se caracterizan por la presencia de dos constituyentes que tienen propiedades opuestas, una parte de la molécula es polar, grupo que le imparte propiedades solubilizantes en agua y otra parte no polar, por lo tanto no soluble en agua. Las propiedades espumantes dependen de la composición y estructura de ambas partes de la molécula. Entre las sustancias homólogas en la longitud de hidrocarburos la capacidad para producir espuma...

la longitud de la cadena y disminuye si la longitud de la -
cadena llega a ser muy grande. Sustancias que contienen el
mismo grupo polar y la misma solubilidad, pero estructuras
diferentes en la parte no polar de la molécula tienen sin
embargo cualidades espumantes con cierta semejanza respecto
al valor que puede tener un espumante la parte polar es tan
importante como la no polar; Taggart, Taylor e Ince llega -
ron a la conclusión de que un buen espumante contiene un -
grupo polar y solamente uno, preferiblemente un grupo que
contenga oxígeno como oxidrilo, carboxilo o carbónico, o -
bien nitrógeno como grupo amino o nitrilo. (15)

Mecanismo del Espumante.- La espuma debe de ser considerada
por el carácter dual de las moléculas del espumante que tie -
nen un grupo polar ávido al agua y un grupo no polar repe -
lente a ella. Estas dos afinidades se satisfacen si las mo -
léculas se encuentran en las paredes de las burbujas de tal
manera que su parte polar esté adherida a la fase acuosa -
y su grupo no polar lo esté a la interfase gas-líquido. Co -
mo resultado de la adición de un espumante las burbujas de
gas formadas bajo la superficie del líquido son recubiertas,
en cierto modo, por una capa de moléculas del espumante lo
que permite que cada burbuja previamente recubierta se acer -
que a otra burbuja sin que se efectúe una unión entre ellas.
La función que tiene el espumante es suministrar a la pelícu -
la que envuelve a cada película de gas la mayor resistencia
para que sea suficientemente viscosa por sí misma. Este efec -
to estabilizante también se logra introduciendo sólidos fi -
namente divididos en la interfase, lo que produce una mayor
resistencia de la película.

Como se ve lo que se hace en la flotación al pro -
vocar la adhesión de esas partículas de mineral en la inter -
fase solución gas es dar una mayor resistencia a la pelícu -

Condiciones que debe reunir un buen espumante.

1. que no tenga propiedades colectoras (10)
2. que sea un intenso activador de superficie. (8)
3. que sea independiente de la clase y cantidad de solutos presentes en la pulpa. (8)
4. que la espuma sea abundante y lo suficiente estable para asegurar su presencia durante todo el tiempo que dure la flotación, que no sea quebradiza. (8)
5. que no adsorba jabón o coloides. (8)

Espumantes usados en la flotación.- Actualmente se emplean: aceite de pino, ácido cresílico y ciertos alcoholes. Los alcoholes silíficos que tienen entre 7 y 10 átomos de carbono son poderosos espumantes, conocidos en el mercado con los siguientes nombres: Alcoholes Dupont, American Cyanamid, Frothing Agents, Hicola, etc. Agentes espumantes como gelatinas, esponinas y jabones que forman espuma coloidal por la cantidad de mineral que se concentra en la espuma por el hecho de que tales agentes aumentan grandemente el poder espumante. La razón es que los coloides que forman la espuma son adsorbidos por las películas del mineral; esto rompe la adsorción del colector y así disminuye la cantidad de mineral arrastrado por la espuma. (10)

Espumantes usados con los colectores no catiónicos.- Se usa aceite de pino que da una espuma quebradiza, pero tiende a flotar los minerales no silíficos si cualquier ácido graso está presente en el sistema. Los alcoholes superiores tienen menor tendencia a flotar dichos minerales. El cresol, también empleado con estos colectores puede llevar ácidos carboxílicos y aceites neutros, los cuales tienden a flotar los materiales no silíficos. (12)

Depresión del Cuarzo.- La depresión se efectúa por adición de un ácido, por precipitación o por formación de compuestos complejos de los iones activos disueltos.

1. Depresión por ácido.- El ácido sulfúrico deprime el cuarzo en la flotación aniónica reprimiendo la ionización del ácido silícico en las superficies de las partículas por el efecto de acción de masas evitando así la activación del metal y el consiguiente recubrimiento de colectores. También deprime la ionización de los colectores formados por ácidos grasos disminuyendo la disponibilidad del ión colector.

2. Depresión por precipitación de iones activos. El ion fluoruro se emplea como un precipitante para los iones ferricos, férrico y aluminio por tanto sirve para evitar la activación del cuarzo por éstos iones, forma complejos relativamente estables. Por ejemplo fluorosilicato y fluorosulfato.

En la práctica cuando el cuarzo tiene una tendencia excesiva a flotar, se acostumbra a usar carbonato de sodio, silicato de sodio o un fosfato alcalino para el control del proceso (no se conoce que funciones tengan estos agentes) otros agentes útiles son: Argol, tartratos, citratos y colorantes, especialmente los pertenecientes al grupo de los hidroxiquinonas. (9)

IV. EXPERIMENTACION.

Etapos y objetivos que se consideraron en la planeación y -
Fundamentación del trabajo experimental.

I. Etapa.

Determinaciones analíticas en el Grafito.

Objetivos:

- a) Determinar la ley analizada de las esbozas de experimentación.
- b) Determinar el % C de las partes separadas en cada tratamiento con el fin de elaborar su correspondiente balance metalúrgico.

II. Etapa.

Pruebas Preliminares.

Objetivos:

- a) Determinar el tamaño en que el grafito y la goma se encuentran liberados uno del otro, de manera que sea posible una concentración aceptable, con el fin de seleccionar el tamaño en que deberá de ser molido antes de ser flotado.
- b) Determinar los factores que se van a variar y los niveles en que se van a trabajar los factores para elaborar el -
Diseño de Experimentos.

III. Etapa.

Diseño Factorial de Experimentos.

Objetivos:

- a) Determinar utilizando análisis de varianza de los resultados las variables significativas en la experimentación.
- b) Determinar la combinación del tratamiento más adecuado para la flotación del grafito amorfo de la región.

La experimentación se llevó a cabo en el equipo que se encuentra en el laboratorio de la Comisión de Fomento -

torio el % de C de la muestra original y después para conocer la efectividad de cada tratamiento, analizar también las partes separadas, concentrados y GCLAS y finalmente hacer el balance metalúrgico que nos ilustre claramente el contenido de valores y la recuperación obtenida.

4. Método ST. para Determinación de Carbón en Grafito. (16)

La muestra debe ser molido y pasar una malla - - + 60 (250) secada, pesada y posteriormente calcinada en una mufla provista de una corriente de aire con permanencias de temperatura en períodos de una hora a 500°C, dos horas a -- 750°C y una hora a 950°C hasta que el peso obtenido sea constante en un rango de ± 0.0002 g.

La diferencia en peso de la muestra inicial y el - peso de la ceniza es la cantidad de carbón grafitico. Para - el resultado final se tomó el promedio de los dos últimos - pesos de cenizas.

La muestra de la región mencionada de "Cobalmar" - originalmente de 250 Kg., es de aspecto terroso a simple vi- te y así lo comprobó posteriormente el análisis de mallas - efectuado, se cuarteó usando el método convencional hasta - una muestra de aproximadamente 60 Kgs.

Esta última porción de 60 Kgs. es la que se utili- zó en toda la experimentación, homogenizándola cada vez que de ahí se tomaban muestras para su análisis o para tratamien- tos metalúrgicos.

La muestra de 60 Kg. es lo que se conoce como Ca - bezas de Experimentación.

Mínero y en la Escuela de Ciencias Químicas de la Universidad de Sonora.

El equipo usado consta de:

1. Juego de mallas tipo Tyler (+10, +24, +35, +60, +100, +140, +200) y su agitador.
2. Molino de bolas cilíndrico con bola de fierro de diámetro variable entre 1" y 1/2".
3. Máquina de flotación banco tipo laboratorio para 1 Kg. de sólidos con celdas de 9 y 4 decímetros cúbicas. motor tipo SA. FRANK 655 MASTER.
4. Filtro de presión. Serie 67-127 - The Galliger Co. B. Metallurgical.
5. Estufa. 363995 Sargent, Gravity Convection, Electric 150°C.
6. Muflo. 336845, tipo 1500 - 115 Volts.
7. Balanza. Analítica 82530 - Kettler H.5

I. Etapa.

DETERMINACIONES ANALITICAS EN EL GRAFITO.

La efectividad de un tratamiento metalúrgico se comprueba haciendo un balance que muestre en general los contenidos de valores después de efectuado el tratamiento, dicho de otra manera, el balance metalúrgico tiene por objeto dar en forma de porcentaje de recuperación los resultados de un tratamiento metalúrgico.

En el caso específico de la flotación del grafito es necesario determinar por medio de análisis en el labora-

B. Determinación de Carbón Grafítico en las Cabezas de Experimentación.

Se utilizó el método Estándar para determinación de carbón en grafito (Pag. 32), y se analizaron 30 muestras tomadas al azar, obteniéndose los siguientes resultados:

%C	%C	%C	%C	%C	%C
77.88	77.80	77.71	78.80	77.81	76.93
77.30	77.08	77.70	78.22	77.62	77.19
78.30	77.18	76.89	77.55	78.61	77.99
79.03	78.19	76.50	77.46	78.21	78.18
78.08	78.50	77.92	76.85	77.75	77.36

Esta serie de datos se clasifican en una tabla de frecuencias como se indica a continuación:

No. de Clase	Intervalos de Clase	Marcas de Clase.Xi	Fi
1	76.3 - 76.6	76.45	1
2	76.6 - 76.9	76.75	2
3	76.9 - 77.2	77.05	4
4	77.3 - 77.5	77.35	3
5	77.5 - 77.8	77.65	6
6	77.8 - 78.1	77.95	5
7	78.1 - 78.4	78.25	5
8	78.4 - 78.7	78.55	2
9	78.7 - 79.0	78.85	1
10	79.0 - 79.3	79.15	1

En esta clasificación se supone que todas las medidas incluidas en un intervalo, a dicho valor del punto medio se le llame marca de clase.

En esta tabla se incluyen las marcas de clase de bido a que son los nuevos valores asignados a las mediciones, la letra X_i se emplea para denotar la marca de clase y la letra F_i para representar la frecuencia correspondiente. La letra n se usa para denotar el número total de mediciones, como la suma de las frecuencias de todos los intervalos debe ser igual al No. total de mediciones, se tiene que $n = F_1 + F_2 + \dots + F_k$, donde n es el número de intervalos de clase que tiene la tabla de frecuencias.

De la tabla de frecuencias obtenemos de todos los valores la medida de la tendencia central $\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k X_i F_i$ \bar{X} es el valor que nos interesa considerar.

Podemos obtener también la variancia " s^2 " de la muestra y la desviación 3 σ " s " de la muestra:

$$s^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^k X_i^2 F_i - \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^k X_i F_i \right)^2$$

Sustituyendo los valores en las fórmulas tenemos:

$$\bar{X} = \frac{1}{30} (26.45) + (2 \times 76.75) + (4 \times 77.05) + (3 \times 77.35) + (6 \times 77.65) + (5 \times 77.95) + (5 \times 78.25) + (2 \times 78.55) + 78.85 + 79.15$$

$$\bar{X} = 77.74$$

$$s^2 = \frac{30 (5893.3 + 2(5891.26) + 4(5936.7) + 3(5983.02) + 6(6029.52) + 5(6076.20) + 5(6123.06) + 2(6170.1) + 6206.32 + 62.64.72 - (2332.2^2))}{30 (30-1)}$$

$$s^2 = \frac{30 (181.308.34) - (2332.2^2)}{870}$$

$$s^2 = \frac{23.36}{870}$$

$$s^2 = 0.02685$$

$$s = 0.1638$$

El valor promedio $\bar{X} = 77.74\%$ es la ley analizada de las Cobetas de Experimentación.

Tomando en cuenta que la finalidad del presente estudio es obtener las condiciones óptimas de concentración - por flotación de grafito amaro de ley inferior al 85%, se considera útil la muestra de la región de Cobalmar cuya ley analizada fue de 77.74% de Carbón grafitoso.

II. Steps.

PRUEBAS PRELIMINARES.

Análisis de Mallas.- El análisis de mallas se muestra en el siguiente cuadro y comprueba el aspecto terroso del grafito de la región de Cobalmar.

<u>No. de Malla</u>	<u>Peso g.</u>	<u>% Peso</u>
+ 10	0.9	0.181
-10, + 24	103.6	20.850
-24, + 35	114.0	22.900
-35 + 60	84.8	17.034
-60 + 100	63.6	12.760
-100 + 200	57.0	11.450
-200 - 200	73.7	14.805
<u>Total:</u>	<u>497.8</u>	<u>100.00</u>

Flotación I.

De las cabezas de experimentación se tomó M Eg. - que respondió al análisis de malico anterior cuya ley analizada es de 77.74 % C.

Los reactivos y cantidad de los reactivos, tiempo de acondicionamiento se establecieron de acuerdo con (10) - (11) y (17), el tiempo de flotación se estableció por observación directa del proceso.



BALANCE METALURGICO

No. Mallo.	C A B E Z A S		C O N C E N T R A D O S			Conte. Recuperación
	Peso (g)	% Peso	Peso (g)	% Peso	% C	
- 10 + 24	103.8	20.85	12.0	5.2356	77.7	4.068
- 24 + 35	114.0	22.900	28.5	12.4346	79.65	9.904
- 35 + 60	94.8	17.034	34.3	14.9651	78.20	11.703
- 60 + 100	63.6	12.780	38.0	16.3794	76.70	12.716
- 100 + 200	57.0	11.450	47.7	20.8115	79.42	16.528
- 200 + 200	73.7	14.805	68.7	29.9738	81.02	24.285
Totales:	496.9	100.00	229.2	100.000		79.204

En el cuadro se puede observar que los contenidos de C aumentan conforme disminuye el tamaño de la partícula, aunque el % de C en las diferentes porciones permanece sin variaciones significativas, lo que comprueba la homogeneidad del mineral, se puede observar que a la mayor molienda (-200 mallas) los concentrados alcanzan un porcentaje de C mayor al 50%. Por otra parte de 500 g. sólo se concentran en la espuma 229.2 g. menos del 50% en peso.

En todos los casos, el contenido en una cantidad proporcional al Contenido de carbón en gramos utilizado para calcular el Ensayo.

Flotación II.

En ésta 2da. prueba se aumenta el tiempo de flotación a 7 min. y se mantienen todas las demás variables constantes excepto el tamaño de la partícula que se mantuvo entre menos 60 y menos 200 mallas.

			t. cont.
Cabezas 1 Kg.	Queroseno	1.98 ml.	10 Min.
	$Na_2 Si O_3$	0.5 g.	6 "
	aceite de Pino	2 gotas	2 "
	↓		
	FLOTACION FUNDAMENTAL 7 Min.		
	DILUCION 1:3		
	↓		
CONCENTRADOS 89.3 g.			COCLAS 409.5 g.

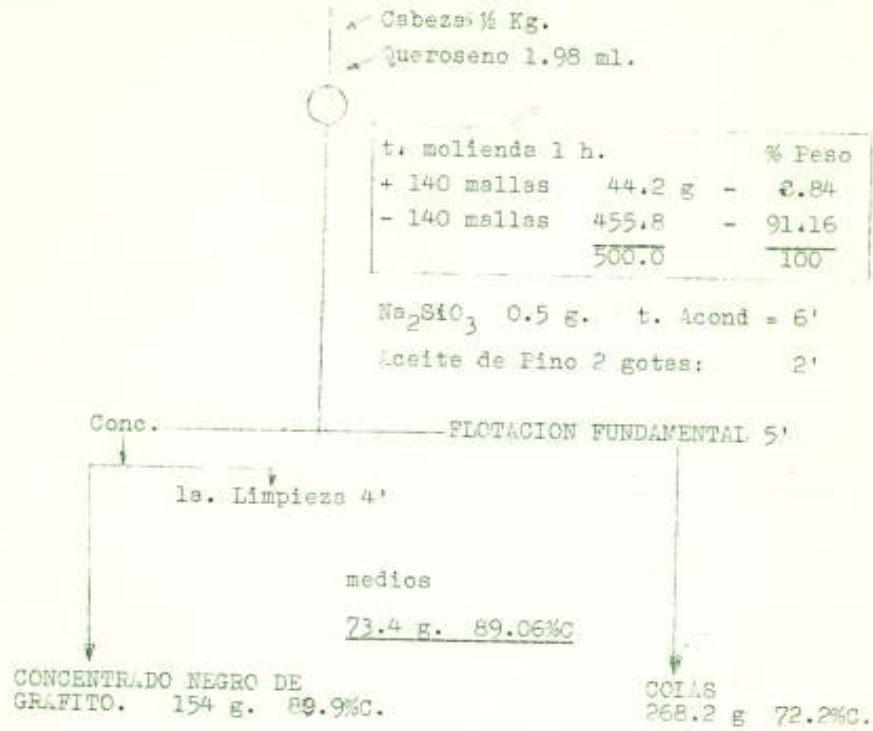
Por los resultados que se observan en la Tabla de la hoja siguiente, el tamaño de la partícula óptimo es de -200 mallas. Para evitar el arrastre de las partículas de mayor tamaño durante la flotación y comprobar si están separadas la masa de la ganga entre -140 y -200 mallas se hacen las siguientes pruebas.

Las siguientes flotaciones se hacen con más del -
90% en peso del mineral con el tamaño de partícula que ha -
sido sugerido:

No. Mails.	C O N C E I T A S		C O N C E I T K		D O S		Repu- ref. On.
	Fuso (g)	% Fuso	% C	% Fuso	% C	Conte- didos.	
- 60 + 100	142.0	28.4	76.70	0.96	79.6	0.764	1.019
- 100 + 140	142.0	28.4	78.68	7.94	81.22	6.449	8.599
- 140 + 200	74.0	14.8	77.10	0.36	80.5	0.300	0.400
- 200 + 200	142.0	28.4	76.93	8.64	87.46	7.556	10.075
T o t a l:	500.0	100.0		17.90		15.069	20.093

No. Mails.	C O N C E I T A S		C O N C E I T K		D O S		Repu- ref. On.
	Fuso (g)	% Fuso	% C	% Fuso	% C	Conte- didos.	
- 60 + 100	142.0	28.4	76.70	53.81	72.70	39.120	52.164
- 100 + 140	142.0	28.4	78.68	10.75	74.74	8.039	10.712
- 140 + 200	74.0	14.8	77.10	10.02	69.78	6.992	9.323
- 200 + 200	142.0	28.4	76.93	7.52	76.90	5.280	7.708
T o t a l:	500.0	100.0		82.10		59.931	79.907

Flotación III.



BALANCE - METALURGICO

Porción.	Peso	% Peso	%C	Contenido	Recuperación.
Concentra dos.	154.0	31.0	89.90	27.87	34.759
Medios.	73.4	14.8	89.06	13.18	16.438
Colas.	268.2	54.2	72.20	39.13	48.803
Totales:	496.6	100.0		80.18	100.000

Flotación IV.



BALANCE - METALURGICO

Porción.	Peso g	% Peso	% C	Contenido	Recuperación
Colas.	92.40	18.48	44.90	8.30	10.657
Colas 1a. limpieza.	107.30	21.46	73.90	15.86	20.365
Colas 2a. limpieza.	40.15	8.03	77.82	6.25	8.025
CONCENTRADO NEGRO	15	3.01	91.24	4.50	5.625

En las dos últimas pruebas se observan los mejores resultados.

Cuando el tamaño de la partículas es - 200 mallas Prueba IV, el rendimiento no se separa mucho del observado cuando la flotación es hecha con 91.16% del peso de las partículas a - 140 mallas, (Flotación III).

En la Flotación IV, cuando el tamaño de la partícula es de - 200 mallas, se ha hecho una limpia más con reactivos la recuperación aumenta de 34.759% a 60.952% - pero el % de C no aumenta significativamente.

Todas las condiciones de las pruebas fueron establecidas con la información previa del proceso (10), (11) y (17) y con los resultados de una prueba preliminar a otra.

Las variables consideradas en las diferentes pruebas fueron:

1. Tamaño de la partícula.
2. Núm. de limpias.
3. Reactivos en las limpias.
4. Tiempo de flotación.

De las pruebas preliminares podemos establecer:

I. a - 140 mallas, las partículas de ganga y carbón están separadas.

El tiempo de molienda de una hora cuando el 91.16% en peso de las partículas es - 140 mallas se establece fijo previo al proceso de flotación.

Para ver la forma en que las otras variables afectan al proceso se elabora un Diseño de Experimentos 2ⁿ con tres factores y dos niveles c/u como se muestra en el siguiente cuadro:

FACTORES	NIVELES	
	Sup.	Inf.
No. de Limpias.	3	1
Reactivos en las Limpias.	1	0*
Tiempo de Flotación.	9'	5'

* Cuando existe presencia de reactivos en las limpias será indicado con el No. 1 y cuando no haya reactivos en las limpias por el 0.

III. Steps.

DISEÑO FACTORIAL DE EXPERIMENTOS.

Principios Elementales del Diseño Factorial. Experimentos llevados a cabo en el laboratorio o en una planta industrial están en general encaminados a determinar los efectos de uno o más factores sobre el rendimiento de un proceso o la calidad de un producto, la resistencia de un material al ataque químico, etc. Una ventaja considerable se gana si el experimento es diseñado de tal manera que el efecto de cambio de cualquier variable puede ser observado independientemente de los otros.

Una manera de lograr esto es establecer una serie de valores o niveles para cada uno de los factores que se estudian y probar el proceso con cada una de las posibles combinaciones de los niveles de los factores. Un experimento hecho de esta manera es llamado EXPERIMENTO FACTORIAL.

En el análisis de los resultados de un experimento factorial, el efecto de cada factor puede ser determinado con la misma exactitud como si un factor hubiera sido variado a un tiempo y los efectos de interacción entre los factores también pueden ser evaluados. (18)

Factor.- El factor de un experimento denota cualquier fase o condición del experimento el cual cambie los resultados de una prueba a otra, por ejemplo T, P, velocidad de una reacción, tamaño de la partícula, tiempo etc.

Niveles.- Los diferentes valores de un factor examinado en un experimento son conocidos como niveles.

Tratamiento o Combinación del Tratamiento.

En un experimento Factorial habrá tantos tratamientos como combinaciones posibles de factores y niveles entre sí.

Resultado.- El resultado numérico del proceso que se estudia es llamado resultado correspondiente del tratamiento.

Efecto de un Factor.- Es el cambio en el resultado producido por el cambio en el nivel de un factor. El efecto es simplemente la diferencia entre el resultado promedio de todas las pruebas llevadas a cabo en un nivel del factor y el promedio de todos los resultados llevados a cabo en el 2o. nivel.

El Diseño Factorial más simple es el que incluye dos factores con dos niveles siendo 2^n el número de clases, donde n es el número de factores.

En el presente experimento se pretende conocer los efectos de tres factores a dos niveles cada uno sobre el % de recuperación en el Proceso de Floteación; n=3 y por lo tanto el número de tratamientos o combinaciones es 8.

Los factores son A, B, C, y sus niveles (1), a; (1), b y (1), C, respectivamente.

Símbolos para la combinación del tratamiento.

- (+) Indica que el factor está en su nivel alto.
 (-) Indica que el factor está en su nivel bajo.

Los tres factores generan las combinaciones de tratamientos indicados en los siguientes cuadros:

Símbolos de Combinación del Tratamiento.	FACTORES		
	A	B	C
(1)	-	-	-
a	+	-	-
b	-	+	-
c	-	-	+
ab	+	+	-
ac	+	-	+
bc	-	+	+
abc	+	+	+

Condiciones de los Tratamientos que Forman el Diseño Factorial de Experimentos.

Símbolos de Combinación del Tratamiento.	FACTORES		
	A	B	C
	No. de Limpes	Reactivos en las lín. pias.	Tiempo de Flotación.
(1)	1	0	5'
a	3	0	5'
bo	1	1	9'
c	1	0	9'
ab	3	1	5'
ac	3	0	9'
bc	1	1	9'
abc	3	1	9'

a) RESULTADOS DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

Tratamiento (1)

Porción	Peso (g)	% Peso	% C	Conte. aido.	Reduccion.
Colas	98.3	21.305	58.64	12.536	16.205
Colas limpia	91.8	19.8%	75.62	15.045	19.448
Concentrados	271.3	58.799	84.66	49.779	64.347
Totales:	461.4	100.000		77.360	100.000

Tratamiento (a)

<u>Porción</u>	<u>Peso (g)</u>	<u>% Peso</u>	<u>% C</u>	<u>Conte nido.</u>	<u>Recupe ración.</u>
Coles	122.4	26.599	66.72	17.747	22.761
Coles 1a. lin pis.	93.4	20.295	78.28	15.887	20.375
Coles 2a. lin pis.	39.4	8.561	70.50	6.036	7.741
Coles 3a. lin pis.	19.2	4.172	76.16	3.177	4.075
Concentrado	185.8	40.373	87.00	35.124	45.048
<hr/>					
Totales:.....	460.2	100.000		77.971	100.000

Tratamiento (b)

<u>Porción</u>	<u>Peso (g)</u>	<u>% Peso</u>	<u>% C</u>	<u>Conte nido.</u>	<u>Recupe ración.</u>
Coles	86.5	18.322	56.00	10.260	13.390
Coles limpis	92.1	19.508	68.80	13.421	17.515
Concentrados	293.5	62.170	85.16	52.944	69.095
<hr/>					
Totales:	472.1	100.000		76.625	100.000

Tratamiento (ob)

Porción	Peso (g)	% Peso	% C	Conte nido.	Recupe ración.
Colas	113.0	22.686	62.68	14.219	18.470
Colas 1a. lig pia.	26.7	5.360	45.52	2.440	3.170
Colas 2a. lig pia.	29.8	5.983	60.76	3.635	4.722
Colas 3a. lig pia.	28.9	5.802	76.12	4.416	5.736
Concentrados.	299.7	60.169	86.88	52.275	67.902
T o t a l e s :	498.1	100.000		76.985	100.000

Tratamiento (c)

Porción	Peso (g)	% Peso	% C	Conte nido.	Recupe ración.
Colas	116.6	24.465	59.48	14.552	18.886
Colas limpia	62.0	13.009	70.46	9.166	11.896
Concentrados	298.0	62.526	85.10	53.335	69.218
T o t a l e s :	476.6	100.000		77.053	100.000

Tratamiento (ad)

Porción	Peso (g)	% Peso	% C	Conte nido.	Recupe ración.
Colas.	117.6	25.13	60.9	15.30	19.87
Colas 1a. lig pia.	92.1	19.70	70.06	13.80	17.93
Colas 2a. lig pia.	43.0	9.19	76.42	7.03	9.13
Colas 3a. lig pia.	15.1	3.20	82.60	2.26	2.93
Concentrados.	200.0	42.75	90.32	38.61	50.14
T o t a l e s :	467.8	100.00		77.00	100.00

Treatmento (ba)

<u>Porción. C</u>	<u>Peso (g)</u>	<u>% Peso</u>	<u>% C</u>	<u>Conte tado.</u>	<u>Recupe- ración.</u>
Colas	72.6	15.865	41.94	6.590	8.619
Colas 1o. 11m	44.0	9.615	63.26	6.082	7.954
Concentrados.	341.0	74.520	85.60	63.789	83.437
T o t a l e s:	457.6	100.000		76.461	100.000

Treatmento (aba)

<u>Porción.</u>	<u>Peso (g)</u>	<u>% Peso</u>	<u>% C</u>	<u>Conte tado.</u>	<u>Recupe- ración.</u>
Colas	51.0	12.190	44.20	5.388	7.098
Colas 1o. 11m pis.	39.1	9.345	53.22	4.973	6.551
Colas 2o. 11m pis.	29.3	7.003	60.12	4.210	5.546
Colas 3o. 11m pis.	39.7	9.532	72.52	6.187	8.150
Concentrados.	263.3	62.930	87.64	55.152	82.655
T o t a l e s:	418.4	100.000		75.910	100.000

Expresiones Simbólicas Para los Efectos.

El efecto medio de un factor se calcula procediendo de los resultados correspondientes a los tratamientos que contienen el factor en su nivel alto y restándole el promedio de los resultados que corresponden a tratamientos con el factor en su bajo nivel.

El promedio de A en su nivel alto es:

$$\mu_1 = \frac{1}{4} (a + ab + ac + abc)$$

El promedio de A en su nivel bajo es:

$$\mu_0 = \frac{1}{4} (1) + b + c + bc$$

Efecto medio de $A = \frac{1}{4} (a + ab + ac + abc) - \frac{1}{4} (1) + b + c + bc.$

$$A = \frac{1}{4} (a - 1) + (ab - b) + ac - c + (abc - bc)$$

$$A = \frac{1}{4} (a - 1) (b + 1) (c + 1)$$

y similarmente:

$$B = \frac{1}{4} (a + 1) (b - 1) (c + 1)$$

$$C = \frac{1}{4} (a + 1) (b + 1) (c - 1)$$

Considerando ahora las interacciones de los factores la interacción entre A y B es notada como AB y definida como $\frac{1}{2}$ de la diferencia entre el efecto de A cuando B está en su nivel alto y el efecto de A cuando B está en su nivel bajo.

$$\begin{aligned} \mu_{11} &= \frac{1}{2} (abc + ab) - \frac{1}{2} (bc + b) \\ &= \frac{1}{2} b (a-1) (c+1) \end{aligned}$$

$$\mu_1 - \mu_0 = \frac{1}{2} (a - 1) (b - 1) (c + 1)$$

La interacción es definida como $\frac{1}{2}$ de esa diferencia.

$$\Delta B = \frac{1}{4} (a - 1) (b - 1) (c + 1)$$

Similarmente:

$$\Delta C = \frac{1}{4} (a - 1) (b + 1) (c - 1)$$

$$\Delta C = \frac{1}{4} (a + 1) (b - 1) (c - 1)$$

La interacción de ΔBC es definida como $\frac{1}{8}$ de la diferencia entre la interacción de ΔB cuando C está en su nivel alto y cuando C está en su nivel bajo.

Para las pruebas con C en su nivel alto tenemos:

efecto de Δ con B en su nivel alto:

$$\mu_{11} = (abc - bc)$$

Con B en su nivel bajo:

$$\mu_{01} = (ac - c)$$

Interacción de ΔB con C en su nivel alto es:

$$(\Delta B)_1 = \frac{1}{2} (\Delta BC - bc - ac - + c)$$

La interacción ΔBC es $\frac{1}{2}$ de la diferencia entre

$$(\Delta B)_1 \text{ y } (\Delta B)_0, \Delta BC = \frac{1}{4} (a - 1) (b - 1) (c - 1).$$

Las expresiones simbólicas de un experimento 2^3 es:

$$A = \frac{1}{4} (a - 1) (b + 1) (c + 1)$$

$$B = \frac{1}{4} (a + 1) (b - 1) (c + 1)$$

$$C = \frac{1}{4} (a + 1) (b + 1) (c - 1)$$

$$AB = \frac{1}{4} (a - 1) (b - 1) (c + 1)$$

$$AC = \frac{1}{4} (a - 1) (b + 1) (c - 1)$$

$$BC = \frac{1}{4} (a + 1) (b - 1) (c - 1)$$

$$ABC = \frac{1}{4} (a - 1) (b - 1) (c - 1) \quad (18)$$

Los cálculos están abreviados en la siguiente tabla.

Tabla de signos para cálculos los efectos en un Experimento 2^3 .

Combinación del Tratamiento.	Total	E		F		C		O	
		A	B	AB	C	AC	BC	ABC	
1	+	-	-	+	-	+	+	-	
a	+	+	-	-	-	-	+	+	
b	+	-	+	-	-	+	-	+	
sb	+	+	+	+	-	-	-	-	
c	+	-	-	+	+	-	-	+	
ac	+	+	-	-	+	+	-	-	
bc	+	-	+	-	+	-	+	-	
abc	+	+	+	+	+	+	+	+	

La tabla nos muestra los niveles de los factores en cada combinación del tratamiento y de los signos apropiados que aplicados a los resultados dan el efecto medio de cada factor.

b) Interpretación de los Resultados del Diseño de Experimentos.

Porcentajes de recuperación en el Experimento.

Reactivos en las limpias.	Tiempo de Flotación 5'		Tiempo de Flotación 9'	
	No. de limpias.	No. de limpias.	No. de limpias.	No. de limpias.
	1	3	1	3
1	(1) 64.347	(2) 45.048	(c) 69.218	(ac) 50.140
0	(b) 69.095	(ab) 67.902	(bc) 83.437	(abc) 72.655

Análisis de Variancia de la Tabla.

Fuente de Variancia	Efecto medio (M)	Grados de Libertad.	Cuadrados Medios (M) ² /S
Núm. de limpias (A)	50.349	1	316.88
Reactivos en las limpias (B)	64.333	1	517.34
Tiempo de Flotación (C)	29.061	1	105.56
Interacciones.			
AB	26.399	1	87.11
AC	9.365	1	10.96
BC	9.139	1	10.41
ABC	9.813	1	12.03

Cada tratamiento fué probado sólo una vez, no hay estimación directa del error experimental de varianza, el cual es necesario para ver la significancia de los efectos. En casos como este, el error de varianza se estima con el promedio de los cuadrados medios de las interacciones. (18)

Combinando las cuatro interacciones se obtiene una estimación del error de variancia de 30.147 basado en 4° grados de libertad. El valor de F para $Q = 1$ y $Q = 4$ con 5% de confianza es 7.71. Un cuadrado medio basado en un grado de libertad es significativo al 5% cuando es mayor que $7.71 \times 30.147 = 232.433$.

De esta manera resultan significativos los factores A y B con un valor de 517.34 y 316.88 respectivamente. En otras palabras la presencia de reactivos en las limpiezas y el número de limpiezas disminuye en el porcentaje de recuperación, no sucede lo mismo con las interacciones que no resultaron significativas.

La conclusión anterior se puede observar en los balances metalúrgicos de los tratamientos, a mayor número de limpiezas menor recuperación pero encontramos los concentrados con mayor porcentaje de Carbón que en las pruebas donde el número de limpiezas es sólo una aumento de 85% hasta 87 y 90% de C mientras que las recuperaciones fluctúan entre 45% y 83% .

Las condiciones óptimas se logran con el tratamiento bc, cuando con una limpieza 9 minutos de flotación fundamental obtenemos los concentrados con contenidos de 63.789% y 83.437% de recuperación, el porcentaje de Carbón es 85.6 . En las colas sólo va un contenido de 12.672%.

V. CONCLUSIONES.

1. De la investigación precedente se concluye que es posible obtener concentrados con porcentajes de carbón mayores al 85% del Grafito de la Región, a partir de minerales de grafito con una concentración de 77.74% C.
2. Como ya se hizo notar la combinación de tratamiento más adecuado es la prueba bc del Diseño de Experimentos (pag/ 46), la que tiene una limpieza con reactivos y nueve minutos de Flotación Fundamental.

Con éste tratamiento se logra un 83.437% de recuperación, obteniendo concentrados con contenidos de 63.789% y colas con contenidos de 12.672%, el concentrado tiene 85% C grafítico.

3. El esquema elaborado de concentración por flotación trae como conclusión la necesidad de limpiezas en el concentrado para lograr un porcentaje de carbón de 85%.

La parte especial del esquema es la necesidad de una molienda con finos a -140 mallas y 1 y 3 limpiezas para obtener concentrados de 85 - 90% de C con recuperaciones de 83-45%.

4. Un aumento del contenido de C en los concentrados aumentando el número de limpiezas trae como consecuencia una disminución en la extracción de Grafito.

VI. BIBLIOGRAFIA.

1. Secretaría de Desarrollo del Estado. "Bosquejo Geológico Minero del Estado", Sonora Presencia Minera. Hermosillo, Sonora. pags. 7-8 (Abril de 1970).
2. Ultimo Censo reportado por la Secretaría de Industria y Comercio. (1968).
3. Kirk E. R. y Othner D. P. "Enciclopedia de Tecnología - Química". Tomo III, Editorial Hispano Americana, México, D. F. pags. 920 - 939 (1962).
4. Dana Hurlbut. "Manual de Mineralogía". Editorial Reverté, S. A. México, D. F. pags. 251 -252 (1960).
5. De la Cámara Miguel. "Manual de Geología" 7ma. Impresión Cía. Editorial Continental, S. A. (1962).
6. Grafito Superior Co. "Graphite for Industry All Types" folleto. (1970)
7. Lyner H. Sidney. "Introducción a la Metalurgia Física" traducción por Leonardo Larios A. Ediciones Castilla, S. A. Madrid. pags. 499 - 505 (1966).
8. E. Jirgensons, M.E. Streumanis. "Compendio de Químico - Coloidal" 1a. Edición Española. Cía. Editorial Conti - nental, S. A. pags. 79-108. México, D. F. (1965)
9. Robson-Philips. "Prácticas de Flotación" Comisión de - Fomento Minero, boletín 6W, 3a. Edición (1956).
10. Hércules Powder Company. "Flotación and Hércules Flota - tion Agents", Complements of Denver Equipment Co. U.S.A. pags. 1 - 4 .

11. Gisler H. J. "Flotation of Non Metallics". boletín Núm. FIC-884, Denver Equipment Co. U.S.A. pags. 9-10.
12. Gaudine, A. M. "Flotation" 2a. Ed. Mc Graw Hill Book Co., N. Y. pags. 321 - 2, 408, 522. (1957).
13. Sutherland, K. & Werk, L. "Flotation" Australasian Institute of Mining and Metallurgy. Melbourne, 1955.
14. Sears W. F. "Física General" 6a. Edición. Editorial - Aguilar, pags. 233 - 243 (1963).
15. Taggart, A. F. y Co., "Handbook of Mineral Dressing". 4a. Imp. John Wiley & Sons, Inc. Campden & LTD. N.Y. pags. 27-35 (1950).
16. American Society for Testing and Materials. "Método St. de Prueba para Determinación de Carbón en Grafito" ASTM. Designation: C 558-69.
17. "Concentration of Graphite Ore from The Taz - Kazgan - Deposit". (Uzbek S. S. R.) MA. Ored, Ya. V: Uspenski, etad. Issled Inst. Geol. i. Mineral'n. Syr'ya No. 10, 161 - 6 (1963) Russ.
18. Hoel G. Paul. "Estadística Elemental" Traducción de la 2a. Edic. por Cecilia Meneses M. Cía., Editorial Continental, S. A. pags. 24 - 42 (1968).
19. Davier L. Owen, "The Design and Analysis of Industrial Experiments" Dover Publishing Co., N. Y. pags. 247 - 267 (1957).