



# UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

---

---

**INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA**

**ÁREA ACADÉMICA DE CIENCIAS DE  
LA TIERRA Y MATERIALES**

**“REDUCCIÓN DE IMPUREZAS EN EL MINERAL CAOLÍN DEL  
MUNICIPIO DE AGUA BLANCA DE ITURBIDE, HIDALGO; POR  
FLOTACIÓN INVERSA Y ASENTAMIENTO”**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

**INGENIERO EN CIENCIA DE MATERIALES**

**PRESENTA:**

**PABLO FABIAN MATA MUÑOZ**

**BAJO LA DIRECCIÓN DE:**

**DR. FELIPE LEGORRETA GARCÍA.  
DRA. LETICIA ESPERANZA HERNÁNDEZ CRUZ**

**MINERAL DE LA REFORMA, HIDALGO.**

**MÉXICO, SEPTIEMBRE 2010**

---

## RESUMEN

---

En este trabajo, muestras de mineral de caolín de color beige, procedente del Municipio de Agua Blanca, fueron recolectadas, procesadas y caracterizadas por diferentes técnicas de análisis, tales como difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía de energía dispersiva (EDS), análisis de tamaño de partícula (ATP) y análisis químico con plasma acoplado (ICP).

El proceso consistió en trituración primaria y secundaria, repulpado, y un cribado con malla de 38  $\mu\text{m}$  de abertura obteniendo dos productos: gruesos y finos utilizando (partículas inferiores a 38  $\mu\text{m}$ ), las cuales fueron dispersadas a 45 por ciento de sólidos y posteriormente asentadas a 20 por ciento de sólidos, con el propósito de obtener un tamaño de partícula del mineral en suspensión inferiores a 10 micrómetros. Estas partículas dispersas se sometieron a una flotación inversa para la eliminación de impurezas de óxidos de titanio y óxido de hierro.

Los resultados ponen en evidencia que el proceso de cribado separa el 30% de arenas conteniendo sílice; con el asentamiento se obtienen partículas inferiores a 10 micrómetros.

Al realizar el estudio cristalográfico se identificaron diferentes especies minerales tales como sulfuro de hierro ( $\text{Fe}_3\text{S}_4$ ) y óxido titanoférreo ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ) así como formas alotrópicas del cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ), magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) y caolinita ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) $_2$ ( $\text{SiO}_2$ ) $_2$ ( $\text{H}_2\text{O}$ ) .

Los resultados de análisis químico con plasma acoplado cualitativo y cuantitativos de muestran una reducción de las impurezas lo que se traduce en una mejora de la calidad del producto.

Después de aplicar los procesos de flotación-asentamiento se obtuvo un concentrado final de 0.52 % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y 0.54 % de  $\text{TiO}_2$ , a diferencia de 1.47 % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y 0.95 % de  $\text{TiO}_2$  que tenía inicialmente en el compósito con una recuperación en peso 28.99%.

## DEDICATORIA

---

*Antes de redactar mi tesis quiero agradecer a mis seres queridos y amigos, principalmente a Dios, por poder culminar mi carrera profesional en la Licenciatura en Ingeniería en Ciencia de Materiales.*

*A mis Padres: Lulú y Francisco, por brindarme la oportunidad de ser una persona de bien y encaminarme e impulsarme hacia un buen camino con valores que me inculcaron y principalmente que siempre me tuvieron confianza de las derrotas y triunfos obtenidos dentro de mi carrera profesional. Muchas gracias de todo corazón.*

*A mis Hermanos: Pancho y Mónico, por estar conmigo en momentos bonitos y excelentes, dándome su apoyo y fortaleza para culminar una etapa más de mi vida.*

*A mis Tíos y mi Abuelita: por todas mis aventuras que les contaba y el aliento que siempre me dieron para culminar una carrera profesional, por darme más que un apoyo moral, por crecer y aprender juntos.*

A tí por estar presente en todo momento. . .

“EL QUE SABE; SABE”

“ANTE TODO, LA GRILLA”

---

## AGRADECIMIENTOS

---

- *A la Dra. Leticia Esperanza Hernández Cruz, por su apoyo, por la confianza que siempre me tuvo y por su constante apoyo y amistad.*
- *Al Dr. Felipe Legorreta García; gracias por ser un amigo y brindarme el apoyo para llevar a buen término el presente trabajo.*
- *A mi madrina Blanca López, por el apoyo recibido, aunque estemos lejos siempre ha estado presente en mi vida, gracias de todo corazón.*
- *Al Dr. Félix y la Dra. Bolarín por el gran aprecio que tuve y el apoyo recibido.*
- *Al M. en C. Julio César Juárez Tapia por sus valiosos comentarios y la ayuda que me brindó en el transcurso de mi formación profesional; gracias.*
- *Al Dr. Isauro Rivera Landero gracias por todo y a todos los tigres de metalurgia.*
- *A ti Enaim por el gran apoyo y los momentos que he pasado contigo en nuestra formación profesional, gracias de todo corazón.*
- *A la Dra. Aurora Veloz por todos los consejos y comentarios que me dio en el transcurso de mi formación profesional.*
- *Al Dr. Juan Hdez. Ávila por la técnica de caracterización por MEB para la culminación de mi tesis y por la ayuda siempre recibida, gracias.*
- *A la Química Martita y a Maribel, por la confianza que siempre me atendieron en el laboratorio de materiales y por la paciencia que me tuvieron.*
- *A mis amigos (as) y compañeros (as) de carrera, que en algún momento fueron parte de nuestra formación universitaria como estudiantes.*

- *A la Compañera Isaura por todo el apoyo recibido y por compartir tú amistad y tus conocimientos, de corazón gracias.*
- *A mis sinodales por el tiempo tan apreciado en la revisión de esta tesis para la culminación de mi formación profesional, gracias.*
- *A los Doctores Arenas, Cardoso, Jaime, Víctor, Fidel, Eleazar, Patiño, M. en C. Lalo, al Ing. Leonardo, Agustín, Chiapa, Artemio, Guillermo y a la química Aurora; gracias por los conocimientos adquiridos durante este tiempo como estudiante.*
- *Agradezco al cuerpo académico y administrativo que labora en el Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, por su amistad y aprecio en el transcurso de mi formación profesional.*
- *Al los doctores del área de polímeros por los buenos consejos que siempre me dieron para mejorar mi formación profesional y que me servirá en la vida; Dr. Juan, Oscar, Jesús, a la Dra. Ana, Rosa y la M. en C. Tere; gracias por todo.*
- *Al Instituto Mexicano del Petróleo (IMP) por el gran apoyo que me dieron durante el tiempo que presté mi servicio social en el laboratorio de geoquímica y petrografía orgánica y al laboratorio de difracción de rayos X por la caracterización del mineral.*
- *Agradezco a la Dra. Antonia Martínez Luévanos de la facultad de ciencias químicas de la Universidad Autónoma de Coahuila (UAC) por realizar la medición de índice de coloración.*
- *Agradezco a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH), al Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería y a la Lic. en Ingeniería en Ciencia de Materiales, por la oportunidad que me brindó en mi formación profesional*

A TODOS USTEDES Y A TODOS AQUELLOS QUE HE OLVIDADO,

GRACIAS!

---

## INDICE GENERAL

---

	Pag.
<b>Resumen.</b>	ii
<b>Lista de figuras.</b>	ix
<b>Lista de tablas.</b>	xii
<b>INTRODUCCIÓN.</b>	1
<b>OBJETIVOS.</b>	2
<b>CAPÍTULO I FUNDAMENTOS TEÓRICOS.</b>	3
I.1. Generalidades del caolín.	3
I.1.1 Estructura cristalina.	3
I.1.2. Origen del caolín.	5
I.2. Municipios de yacimientos del mineral de caolín en el Estado de Hidalgo.	6
I.2.1 Localización del municipio de Agua Blanca de Iturbide.	8
I.3. Producción del mineral de caolín.	9
I.4. Procesamiento del caolín.	9
I.4.1 Procesamiento en seco.	11
I.4.2. Procesamiento en húmedo.	11
I.5. Usos industriales.	13
I.6. Flotación en espuma.	15

<b>CAPÍTULO II ANTECEDENTES.</b>	18
<b>CAPÍTULO III PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.</b>	23
III.1. Muestreo de mina.	25
III.2. Reducción de tamaño.	26
III.3. Desarenado mediante cribas de laboratorio y secado del mineral.	26
III.3.1 Determinación de la densidad.	27
III.4. Proceso de dispersión.	27
III.5. Proceso de asentamiento.	28
III.6. Prueba de flotación inversa.	29
III.7. Equipos de caracterización del mineral.	30
A) Análisis de tamaño de partícula (ATP).	31
B) Microscopía electrónica de barrido (MEB).	32
C) Difracción de rayos X (DRX).	33
D) Espectroscopía de plasma (ICP).	34
E) Medición de índice de color (IC).	34
<b>CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSION.</b>	35
IV.1. Análisis de la distribución de tamaño de partícula por cribas del mineral preparación mecánica.	35
IV.2. Análisis de tamaño de partícula de mineral inferior a 38 micrómetros por rayo laser.	36
IV.3. Asentamiento del mineral de caolín.	37

IV.4. Microscopía electrónica de barrido	39
IV.4.1 Espectroscopía de energía dispersiva (EDS).	39
A) EDS del mineral inferior a 39 $\mu\text{m}$	39
B) EDS del mineral disperso.	40
C) EDS de la solución rojiza.	41
D) EDS del concentrado del mineral.	41
IV.4.2 Morfología y tamaño de partícula.	42
IV.5. Diagrama de flujo propuesto para el procesamiento de beneficio del caolín.	43
IV. 6. Estudio cristalográfico.	47
A) Difractograma del mineral de mina.	47
B) Difractograma del mineral asentado.	48
C) Difractograma del mineral disperso.	49
D) Difractograma del mineral concentrado.	49
E) Difractograma del mineral de colas.	50
<b>CONCLUSIONES.</b>	52
<b>APENDICE A.</b> Ficha de inventario físico.	53
<b>APÉNDICE B.</b> Cálculos del porcentaje de sólidos en masa.	54
<b>APÉNDICE C.</b> Medición de índice de color.	57
<b>APÉNDICE D</b> Evaluación del balance metalúrgico.	58
<b>BIBLIOGRAFÍA.</b>	60



---

**LISTA DE FIGURAS**

---

<i>Figura</i>	<i>Nombre</i>	<i>Pag.</i>
<i>I.1</i>	<i>Plano “X”, mostrando los iones de oxígeno.</i>	<i>4</i>
<i>I.2</i>	<i>Plano “Y” mostrando los iones de oxígeno (azules) e iones hidroxilo (verdes).</i>	<i>4</i>
<i>I.3</i>	<i>Plano “Z”, mostrando los iones hidroxilo.</i>	<i>5</i>
<i>I.4</i>	<i>Ubicación de los iones en los planos x, y, z, en sitios tetraédricos y octaédricos en la red cristalina.</i>	<i>5</i>
<i>I.5</i>	<i>Ubicación por vía terrestre, del municipio Agua Blanca de Iturbide del Estado de Hidalgo.</i>	<i>7</i>
<i>I.6</i>	<i>Plano de localización, municipio Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo.</i>	<i>8</i>
<i>I.7</i>	<i>Producción de caolín en los estados hasta el año 2008.</i>	<i>9</i>
<i>I.8</i>	<i>Mina a cielo abierto de caolín del municipio de Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo.</i>	<i>10</i>
<i>I.9</i>	<i>Procesamiento de caolín en seco.</i>	<i>12</i>
<i>I.10</i>	<i>Procesamiento de caolín en húmedo.</i>	<i>14</i>
<i>III.1</i>	<i>Diagrama de flujo del proceso de preparación mecánica y Beneficio.</i>	<i>24</i>
<i>III.2</i>	<i>Localización del muestreo de minas del mineral de caolín.</i>	<i>25</i>

---

**LISTA DE FIGURAS**

---

<i>Figura</i>	<i>Nombre</i>	<i>Pag.</i>
<i>III.3.</i>	<i>Equipo para realizar la dispersión. a) Celda de flotación marca Denver; b) Aspas del equipo para dispersar.</i>	<i>28</i>
<i>III.4</i>	<i>Pulpa para la flotación inversa.</i>	<i>29</i>
<i>III.5</i>	<i>Equipo para realizar la flotación. a) Difusor e impulsor; a1) Válvula de liberación de aire; b) Espuma de la flotación (colas).</i>	<i>30</i>
<i>III.6</i>	<i>Analizador de tamaño de partícula.</i>	<i>31</i>
<i>III.7</i>	<i>Microscopio electrónico de barrido.</i>	<i>32</i>
<i>III.8</i>	<i>Difractómetro de rayos X.</i>	<i>33</i>
<i>IV.1</i>	<i>Granulometría por tamices del caolín de mina después de ser triturado y atricionado.</i>	<i>36</i>
<i>IV.2</i>	<i>Distribución de tamaños de partícula por difracción de rayo laser del material a menos 38 <math>\mu\text{m}</math>.</i>	<i>37</i>
<i>IV.3</i>	<i>a) Probeta con mineral asentado y disperso. b) Detalle del mineral asentado.</i>	<i>38</i>
<i>IV.4</i>	<i>a) Probeta con mineral disperso b) Análisis de tamaño de partícula del mineral disperso.</i>	<i>38</i>
<i>IV.5</i>	<i>Resultados de la espectroscopía de energía dispersiva aplicada al mineral inferior a 38 micrómetros.</i>	<i>40</i>

---

**LISTA DE FIGURAS**

---

<i>Figura</i>	<i>Nombre</i>	<i>Pag.</i>
IV.6	<i>Resultados de espectroscopía de energía dispersiva aplicada a la pulpa.</i>	40
IV.7	<i>Resultados de espectroscopía de energía dispersiva a la solución rojiza.</i>	41
IV.8	<i>Resultados de espectroscopía de energía dispersiva aplicada al concentrado del mineral.</i>	42
IV.9	<i>Imagen de MEB del mineral de malla – 400.</i>	42
IV.10	<i>Diagrama de flujo del proceso mostrando el balance de masa en porcentaje.</i>	43
IV.11	<i>Diagrama de flujo mostrando las leyes y distribuciones de los productos.</i>	45
IV.12	<i>Difractograma del mineral de mina.</i>	47
IV.13	<i>Difractograma del mineral asentado.</i>	48
IV.14	<i>Difractograma del mineral disperso.</i>	49
IV.15	<i>Difractograma del mineral concentrado.</i>	50
IV.16	<i>Difractograma del mineral cola uno del proceso de flotación.</i>	51

---

**LISTA DE TABLAS**

---

<i>Figura</i>	<i>Nombre</i>	<i>Pag.</i>
<i>I.1</i>	<i>Especificaciones del caolín por uso industrial expresado en porcentaje.</i>	<i>15</i>
<i>IV.1</i>	<i>Valores del caolín inicial, concentrado y colas expresado en porcentaje.</i>	<i>46</i>
<i>III.1</i>	<i>Porcentaje de sólidos.</i>	<i>56</i>

## INTRODUCCIÓN

---

México es uno de los países que posee una gran cantidad de recursos minerales, sin exceptuar su amplio potencial minero y no sólo en el caso de los minerales metálicos. Doce estados de la República Mexicana tienen importantes yacimientos de caolín, siendo Hidalgo, Zacatecas, Veracruz y Guanajuato, entidades que han figurado entre los primeros lugares en la producción de este mineral en los últimos años [1]. Dentro de los municipios de mayor importancia con yacimientos de caolín en el Estado de Hidalgo se encuentra Agua Blanca de Iturbide cuyo potencial geológico se extiende hasta el Estado de Veracruz, mayoritariamente en el municipio de Huayacocotla. No obstante, mientras por un lado se tiene una abundancia de este mineral, por otro lado, es necesario importar caolín con una calidad uniforme tal, que México no lo produce, dando como resultado un déficit en la balanza comercial mexicana del caolín.

Los procesos más comunes utilizados en México para procesar el caolín son: quebrado, molido, separado por hidrociclones, decantado, cribado en húmedo y cribado en seco generalmente a la intemperie. Si bien es cierto que el caolín tratado de esta manera incrementa su calidad, ésta última es insuficiente para aplicarlos a la industria del papel o de la pintura, que exigen caolín con menor cantidad de impurezas.

De aquí la importancia de hacer investigación que permita aprovechar al máximo este mineral no metálico, pero con la intención de purificarlo para incrementar su valor agregado.

La redacción de ésta tesis se desarrolla en cuatro capítulos, en el primer capítulo, denominado “Fundamentos Teóricos” se describen las características generales de los caolines, usos, aplicaciones y sus generalidades. En el segundo capítulo se hace una revisión de trabajos de investigación anteriores sobre el beneficio del mineral de Caolín, haciendo énfasis del método de Flotación inversa.

En el tercer capítulo se describe la metodología empleada y fundamentos. En el cuarto capítulo, se presentan resultados y la discusión de los mismos, y finalmente se emiten las conclusiones pertinentes.

### **OBJETIVO GENERAL.**

- Reducir las impurezas del mineral de caolín proveniente del municipio de Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo, mediante los procesos de flotación inversa y asentamiento, con la finalidad de mejorar su calidad.

### **OBJETIVOS ESPECIFICOS.**

- Caracterizar el mineral de caolín proveniente del municipio de Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo, por diferentes técnicas de caracterización tales como microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X (DRX), análisis de tamaño de partícula (ATP), espectrometría de plasma (ICP), a fin de identificar sus impurezas y su asociación mineralógica.
- Implementar un proceso de desarenado que permita obtener partículas de mineral de caolín con un tamaño promedio de 5 micrómetros.
- Disminuir la cantidad de impurezas del mineral de caolín por medio de un proceso de flotación inversa.

# CAPITULO I

## FUNDAMENTOS TEÓRICOS

---

El propósito de este capítulo, es revisar conceptos básicos de suma importancia que permitirán una mejor comprensión del presente trabajo de investigación.

### **I.1. Generalidades del caolín.**

El caolín es un silicato de aluminio hidratado  $(Al_2O_3)_2(SiO_2)_2(H_2O)$ , producto de la descomposición de rocas feldespáticas principalmente. El término caolín se refiere a arcillas en las que predomina el mineral caolinita, algunas veces es encontrada en forma cristalina y en partículas inferiores a 5 micrómetros. El caolín está dentro de la clasificación de las arcillas. La palabra arcilla proviene del latín “argilla”, es una tierra suave y moldeable, constituida esencialmente de minerales con estructura en forma de placas dándole propiedades de plasticidad y humedad únicas. Sus principales características son: peso específico, 2.6-2.63; dureza, 2.0-2.25; color, blanco (aunque puede tener diversas tonalidades debido a las impurezas); brillo generalmente terroso mate; higroscópico (absorbe agua). El caolín puro contiene 14 % de humedad, de  $SiO_2$  46.5% y  $Al_2O_3$  39.5% con respecto a la relación Silicio-Alúmina y una relación de silicio-alúmina más hierro.

El nombre de caolín, deriva de la palabra china “kao ling” equivalente en significado a “cumbre elevada”, considerando que esta arcilla se encontró por primera ocasión en las cimas altas de la provincia china de “kiang si”, en el año 500 antes de Cristo [2].

### **II.1.1 Estructura cristalina.**

Los minerales arcillosos son filosilicatos más o menos hidratados, cuya estructura está principalmente constituida de un arreglo de tetraedros silícicos y de

octaedros alumínicos y/o de magnesio. Estos tetraedros y octaedros resultantes de la superposición de tres planos aniónicos están dispuestos paralelamente y contienen a los iones oxígeno y agrupamientos de iones  $\text{OH}^-$ . Estos planos denominados X, Y y Z, están representados en las figuras I.1, I.2, y I.3 respectivamente, correspondiendo el color azul (sombra oscura-ion oxígeno), verde (sombra clara-ion hidroxilo).

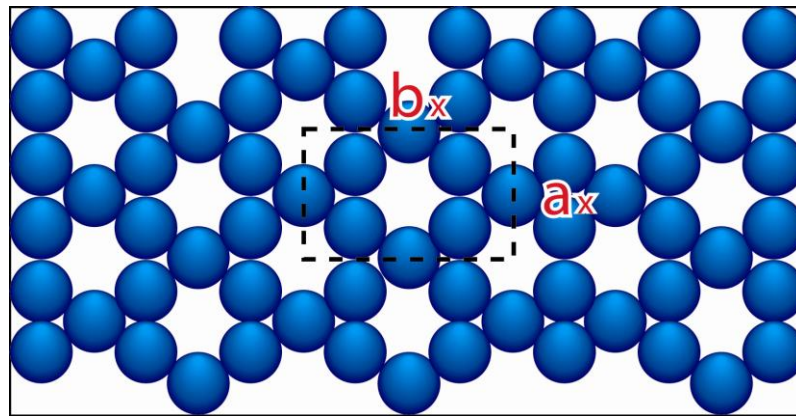


Figura I.1. Plano "X", mostrando los iones de oxígeno

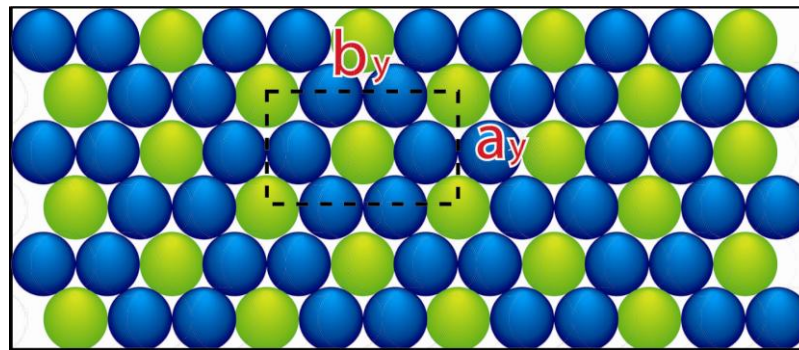
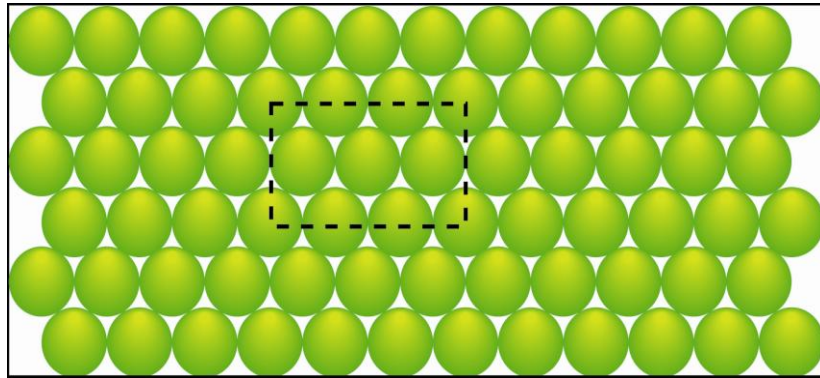


Figura I.2. Plano "Y" mostrando los iones de oxígeno (azules-sombra oscura) e iones hidroxilo (verdes-sombra clara).

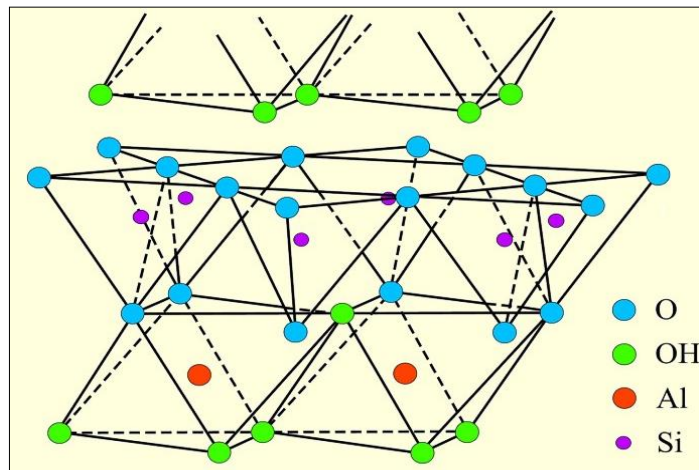
La estructura ideal de los sitios tetraédricos y octaédricos consiste en que el plano X esté constituido únicamente de iones de oxígeno en contacto. Este corresponde a una variación alterna de columnas llenas y otras solamente ocupadas al 50%, que definen el plano de las vacancias hexagonales.





*Figura I.3. Plano “Z”, mostrando los iones hidroxilo.*

El plano Y contiene a su vez iones de oxígeno y agrupamiento de ion hidroxilo. El plano Z es un plano compacto de agrupamientos solamente de iones hidroxilo, como se muestra en la figura I.4.



*Figura I.4. Ubicación de los iones en los planos x, y, z, en sitios tetraédricos y octaédricos en la red cristalina.*

### **I.1.2 Origen del caolín.**

El más común de los minerales del caolín, la caolinita es, sin duda, el más extendido en formaciones geológicas con diversos orígenes. En todos los casos, las condiciones físicas y químicas en las que se forma la caolinita son a presiones y

temperaturas (P y T), relativamente bajas. Por ello, cuando las condiciones físico-químicas cambian (aumento de la presión y/o de la temperatura), la caolinita deja de ser estable y se transforma en fases diferentes, su naturaleza depende tanto de las condiciones físicas como de la composición química del sistema.

Estos cambios de P y T tienen lugar, sobre todo, cuando las rocas que contienen caolinita se ven sometidas a una diagénesis (son procesos de formación de la roca sedimentaria, compactación, cementación y reemplazamiento [3]) profunda o a un metamorfismo de bajo grado. En estas condiciones, la caolinita desaparece y otra serie de fases minerales aparecen en su lugar.

Los productos de transformación de la caolinita son sobre todo filosilicatos, ya que tanto la composición química de la caolinita como su estructura favorecen la transformación en este tipo de fases.

En resumen, las condiciones físicas y químicas bajo las cuales se forman los minerales del caolín vienen caracterizadas por temperaturas y presiones relativamente bajas. Las fases minerales más comunes a partir de las cuales se desarrollan los minerales del grupo del caolín son los feldespatos y la moscovita, siendo los granitos y rocas afines, las más favorables para el desarrollo de minerales del grupo del caolín [4].

## **I.2. Municipios de yacimientos del mineral de caolín en el Estado de Hidalgo.**

En Hidalgo, el caolín se encuentra en los municipios de [5]:

- Acaxochitlán
- Agua Blanca de Iturbide
- Cuauhtepic de Hinojosa
- Jacala
- Metepec
- Pacula
- Tecozautla
- Zacualtipán de Ángeles
- San Bartolo Tutotepec
- Tenango de Doria

- Metzquititlán
- Nicolás Flores
- Tlanchinol

Las regiones de Metepec, Agua Blanca de Iturbide, Metzquititlán, en el Estado de Hidalgo, hasta Zacualpan y Huayacocotla en el Estado de Veracruz, tienen el mayor volumen de caolín. En la figura I.5, se muestra la ubicación del municipio de Agua Blanca de Iturbide por vía terrestre.



*Figura I.5. Ubicación por vía terrestre, del municipio Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo.*

Los ejidos más importantes en el Estado de Hidalgo, los que se encuentran, en el municipio de Agua Blanca de Iturbide, Rosa de Castilla, el Palizar y los Cubes; y en el Estado de Veracruz, se encuentran, en el municipio Huayacocotla, el Palizar, Potreros de Monrroy, Palo Bendito, Canalejas de Otates y Carbonero de jacaes [5].

### I.2.1 Localización del Municipio de Agua Blanca de Iturbide.

El municipio Agua Blanca de Iturbide, se ubica en la porción oriental del estado de Hidalgo, ocupa una superficie de 97.6 Km<sup>2</sup> que representa el 0.47% del total del estado.

La cabecera municipal está asentada en Agua Blanca de Iturbide y se localiza a 83 Km. al NE 56° de la ciudad capital Pachuca de Soto Hidalgo, en las coordenadas geográficas:

20° 20' 55'' de Latitud Norte y 98° 21' 23'' de Longitud Oeste

Se muestra en la figura I.6, las colindancias que tiene a su alrededor el municipio de Agua Blanca de Iturbide marcado de color rojo, al norte con los municipios Zacualpan, y Huayacocotla, en el estado de Veracruz, al oriente con el municipio San Bartolo Tutotepec y al sur con el municipio Metepec del estado de Hidalgo [5].

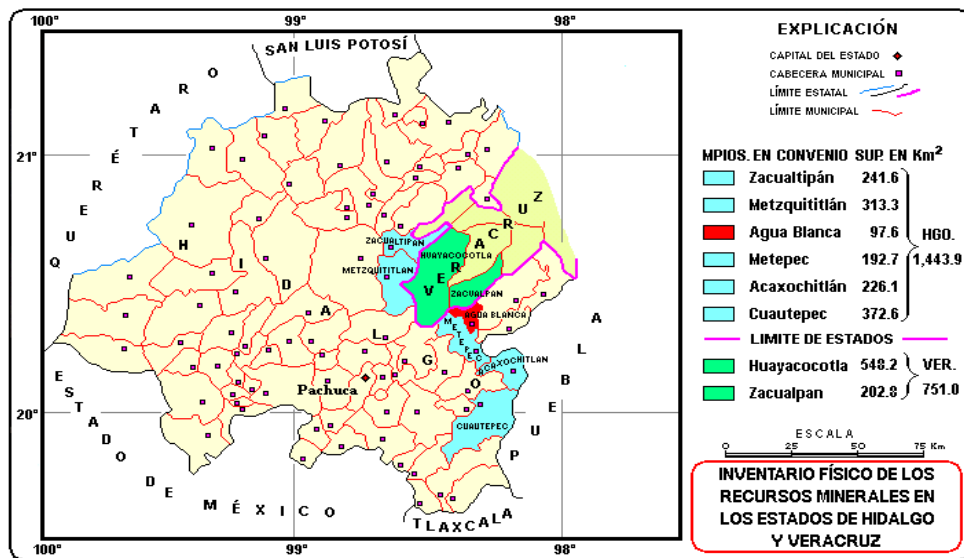


Figura I.6. Plano de localización, municipio Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo [5].

### I.3. Producción del mineral de caolín.

En México la producción de caolín es importante ya que 12 estados de la República lo producen por toneladas de mineral explotado, como se muestra en la figura I.7, mediante una gráfica de barras. Nótese que en las estadísticas mostradas para el estado de Hidalgo en el año 2005, llegó a ocupar el primer lugar, no obstante tuvo una caída brutal en el año 2008. Esto podría deberse a diferentes factores: A) a las deficientes estrategias de minado de la región, B) coordinación deficiente entre los ejidatarios de la región, C) deterioro de maquinaria de manto y acarreo del mineral, aunado a la falta de recursos para capacitación, mantenimiento y administración [6].

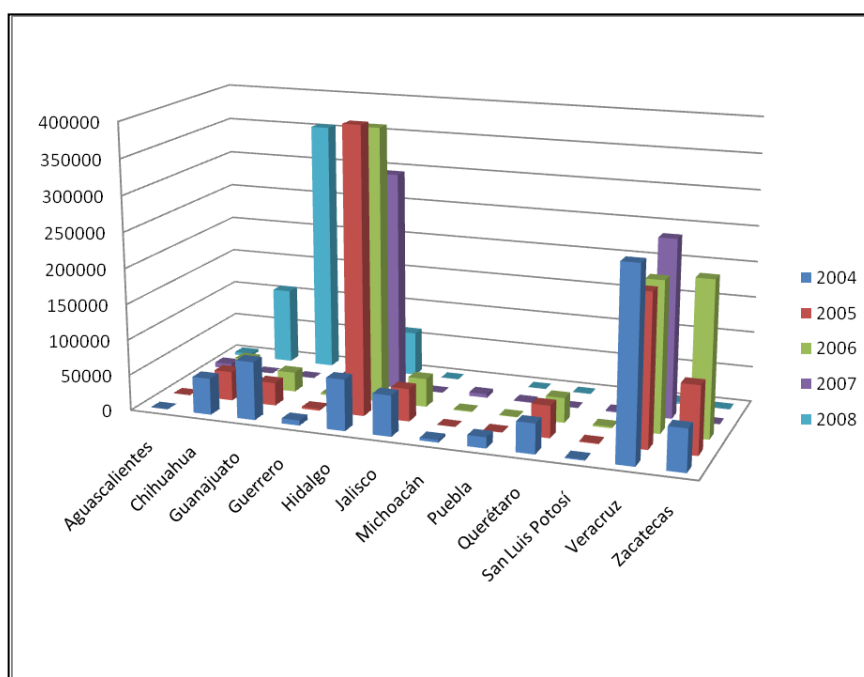


Figura I.7. Producción de caolín en los estados hasta el año 2008 [6].

### I.4. Procesamiento de caolín.

En México, el minado de caolín se explota a cielo abierto y tipo subterráneo, la extracción de estas arcillas desde que el hombre comenzó a utilizarlas, hasta épocas

recientes ha sido por métodos rústicos, es decir, no ha habido necesidad de excavaciones mineras profundas, como tiros o túneles. En la figura I.8, se muestra una fotografía de la mina el Recreo, ejido el Palizar explotada a cielo abierto de este mineral, del municipio de Agua Blanca de Iturbide. El caolín después de la extracción se transporta a las plantas de procesamiento con un contenido de humedad promedio de 10 a 18%.



*Figura I.8. Mina de caolín el Recreo, situada en el municipio de Agua Blanca de Iturbide, Hidalgo explotada a cielo abierto.*

Básicamente, el procesamiento del mineral de caolín, se clasifica en dos procesos de acuerdo a su calidad: en seco y en húmedo. El primero es principalmente utilizado en caolines con un mayor contenido de sílice y el segundo en caolines con contenidos altos en alúmina [7].

En el procesamiento en seco sólo se remueve la arena, se clasifica el caolín por tamaños de partícula y se seca. En el segundo, se realizan además otros pasos en donde el agua es utilizada para realizar el lavado obteniendo un producto más fino y de mayor

calidad; este último se usa principalmente para la industria del papel. A continuación, se explicarán cada uno de los procesos antes mencionados.

#### **I.4.1 Procesamiento en seco.**

El caolín se explota a cielo abierto y de las minas se transporta a las plantas de procesamiento, procediendo a reducir su tamaño por medio de una quebradora de quijada dando por resultado un producto de menor tamaño para un fácil manejo del mineral dentro del proceso. El caolín es transportado por bandas a las tolvas de alimentación hacia secadores de tipo rotativo y a contra corriente, con el fin de eliminar la humedad que trae el mineral desde mina. Ya seco se transporta por bandas a las tolvas de alimentación para la molienda con un molino de rodillos a fin de reducir su tamaño y clasificar el mineral entre 200 y 325 mallas, posteriormente es mandado a un colector donde es determinada su granulometría verificando sus especificaciones requeridas. El mineral que no pasa las mallas será devuelto a la molienda.

En la industria, si requieren de tamaños de partícula de mayor finura se manda a un proceso de micronización utilizando un molino de martillos con especificaciones de tamaño de partícula inferior a 325 mallas, obteniendo un producto mínimo de 400 mallas o más fino. Los productos obtenidos serán depositados en tolvas para su envasado y posteriormente se procede a su embarque, finalmente hasta llegar a las industrias para su procesamiento como se observa en la figura I.9.

#### **I.4.2. Procesamiento en húmedo.**

El caolín se explota a cielo abierto y subterráneo, de las minas se transporta a la planta procesadora. Después de extraído el mineral, se procede a reducir su tamaño por medio de una quebradora de quijadas dando por resultado un producto de menor tamaño; posteriormente es atricionado, es decir, se procesa para liberar el caolín, consistiendo en una agitación energética que da un trabajo mecánico al mineral dejando la caolinita prácticamente libre de roca.

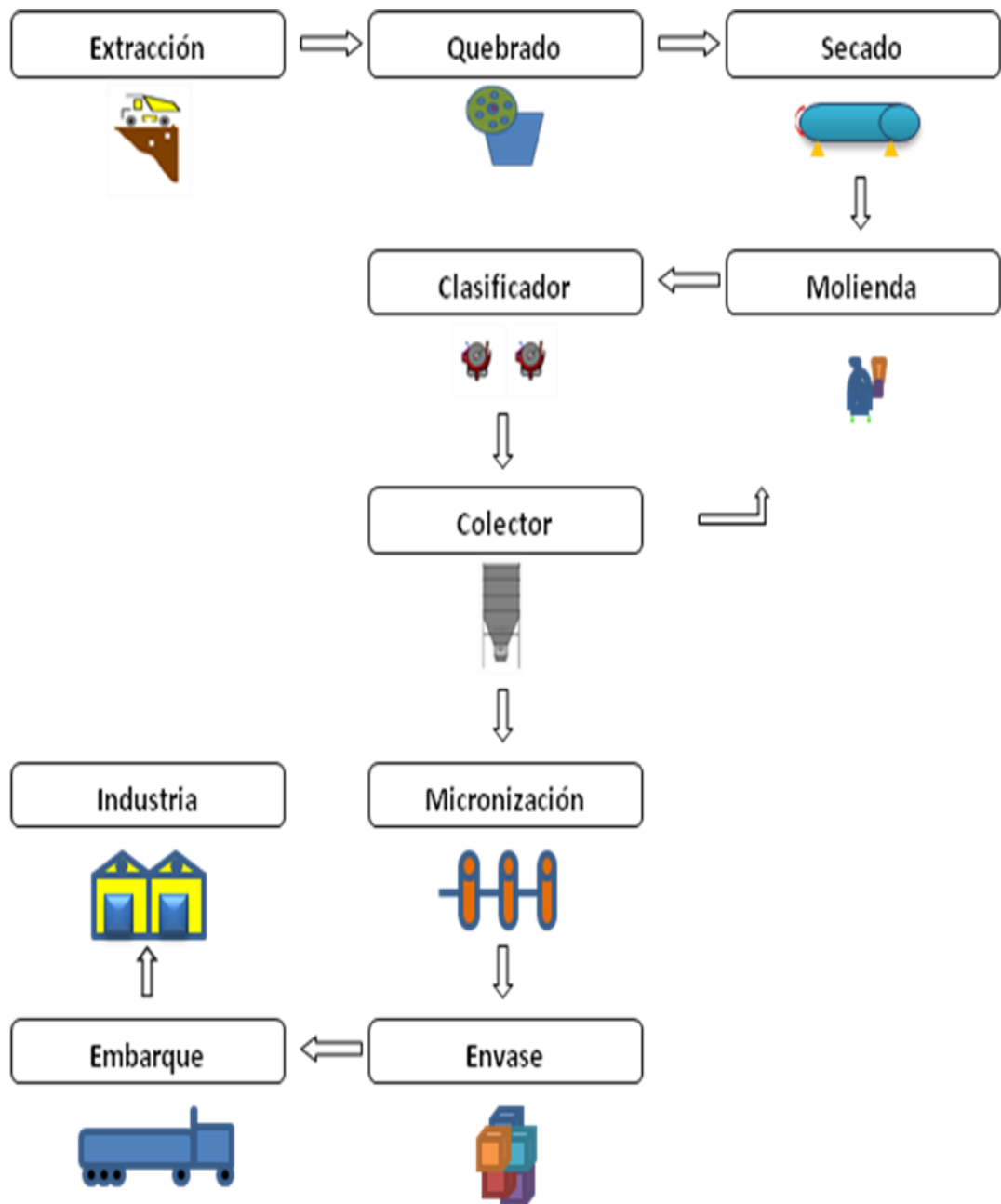


Figura I.9. Procesamiento de caolín en seco.



El material posteriormente es enviado a un agitador para la formación de una mezcla que se alimenta por gravedad a un hidrociclón a 20% de sólidos (unicaolín).

El residuo denominado “colas” es desechado por medio de un derrame que tiene el mismo clasificador. Ya realizado el proceso de clasificación pasa a un espesado, para reducir el contenido de agua y concentrar más el material, posteriormente pasa a través de una máquina centrífuga que elimina parte del agua y concentra al caolín como se muestra en la figura I.10.

El producto obtenido en este paso ofrece dos alternativas a seguir:

A) Si las impurezas de color, producidas por lo general con óxidos de hierro, no afectan a la calidad del producto, se continúa el proceso en un filtro prensa, enseguida pasa a una tolva que alimenta a un secador rotatorio saliendo el producto deseado en un transportador metálico a la tolva de almacenaje y envasado, posteriormente se procede a su embarque.

B) Si hay necesidad de someterlo a un proceso de blanqueo, se conduce a las pilas de lavado donde se efectúa el blanqueo por medio de soluciones diluidas de ácido sulfúrico, agitación y asentamiento, por un periodo de 5 a 6 horas, para después seguir con los mismos pasos que en el caso A.

### **I.5. Usos industriales.**

La industria del papel consume aproximadamente el 50% (12 millones de toneladas) de la producción mundial de caolín y muchos de los desarrollos han sido en este sector papelerero. De las 12 millones de toneladas estimadas usadas en la industria papelerera, 75% es para el revestimiento de papel y 25% para relleno. Actualmente, las grandes compañías caolineras buscan del mineral que tenga propiedades como viscosidad y brillo, porque la forma y dimensión de las partículas ahora se pueden ver y medir con mayor facilidad y relacionarlas a su aplicación funcional.

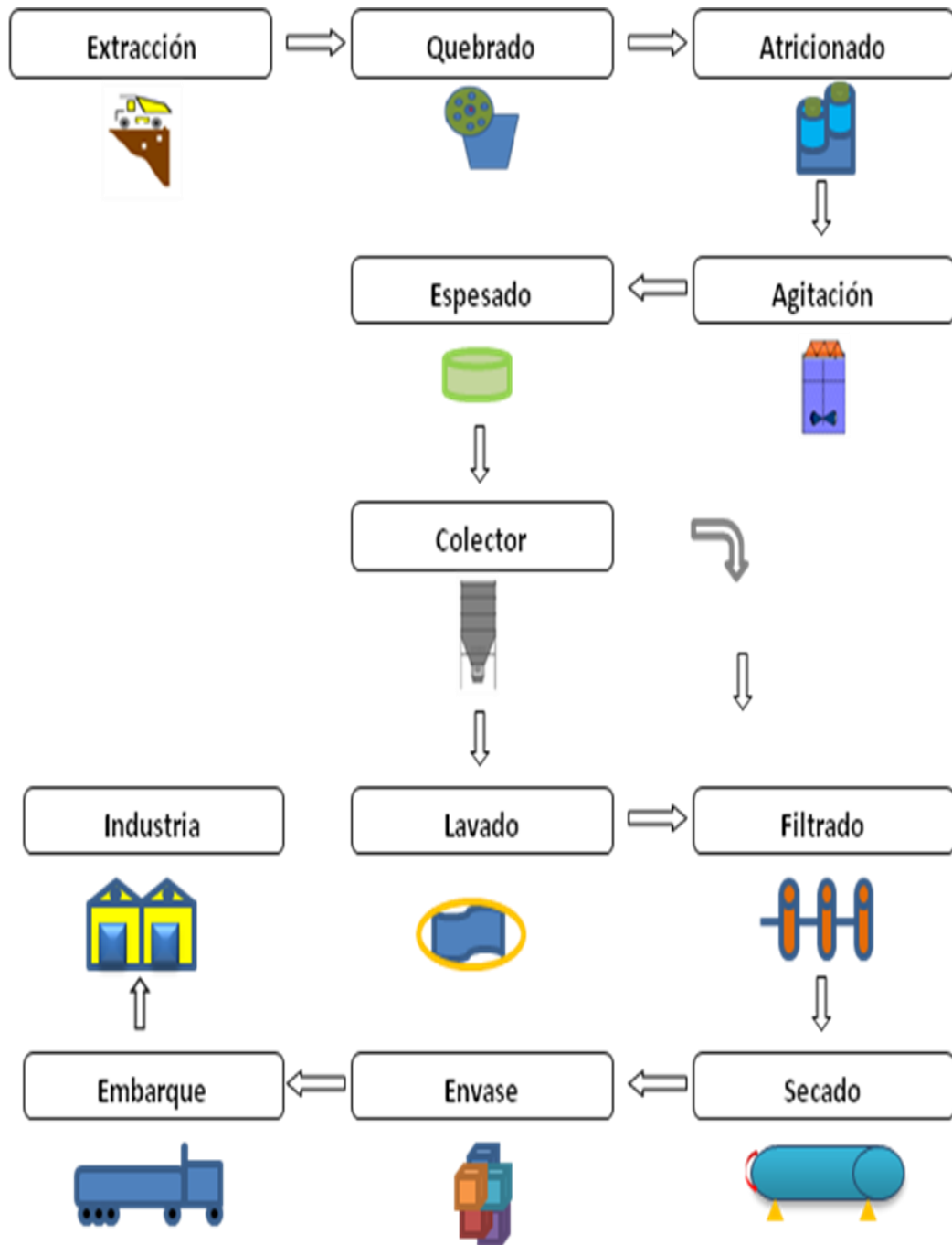


Figura I.10. Procesamiento de caolín en húmedo.

En la tabla I.1 se muestran las diferentes calidades del caolín de acuerdo a sus usos. Nótese que el caolín de mayor calidad es el utilizado para la industria farmacéutica, no obstante requiere hasta 2.8 % de  $\text{TiO}_2$ . La industria del cemento requiere un alto porcentaje de sílice y aquella industria que permite más cantidad de óxidos de hierro y titanio es la del hule [8].

*Tabla I.1. Especificaciones del caolín por uso industrial expresado en porcentaje [8].*

FÓRMULA QUÍMICA	PAPEL (%)	CERÁMICA (%)	REFRACTARIA (%)	CEMENTO (%)
$\text{SiO}_2$	45-47	45-50	50-60	69-70
$\text{Al}_2\text{O}_3$	37-40	34-39	26-39	10-17
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.10-0.60	0.20-0.90	0.90-1.03	0.20-1.06
$\text{TiO}_2$	0.10-1.60	0.10-1.50	0.00-1.50	0.22-1.90
$\text{K}_2\text{O}$	0.00-0.10	0.00-3.00	0.00-3.00	X
$\text{CaO}$	0.10-1.50	0.00-0.50	0.5	X
$\text{Na}_2\text{O}$	0.00-1.50	0.5	0.50-0.69	X
$\text{MgO}$	0.00-0.14	0.00-0.30	0.00-0.030	0.40-0.94

FÓRMULA QUÍMICA	PINTURA (%)	HULE (%)	FERTILIZANTE (%)	FARMACEÚTICA (%)
$\text{SiO}_2$	42-43	44-46	51-53	51-53
$\text{Al}_2\text{O}_3$	32-33	37-39	42-45	42-45
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.30-0.35	2.0-2.0	TRAZAS	TRAZAS
$\text{TiO}_2$	1.44-1.47	1.0-1.50	1.50-2.5	1.80-2.80
$\text{K}_2\text{O}$	1.60-1.88	X	TRAZAS	TRAZAS
$\text{CaO}$	X	X	TRAZAS	TRAZAS
$\text{Na}_2\text{O}$	0.38-0.40	X	TRAZAS	TRAZAS
$\text{MgO}$	0.15-0.90	X	TRAZAS	TRAZAS

## I.6. Flotación en espuma.

Uno de los procesos para la separación de impurezas es la flotación; es un proceso físico para beneficiar o elevar el grado de valores de un mineral, este proceso se basa, en la formación de una capa de espuma, como un medio para separar o remover los minerales seleccionados de los componentes de una pulpa de mineral molido [9].

Este proceso de separación se desarrolla en tres etapas principales:

- 1) La modificación química selectiva de la superficie de la partícula de un mineral específico para afectar su flotabilidad.
- 2) El contacto entre las burbujas de aire y las partículas de mineral, es decir, la adherencia selectiva de las partículas flotables a éstas burbujas y el rechazo de los minerales no flotables; y
- 3) La separación de los minerales flotables de los no flotables.

La definición tradicional de flotación dice, que es una técnica de concentración de minerales en húmedo, en la que se aprovechan las propiedades físico-químicas superficiales de las partículas para efectuar la selección. En otras palabras, se trata de un proceso de separación de materias de distinto origen que se efectúa desde sus pulpas acuosas por medio de burbujas de gas y a base de sus propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas.

Según la definición, la flotación contempla la presencia de tres fases: sólida, líquida y gaseosa. La fase sólida está representada por las materias a separar, la fase líquida es el agua y la fase gas es el aire. Los sólidos finos, los liberados y el agua, antes de la aplicación del proceso, se preparan en forma de pulpa con porcentaje de sólidos variables pero normalmente no superior a 40% de sólidos. Una vez ingresada la pulpa al proceso, se inyecta el aire para poder formar las burbujas, que son los centros sobre los cuales se adhieren las partículas sólidas.

Para lograr una buena concentración se requiere que las especies que constituyen la mena estén separadas o liberadas. Esto se logra en las etapas previas de reducción de tamaño. Para la mayoría de los minerales, se logra un adecuado grado de liberación moliendo a tamaños cercanos a los 100 micrones (0.1 mm).

Al aumentar el tamaño de la partícula, crecen las posibilidades de mala adherencia a la burbuja; en tanto que las partículas muy finas no tienen el suficiente impulso para producir un encuentro efectivo partícula burbuja.

Hasta los años 80 se comenzó a realizar investigación de los minerales no metálicos entre ellos el caolín. Principalmente debido a que el comportamiento de los minerales no metálicos es completamente diferente al de los minerales no sulfurados.

Es necesario considerar que en el presente trabajo la materia prima a flotar son arcillas, esto significa que estamos hablando de partículas ultrafinas cuyo tamaño oscila desde algunos nanómetros hasta alrededor de 20 micrómetros. De tal suerte que la forma de operación del proceso de flotación difiere de aquel utilizado en la flotación de sulfuros. Así mismo es importante mencionar que se utilizara la flotación inversa, en la cual el producto flotado son las impurezas (ganga o cola).

En el siguiente capítulo se describen ampliamente los factores a considerar para efectuar la flotación inversa de caolín.

## CAPITULO II

### ANTECEDENTES

---

El presente capítulo describe los trabajos científicos realizados previamente respecto a la flotación en espuma de caolín, los cuales sirvieron de base para el desarrollo de esta tesis.

Se han propuesto diversos métodos para purificar el caolín, tales como separación magnética [10], floculación selectiva [11], lixiviación [12], aplicación de ultrasonido [13], biolixiviación [14] y separación de tamaños por hidrociclón [15]; sin embargo los más utilizados son flotación, lixiviación y separación magnética de muy alta intensidad. Una búsqueda exhaustiva en la bibliografía referente al procesamiento de caolín, arrojó que en México, no existe suficiente investigación enfocada a separar las impurezas tales como la sílice, la materia orgánica, los óxidos de hierro (Fe) y óxidos de titanio ( $\text{TiO}_2$ ), feldspatos y otras arcillas, mismas que disminuyen la calidad del caolín; mientras que en otros países tales como Brasil, Estados Unidos, España y China, la tecnología de beneficio está muy avanzada.

El beneficio del caolín que permite incrementar su pureza y por ende su blancura ha sido estudiado durante varias décadas; un caolín de alta calidad y con recuperaciones en peso significativas, puede ser obtenido al combinar estos procesos, sin embargo para lograrlo se necesitan numerosas horas de investigación en el laboratorio.

Uno de los procesos ya mencionados de importancia para el desarrollo de ésta tesis, es el de flotación inversa, la cual ha sido ya reportada por Duke en 1951, Greene en 1961 y Lannicelli desde el año 1965 [16].

En diversos trabajos científicos, se ha publicado que la dispersión es una etapa crucial que debe aplicarse antes de la flotación [17]. Ésta es debido a que la distribución de tamaños de partícula del caolín es muy fina, de tal suerte, que, frecuentemente se forman conjuntos de partículas, dentro de las cuales se quedan atrapadas otras y no se logra el contacto mineral – reactivo.

Recientemente Raghavan y colaboradores [18] realizaron en el año 2007, algunos trabajos referentes a la flotación de Caolín para la separación de impurezas de óxido de hierro ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y titanio ( $\text{TiO}_2$ ). Estos investigadores recolectaron mineral del oeste de la India, separando partículas gruesas utilizando una malla con abertura de 300 mallas, posteriormente se utiliza un ciclón de 2” y 1” y 10 mm. Éste es llamado proceso de desarenado. La pulpa de finos fue secada, repulpada y sometida a un separador magnético de muy alta intensidad (Cryo-Filtración) de 5 Teslas. El Producto no magnético fue alimentado al proceso de Flotación. Ellos utilizaron agua desionizada variando la cantidad de dispersante ( $0.5\text{-}2 \text{ gTon}^{-1}$ ), y de colector ( $0.5\text{-}2 \text{ gTon}^{-1}$ ) empleando un agitador que opera a 28,000 rpm correspondiendo a una velocidad periférica de  $23 \text{ ms}^{-1}$ . Los autores estudiaron el efecto del porcentaje de sólidos, velocidad, tiempo de agitación con un dispersante y un colector. Los parámetros óptimos que encontraron son un pH de 8.2, colector y dispersante de  $1 \text{ gTon}^{-1}$ , tiempo de dispersión de 25 minutos, temperatura entre 67-70 grados centígrados, 65% de sólidos para la dispersión y 20% sólidos para flotación. Los resultados mostraron una remoción de  $\text{TiO}_2$  del 35.5% y una recuperación en peso de 92.6%. La blancura obtenida después de la flotación es de 89.3% cuando inicialmente tenía 83.4%. Otro trabajo de los mismos autores separa impurezas de hierro y carbono. Su proceso se resume en desarenado-separación magnética (3.2 teslas) -ciclones-flotación. Para los reactivos de flotación se utilizaron como dispersante el silicato de sodio, como colector Keroseno y un espumante Aerofrot 73, logrando incrementar la blancura de 81% a 82.5%.

Bomi M. y colaboradores [19] realizaron en el año 1982, distintas pruebas de flotación en espuma, utilizando los procesos de eliminación de impurezas por flotación en espuma y la separación magnética. Los investigadores después de pasar a la prueba de flotación realizaron un desarenado pasándolo por 325 mallas, otro proceso para blanquear el caolín es el de separación magnética a 6 kilogauss en un tiempo de 67 segundos, finalmente se somete a un centrifugado obteniendo un tamaño de partículas de 2 micrómetros.

Las arcillas utilizadas en otro estudio fueron sedimentos suaves de caolines de Georgia, normalmente con un contenido de 1.5% a 2.0% de  $\text{TiO}_2$ . En la prueba de flotación realizada por Bomi M. y colaboradores utilizan un proceso de dispersión acuoso con silicato de sodio, manteniéndolo a un pH de 7 a 10 con hidróxido de amonio o hidróxido de sodio, con un tiempo de acondicionamiento de 15 minutos de 25% al 65% de sólidos. Los productos resultantes se aplican para la industria del papel y recubrimientos, varias técnicas en el pasado pueden ser usadas para la decoloración de las impurezas. Los autores utilizan para el proceso de flotación, ácidos grasos alifáticos y ácidos oleicos que son los más notables como agentes colectores apropiados para la remoción de impurezas base titanio. Los compuestos alifáticos como el éster de fosfato y el ácido graso que consisten en monoésteres, di-ésteres y mezclas en forma de sal (sodio, calcio, o magnesio). Obtuvieron un brillo del caolín con estos compuestos mencionados anteriormente, fueron combinados dando resultados satisfactorios disminuyendo el porcentaje de  $\text{TiO}_2$  con respecto al ácido oleico solo. En la metodología siguiente se retomarán las experiencias de los investigadores y será explicada.

En estudios recientes referentes al beneficio del caolín por flotación, cuya cabeza son las colas de un proceso anterior de separación magnética de muy alta intensidad, se han aplicado como dispersantes al silicato de sodio, carbonato de sodio, policarboxilato, poliácido y otros reactivos de la empresa CYANAMID, con dosificaciones de 1 a 3 kilogramos por tonelada [20].



Los primeros reactivos utilizados para la flotación de las impurezas (minerales titano-férreos) fueron los quelatos; posteriormente otros estudios pusieron en evidencia que los hidroxamatos exhiben mejor selectividad y no necesitan un espumante para la formación de burbujas. Ambos, un hidroxamato y una enérgica agitación son necesarios para efectuar una flotación con buenos resultados [21].

El beneficio de los minerales no metálicos es considerado todo un reto por los especialistas, debido a las importantes diferencias que existen con los minerales de sulfuros metálicos, estas han sido descritas por Nagaraj y colaboradores [22], explicando además que la flotación en espuma de estos dos grupos de minerales debe tratarse de diferente manera. Dentro de las principales diferencias se encuentran las siguientes:

- Diferente afinidad de reactivos de flotación; La química de superficie de los minerales sulfurosos está básicamente regida por reacciones electroquímicas, mientras que para los minerales no sulfurosos, está gobernada por intercambio iónico.
- Los minerales sulfurosos tienen muy poca diferencia en sus propiedades de superficie, sin embargo; en los minerales no sulfurosos estas tienen importantes variaciones, y por lo tanto, las condiciones de flotación son mucho más específicas.
- Muchos minerales no sulfurosos están constituidos por lamas, tales como arcillas u óxidos de hierro, lo cual genera problemas en las diferentes etapas del proceso, además es bien conocido que la presencia de las lamas causa inconvenientes en la flotación puesto que el consumo de colector incrementa notablemente debido a la alta área específica de las lamas, otros problemas son: el entrapamiento de partículas dentro de cúmulos de otras, la insolubilidad de las partículas finas, la viscosidad elevada y la dificultad en el espesamiento del producto.

- Puesto que la química de superficie de los minerales no sulfurados está regida por intercambio iónico, la calidad del agua es muy importante (presencia de iones).
- La calidad de los productos de minerales no sulfurados es mucho más estricta que aquella de los minerales de sulfuros metálicos.

El proceso de flotación de caolín es delicado puesto que en primer lugar se trata de procesar partículas coloidales cuya carga eléctrica y potencial de hidrógeno son parámetros cruciales en el control de la flotación en espuma de toda clase de arcillas.

En este trabajo se realiza la flotación inversa. Este proceso lleva esta nomenclatura debido a que es un proceso inverso a la flotación convencional. En esta última se obtiene la mena; siendo esta el concentrado y la flotación inversa se obtiene en la espuma la ganga (colas).

Sobre la base de la revisión bibliográfica se concluye la necesidad de caracterizar el mineral tal como viene de mina, separar las arenas por medio de cribas para posteriormente buscar un método para la obtención de partículas micrométricas-nanométricas de caolín por medio del proceso de dispersión utilizando el reactivo CYQUEST ® DP-6 (poliacrilato de sodio en agua) de la empresa CYTEC y agua desionizada. Posteriormente un proceso de flotación llevado a cabo utilizando los reactivos mencionados en la bibliografía tal es el caso del colector AERO ® 6494. Se pretende estudiar el efecto del porcentaje de sólidos durante la dispersión y el tiempo de acondicionamiento para los procesos de dispersión, flotación y asentamiento.

En lo que concierne a la revisión bibliográfica no se habla del mineral de caolín de color beige; por lo que la aportación de este trabajo de tesis consiste en aplicar los procesos generados a fin de disminuir las impurezas obtener caolín de color blanco.

## CAPITULO III

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

---

En este capítulo se describe la metodología utilizada, iniciando por el muestreo del mineral en mina y en cada uno de los procesos, tales como: trituración, atricionado, cribado, dispersión, flotación, así como la descripción de los equipos para determinar las características físicas y químicas de los productos obtenidos.

La caracterización del mineral de partida es absolutamente necesaria, ya que permitirá determinar la calidad del caolín a purificar, además de dar información de la distribución de tamaño de partícula, morfología y composición química que ayudará a explicar el comportamiento del material durante el procesamiento.

Para hacer más comprensible y simplificada la metodología seguida en la figura III.1, se muestra un diagrama general del proceso llevado a cabo, nótese que el mineral de partida es el mineral de mina y se obtienen cuatro productos, tres de ellos son desechos (mineral +400 mallas, mineral asentado y colas), siendo el producto final el concentrado, se hace énfasis en que los productos de dispersión y flotación fueron efectuados al 45% y 20% de sólidos en masa. Nótese que en dos puntos del diagrama presentado en la figura III.1, en la primera parte del proceso se agregó agua corriente y en la segunda parte del proceso se agregó agua desionizada principalmente.

Se utiliza agua desionizada con la finalidad de que no exista la presencia de iones que interactúen en el proceso subsecuente de dispersión y flotación en los cuales manejan partículas inferiores a 10 micrómetros, las cuales están cargadas eléctricamente.

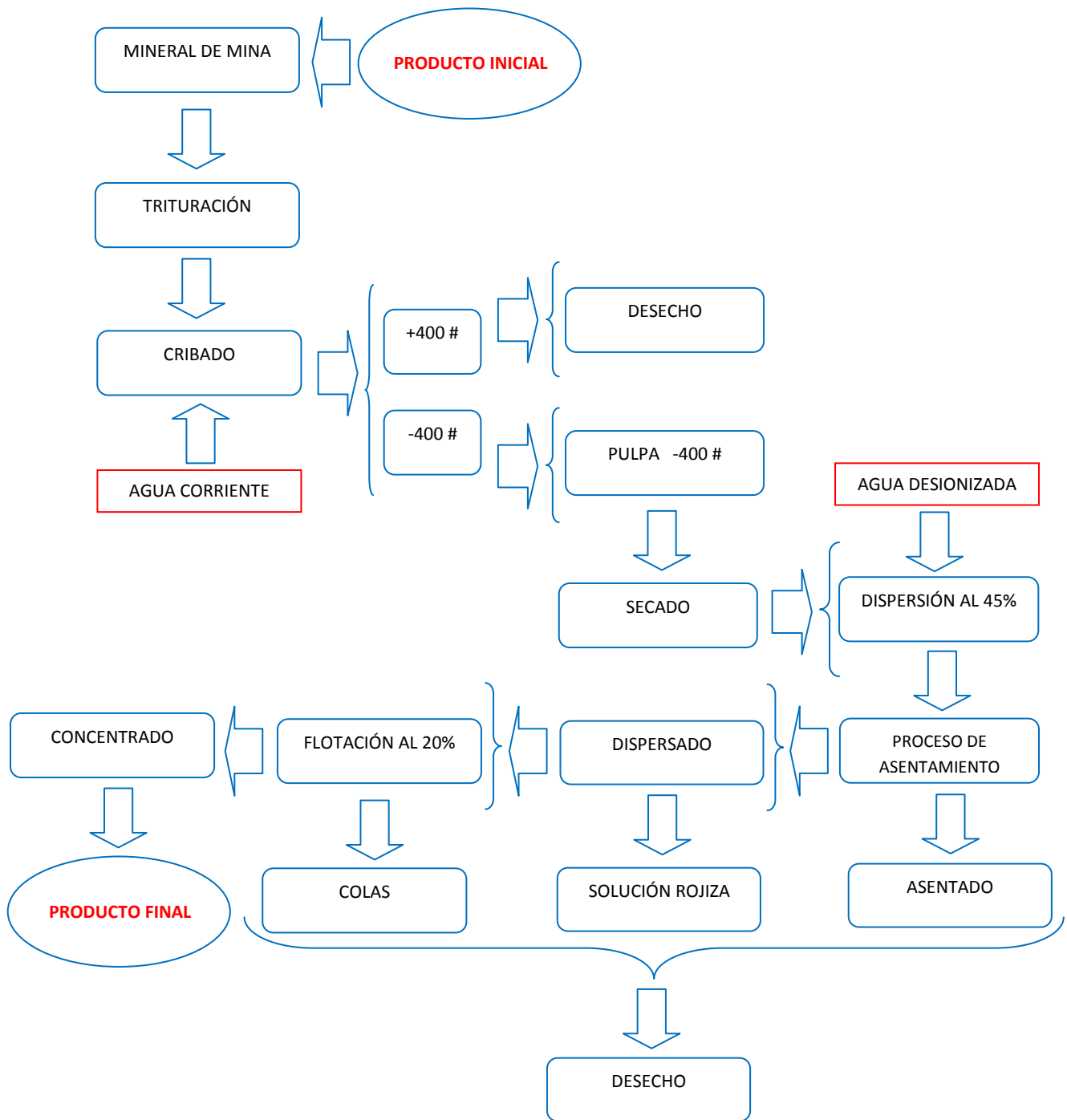


Figura III.1. Diagrama de flujo del proceso de preparación mecánica y beneficio.

### III.1 Muestreo en mina.

Se realizaron visitas de campo a los yacimientos caoliníferos del municipio de Agua Blanca de Iturbide, para la toma de muestras del mineral. Se buscó apoyo de gente experimentada y conocedora de la zona quien ayudó a ubicar las minas. La toma de las muestras se efectuó en conjunto con la empresa molinos y moliendas de Pachuca, utilizando el método de muestreo selectivo, desgajando muestras de mineral de la superficie de la mina, utilizando un pico en algunos casos pero en la mayoría el material estaba en el piso de la mina, en todos los casos se tomaron las muestras de un color beige con un peso de 25 Kg. se llenó una ficha de inventario físico presentada en el apéndice A.

Es importante señalar que una vez colectadas las muestras en las minas; la Carbonero de jacales, la Niña, los Gavilanes, la Lomita, y la Mohonera como se muestra en la figura III.2, el mineral recolectado se mezcló obteniendo un solo compuesto del mineral de caolín [23].

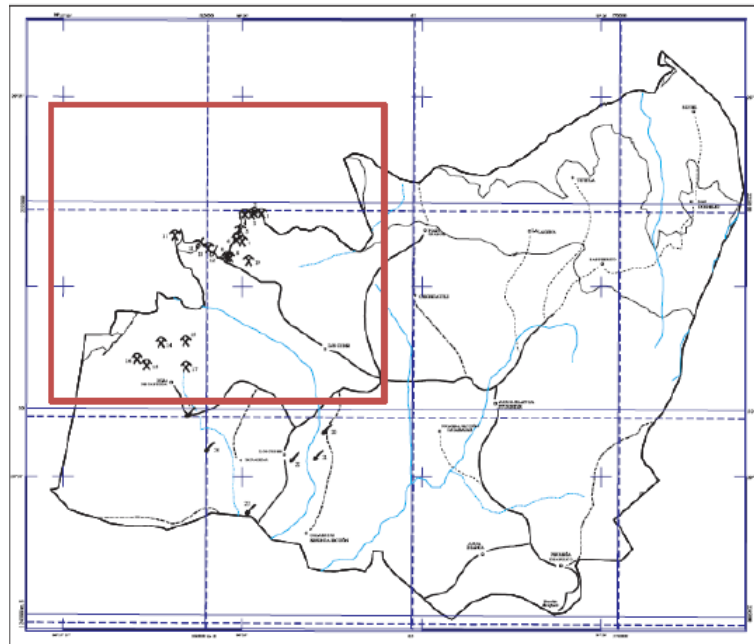


Figura III.2. Localización del muestreo de minas del mineral de caolín [23].

### **III.2 Reducción de tamaño.**

En esta etapa, inicialmente se realizó la trituración que permitió la homogenización de tamaño del mineral de mina, a fin que pudiera ser manejable en laboratorio y hacer el compósito del mineral beige. El proceso de trituración del mineral se realizó en primera instancia con una quebradora de quijada industrial, para posteriormente pasarla por la trituradora de quijadas de laboratorio y posteriormente se pasó a una quebradora de rodillos. El paso siguiente es de atrición, que consiste en la formación de una pulpa a  $\approx 60$  por ciento de sólidos utilizando agua corriente y sometiendo dicha pulpa a una severa agitación dentro de una celda de flotación marca Denver e instalando en la flecha del equipo una propela de doble aspa; todo esto con el objetivo de deshacer los grumos de mineral, durante 10 minutos. En la prueba de dispersión se realiza a  $\approx 45$  por ciento de sólidos y finalmente en la prueba de flotación se realiza a  $\approx 20$  por ciento de sólidos, se muestra la tabla III.1 en el apéndice B y los cálculos para el porcentaje de sólidos en peso, la cual indica la relación pulpa-por ciento de sólidos- peso seco- volumen de agua, para un litro de pulpa.

### **III.3 Desarenado mediante cribas y secado del mineral.**

En segundo lugar se realizó el proceso de desarenado mediante cribas, el cual consiste en separar el material grueso de la pulpa, depositando lentamente la pulpa y con ayuda de agua corriente, se pasa por distintas mallas marca Tyler con aberturas que van desde  $170 \mu\text{m}$ ,  $63 \mu\text{m}$ ,  $45 \mu\text{m}$ , hasta una malla de abertura de  $38 \mu\text{m}$  (-400 mallas), la pulpa que pasa se colecta en botes de plástico de 20 L se deja reposar; posteriormente se decanta separando el agua lo más posible y se filtra, utilizando filtros neumáticos marca Móreo Sepor, la “torta” obtenida se lleva a una estufa para secarla a una temperatura de  $105^{\circ}\text{C}$ ; el mineral que no pasó por la malla 400, no es utilizado en este estudio.

El mineral seco a -400 mallas es guardado en recipientes con tapa a fin de que no adsorba humedad nuevamente del medio ambiente.

### **III.3.1 Determinación de la densidad.**

Para obtener la magnitud referida a la cantidad de masa contenida en un determinado volumen es necesario primero verificar los volúmenes del material que se va a utilizar (bureta y matraz aforado). Para que el valor de la densidad sea correcto es necesario que el equipo sea de la misma marca así se evitará errores de medición y el resultado final no se verá alterado.

El volumen tiene que ser idéntico, tanto como para la bureta como para el matraz aforado que se utiliza en este proceso. Se procede a realizar la medida del volumen del mineral. Se pesan 20 g del mineral en polvo que se añadirán al matraz, el cual debe estar completamente seco.

Se llena de agua la bureta con 50 mL de agua y se le agregan lentamente al matraz que contiene el material en polvo, una vez hecho eso, se vuelve a llenar la bureta con la misma cantidad y se le agrega nuevamente el agua al matraz hasta que alcancen los 100 mL.

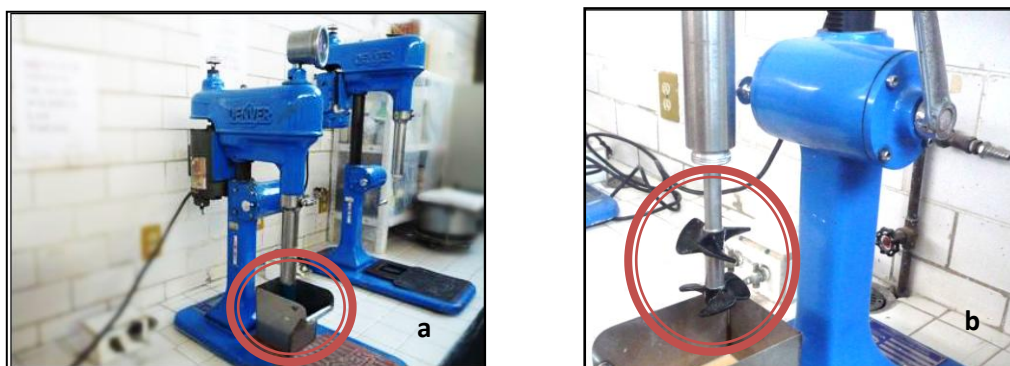
Por lo que hay agua sin caer al matraz detenida en la bureta, entonces, se hace la diferencia de los 100 mL de agua total menos el agua sin caer se obtiene el volumen del material. Finalmente se puede calcular la densidad del material dividiendo la masa (20 g) entre el volumen ya calculado.

### **III.4. Proceso de dispersión.**

El objetivo de la dispersión es evitar la agregación de partículas que tienden a unirse debido a las cargas eléctricas, por lo que se agrega un agente dispersante que actúa en la superficie de la partícula. Es importante enfatizar que en el proceso anterior de cribado, se utilizó agua corriente para obtener la pulpa, dicha agua se eliminó mediante el secado, en los procesos subsecuentes sólo se utilizará agua desionizada.

En ésta etapa de dispersión se pesan 933 g de mineral, mezclando con 1140 mL de agua desionizada en una celda de flotación para formar 1.5 L de pulpa a 45% de sólidos en peso, se agregan 1.4 mL de dispersante CYQUEST ® DP-6 (poliacrilato de sodio en agua) de la empresa CYTEC que corresponde a 1 kg de dispersante por tonelada de caolín, los cálculos se muestran en el anexo A. La pulpa es agitada durante 0.5 horas a 3000 rpm en una celda de flotación marca Denver, como la que se muestra en la figura III.3 a, para este procedimiento se utiliza una propela de doble aspa, como se muestra en la figura III.3 b.

Cabe mencionar que debido a las altas revoluciones del proceso se acondicionó un recipiente de plástico con tapa para evitar pérdida de pulpa.



*Figura III.3. Equipo para realizar la dispersión. a) Celda de flotación marca Denver., b) Aspas del equipo para dispersar.*

### **III.5. Proceso de asentamiento.**

Ya obtenida la pulpa dispersa a 45% de sólidos, se toma una muestra de esta pulpa (555 g) y se mezcla con agua desionizada (445 mL) para obtener una pulpa a 20% de sólidos en peso, como se muestra en el apéndice B, la tabla III.1 y los cálculos para el porcentaje de sólidos en peso; se deposita en una bureta graduada de un litro y se deja asentar la pulpa durante 0.5 horas. Este tiempo fue determinado al hacer pruebas



preliminares de tiempo de asentamiento, dando como resultado que 0.5 horas es apropiado para que el mineral pesado se asiente.

El producto obtenido de la dispersión (mineral que se encuentra en la parte superior de la mezcla) se retira por decantación, y es ésta la pulpa utilizada como materia prima para la etapa de flotación, como se muestra en la figura III.4. El resto de material que se queda en la parte inferior de la probeta, (mineral que se asienta), con un tamaño de partículas de  $30\ \mu\text{m}$ , que queda asentado 30 mL al 70% de sólidos, que son desechos puesto que no se utilizarán para la prueba de flotación y que pueden ser objeto de un estudio posterior.

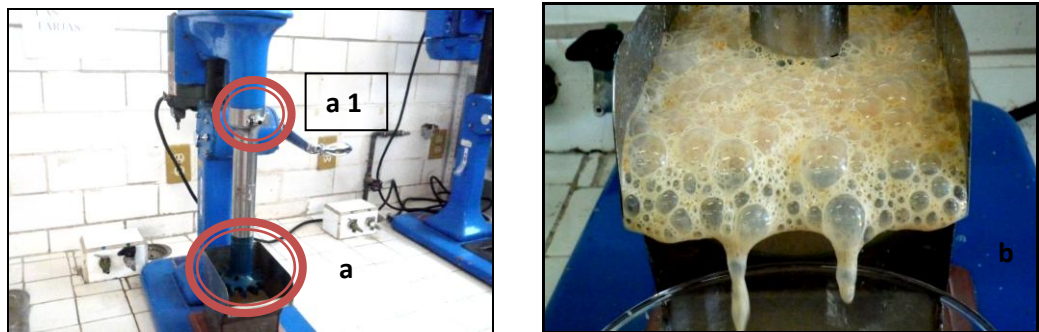


*Figura III.4. Pulpa para la flotación inversa.*

### **III.6. Prueba de flotación inversa.**

Ya realizada la etapa de dispersión, se llevará a cabo la etapa de flotación inversa para la separación de minerales de titanio al 20% de sólidos en peso, utilizando 0.22 mL de colector AERO ® 6494 de la empresa CYTEC, la pulpa es agitada con tiempo de acondicionamiento 0.5 h a 600 rpm con una celda de flotación marca Denver, para este procedimiento se utiliza un difusor y un impulsor; aditamentos que son mostrados en la

figura III.5.a. Se abre la válvula para que se inyecte aire por medio de la flecha del equipo para hacer las burbujas durante un minuto y remover las impurezas ó colas como se muestra en la figura III.5.a1. En este proceso, las burbujas suben hacia el contenedor donde se van a depositar las impurezas, como la que se muestra en la figura III.5.b.



*Figura III.5. Equipo para realizar la flotación. a) Difusor e impulsor., a1) Válvula de liberación de aire., b) Espuma de la flotación (colas ó impurezas).*

### **III.7. Equipos para la técnica de análisis del mineral.**

En el Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales (AACTyM) de la universidad Autónoma del Estado de Hidalgo (UAEH), se cuenta con equipos para la caracterización de los productos obtenidos del proceso; los análisis se complementaron con equipos de caracterización del Instituto Mexicano del Petróleo (IMP).

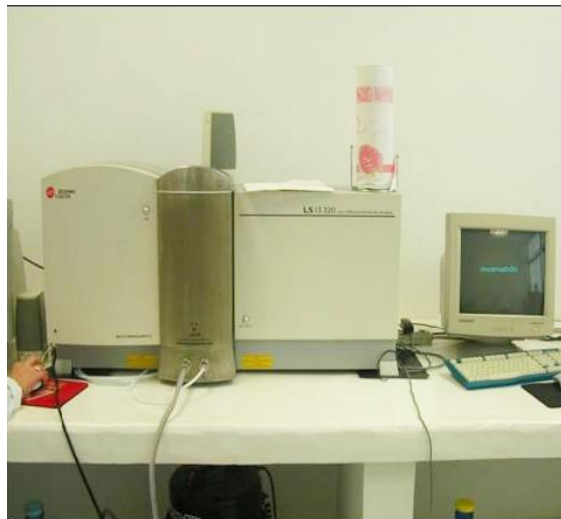
Los métodos de caracterización que se utilizaron fueron:

- A) Análisis de tamaño de partícula (ATP).
- B) Microscopía electrónica de barrido (MEB).
- C) Difracción de rayos X (DRX).
- D) Espectrometría de plasma (ICP).
- E) Medición del índice de color (IC).

A continuación se describirá brevemente el funcionamiento y utilización de cada uno de los equipos para la caracterización del mineral.

#### **A) Analizador de tamaño de partícula (ATP).**

En este equipo se determinó el tamaño promedio y la distribución del tamaño de las partículas suspendidas en un medio líquido (agua desionizada con dispersante) de acuerdo al principio de dispersión de la luz, llamado patrón de dispersión que está formado por la intensidad de la luz en función del ángulo de dispersión, esto se traduce en una serie de patrones individuales para cada partícula, las cuales se superponen, generando un patrón único y exacto que representa las mediciones de todas las partículas. Para esta prueba de caracterización se utilizó un analizador de tamaño de partícula, como se muestra en la figura III.6, marca Beckman & Coulter, modelo LS-13320.



*Figura III.6. Analizador de tamaño de partícula.*

## B) Microscopía electrónica de barrido (MEB).

Este equipo se empleó para observar la morfología y corroborar el tamaño de las partículas de cada muestra de caolín con respecto a los resultados arrojados por el analizador de tamaño de partículas descrito anteriormente.

El equipo utilizado, se muestra en la figura III.7, es de la marca Jeol, modelo JSM-6300, el cual funciona mediante el bombardeo de electrones sobre la superficie para obtener una imagen ampliada. En el microscopio electrónico de barrido, se realizó un análisis químico por (EDS). La espectroscopía de energía dispersiva, mide la energía de los rayos x emitidos por átomos después de haber sido ionizados por un haz de rayos x, los cuales son característicos de cada elemento. Este análisis se empleó para corroborar la presencia de los óxidos metálicos ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ), en la muestra. Las micrografías obtenidas de los polvos son presentadas en el capítulo siguiente.



*Figura III.7. Microscopio electrónico de barrido.*

### C) Equipo de difracción de rayos X (DRX).

Para conocer las fases presentes, así como la cristalinidad de la muestra de polvo de caolín, se utilizó un difractómetro de rayos X, como se muestra en la figura III.8, marca Discover with Gadds, modelo D8 de radiación: longitud de onda de Cu  $K\alpha_{1,2}$  1.5418, detector de área HI-STAR, monocromador de haz primario Göbel mirror, condiciones de medición: condiciones de barrido; 1 frame  $\theta$ - $2\theta$ =10-15, frame width=0, integración  $2\theta$ = 4 a 80; tiempo de conteo por frame= 300 segundos; tamaño de paso; 0.05 grados  $2\theta$ ; potencia; 40Kv, 40mA.



*Figura III.8. Difractómetro de rayos X.*

Este equipo basa su funcionamiento en la aplicación de un haz de rayos X a la muestra, si el haz difractado cumple con la ley de Bragg, que relaciona la longitud de onda de los rayos X y la distancia interplanar con el ángulo de incidencia de dicho haz, se observará una interferencia constructiva, la cual se representa por medio de picos en un difractograma. La expresión de la ley de Bragg es la siguiente ecuación:

$$n\lambda = 2d \text{ Sen } (\theta) \quad (1)$$

Donde:

n: Número entero.

$\lambda$ : Longitud de onda de los rayos X.

d: Distancia interplanar cristalina.

$\theta$ : Ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión.

#### **D) Espectrometría de plasma acoplado (ICP).**

La espectrometría de masas de plasma acoplado inductivamente es una técnica de análisis elemental empleada para determinar los elementos que forman una muestra de naturaleza desconocida o bien la proporción en la que estos se encuentran en el caso de que se conozca su naturaleza. El equipo es capaz de generar plasma en su interior. El plasma producido permite evaporar, disociar, ionizar y excitar cada uno de los elementos de la muestra. Los cationes producidos emiten radiación al desexcitarse. Esta radiación es característica de cada elemento, lo cual permite su identificación. Estas técnicas son muy sensibles, de forma que es posible detectar elementos de la tabla periódica que se encuentran en muy baja proporción (trazas y ultra trazas).

#### **E) Medición del índice de color.**

El color se mide con espectrofotómetros de reflectancia. Estos equipos miden la cantidad de luz reflejada por una superficie como una función de la longitud de onda y producen un espectro de reflectancia.

Básicamente, un espectrómetro funciona iluminando la muestra con luz blanca y calculando la cantidad de luz que es reflejada a cada intervalo de longitud de onda. En general se miden 31 intervalos centrados en 400nm, 410nm, 420nm, 700nm. Esto se hace pasando la luz reflejada por un aparato monocromador que divide la luz en los intervalos de longitud de onda especificados. Se muestra el esquema de un fotocolorímetro en el apéndice C.

---

## CAPITULO IV

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

---

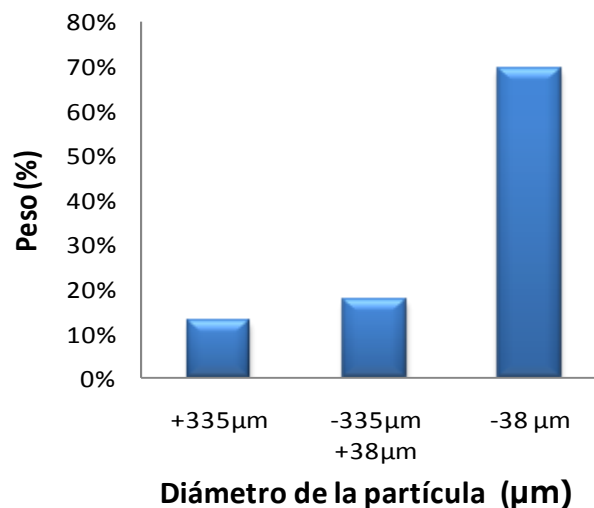
En el capítulo anterior se describieron las metodologías y equipos utilizados en el proceso de desarenado del caolín. En el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos de la caracterización de la materia prima y de los productos obtenidos en cada uno de los procesos. Se realiza además la discusión de los mismos.

En estudios preliminares se estudió el efecto del porcentaje de sólidos, tiempo de asentamiento después de la dispersión, tiempo de acondicionamiento, el efecto de agitación comparando los equipos celda Denver contra Ultra Turrax, diferentes tipos de dispersantes; sin embargo no se obtuvieron resultados significativos.

#### **IV.1. Análisis de la distribución de tamaños de partículas por cribas, del mineral de mina preparado mecánicamente.**

Una de las características importantes a evaluar de cualquier mineral a procesar es la distribución de tamaño de partícula. En la figura IV.1, se presentan gráficamente los resultados del análisis de distribución de tamaños de la muestra de mina triturada y atricionada en forma de pulpa a un porcentaje de sólidos. Después del cribado, se obtiene un porcentaje en peso de 12% para el material superior a 335 micrómetros retenido sobre la malla, para el mineral entre 335 y 38 micrómetros se obtiene un 18% de la distribución, este es material que posee una consistencia que asemeja a la arena de playa, pudiéndose distinguir a simple vista partículas de cuatro coloraciones diferentes: blancas, café claro, rojas y negras, estas últimas se considera que son óxidos metálicos comprobando que tienen susceptibilidad magnética. Esto induce a separar por medios gravimétricos y magnéticos, sin embargo es un proceso estudiado en otro trabajo de tesis.

La proporción más importante, de 70%, es del mineral que pasa por la malla 400 (apertura de 38 micrómetros). Este resultado es de esperarse puesto que el mineral de caolín y las arcillas presentes son materiales muy inconsistentes que disminuyen fácilmente su tamaño durante la preparación mecánica.



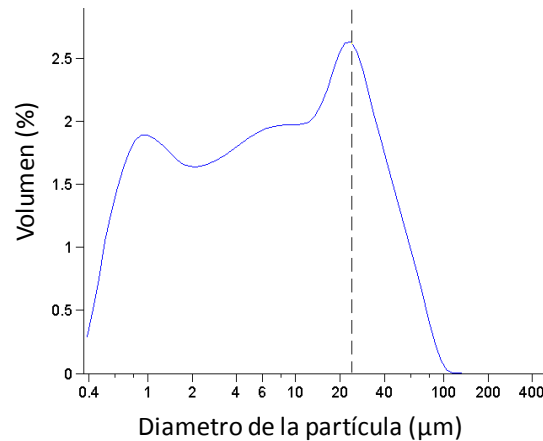
*Figura IV.1. Granulometría por tamices del caolín de mina después de ser triturado y atricionado.*

#### **IV.2. Análisis de tamaño de partícula de mineral inferior a 38 micrómetros por rayo laser.**

La gráfica IV.1 proporciona información general obtenida de una serie de tamices, sin embargo para el material fino e inferior a 38 micrómetros, no es posible analizarlo con tamices por lo que se realizó un estudio de distribución de tamaños con ayuda del equipo de difracción de rayo laser. De la pulpa al 45% de sólidos tratada en el del proceso de dispersión, se muestrean aproximadamente 20 mL de pulpa para su posterior análisis de distribución de tamaño.



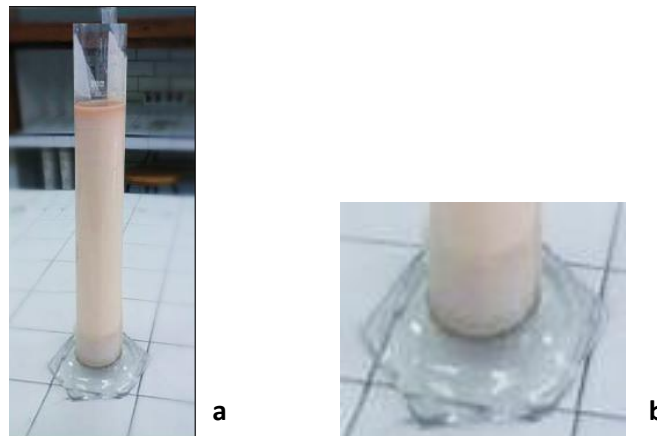
Dicho análisis es mostrado en la figura IV.2, ésta gráfica muestra tres modas diferentes en aproximadamente 1, 8 y 25 micrómetros. Arrojando un tamaño promedio de partícula de 25 micrómetros



*Figura IV.2. Distribución de tamaños de partícula por difracción de rayo láser del material inferior a 38  $\mu\text{m}$ .*

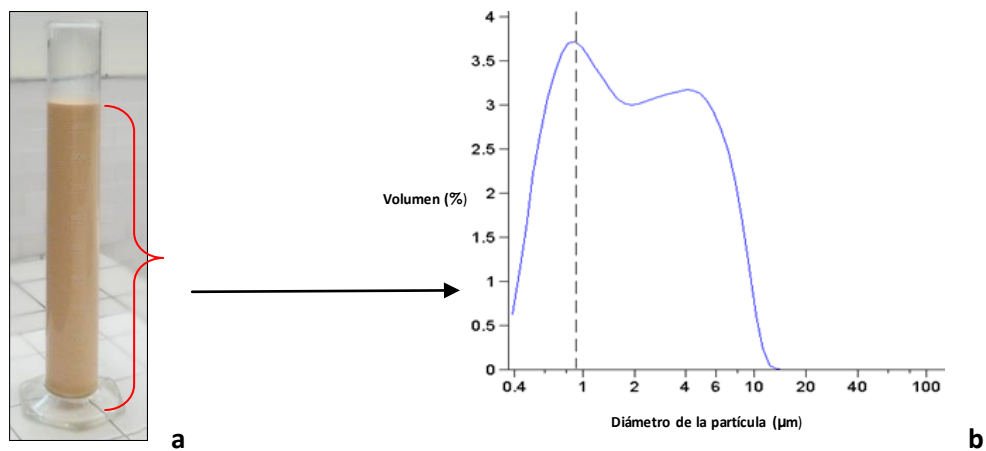
### **IV.3. Asentamiento del mineral de caolín.**

En este proceso de asentamiento, el mineral ya disperso se deposita en una bureta graduada de un litro, se agrega agua desionizada y se deja asentar la pulpa durante 0.5 horas. Este proceso ha sido explicado en el capítulo III, sección III.5, obteniendo que las partículas gruesas se van a la parte inferior de la probeta y las partículas micrométricas quedan en suspensión por encima de las partículas gruesas como se observa en la figura IV.3.



*Figura IV.3. a) Probeta con mineral asentado y disperso. b) Detalle del mineral asentado.*

Por lo que se obtiene un tamaño de partícula coloidal-micrométrico, realizando una dispersión previa antes del asentamiento del mineral, separando la suspensión coloidal adecuada, obteniendo un tamaño de partícula aproximado de 1 micrómetro, como se observa en la figura IV.4.



*Figura IV.4. a) Probeta con mineral disperso b) Análisis de tamaño de partícula del mineral disperso.*

Es importante mencionar que al utilizar este proceso se obtienen tamaños de partículas de caolín muy similares a los reportados por Raghavan y Colaboradores quienes utilizaron hidrociclones de 2", 1" y 10 mm de diámetro [20].

De tal manera que el proceso de dispersión-asentamiento utilizado, es exitoso y menos costoso que el proceso de separación con hidrociclones.

#### **IV.4. Microscopía electrónica de barrido (MEB).**

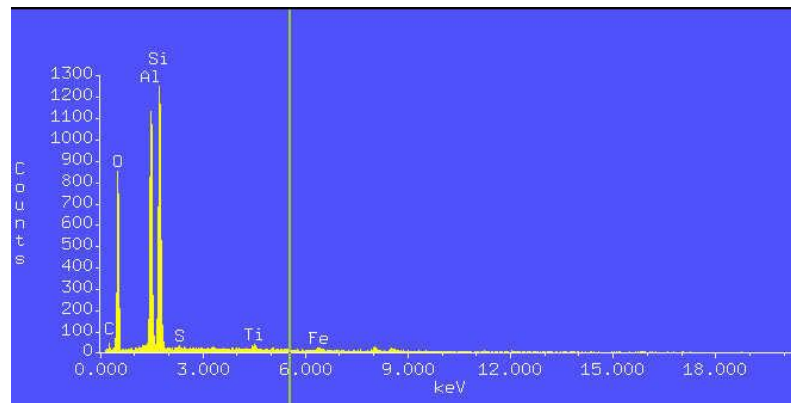
Esta técnica fue utilizada con la finalidad de estudiar la morfología, el tamaño de las partículas. La composición del análisis químico de las muestras por medio de espectroscopía de energía dispersiva EDS.

##### **IV.4.1 Espectroscopía de energía dispersiva (EDS).**

Se realizó un análisis cualitativo por (EDS) de cuatro muestras: a) mineral inferior a 39  $\mu\text{m}$ , disperso, solución rojiza y concentración de flotación.

##### **A) EDS del mineral inferior a 39 $\mu\text{m}$ .**

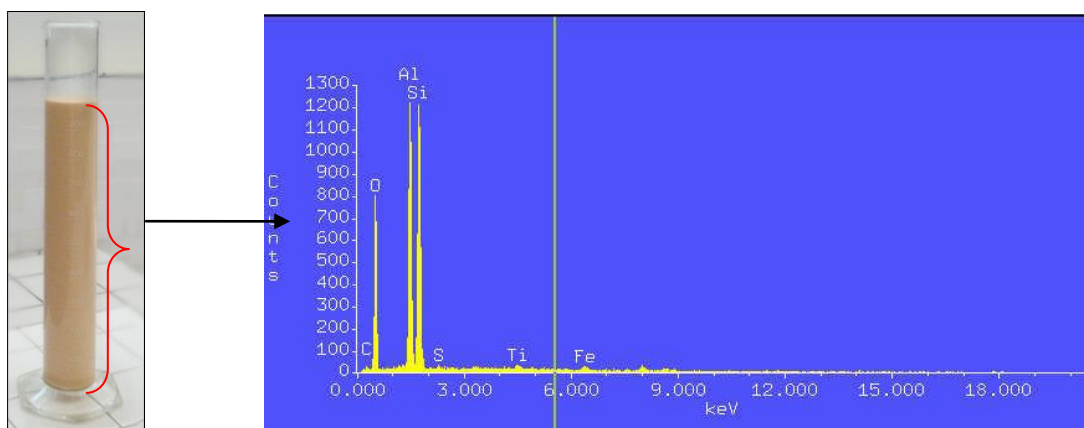
Se aplicó un análisis (EDS) al polvo correspondiente a las partículas inferiores a 38 micrómetros. Como se muestra en la figura IV.5, podemos observar la presencia de los elementos Al, Si y O propios de la caolinita. Obsérvese una señal más intensa para el Si que para el Al, lo que podría significar un exceso de silicio. La presencia de los elementos de S, Ti y Fe corresponden a las impurezas.



*Figura IV.5. Resultados de la espectroscopía de energía dispersiva aplicada al mineral inferior a 38 micrómetros.*

**B) EDS del mineral disperso.**

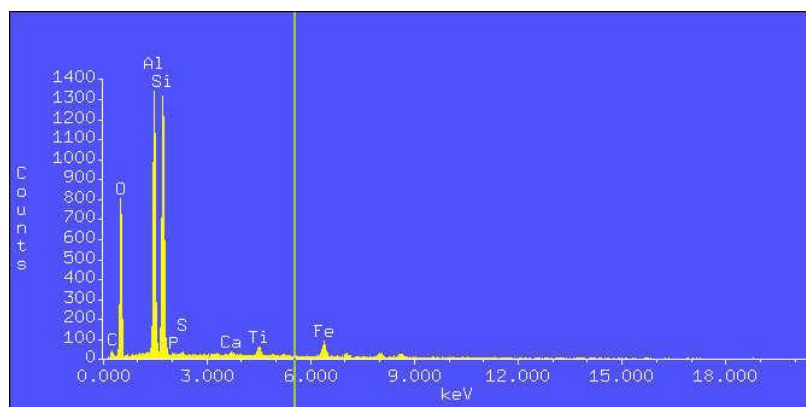
En la figura IV.6, contrariamente al análisis anterior correspondiente al mineral inferior a 38 micrómetros, se observa para el mineral disperso una señal mayor de Al que la del Si, lo que podría significar que el elemento silicio detectado en la muestra anterior permaneció en el fondo de la probeta durante el proceso de asentamiento, asumiéndose entonces que el mineral disperso tiene menor cantidad de sílice.



*Figura IV.6. Resultados de espectroscopía de energía dispersiva aplicada a la pulpa*

### C) EDS de la solución rojiza.

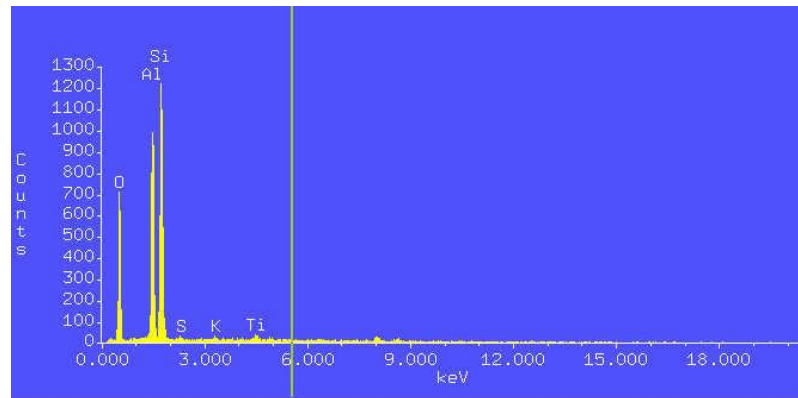
En la prueba de flotación – asentamiento se obtienen dos productos, la solución rojiza y el concentrado, para la solución rojiza (obviamente se analiza seca), el equipo detecta los elementos Si, y Al, corresponden al mineral caolinita. Sin embargo revela la presencia de S, Fe, Ca y Ti que evidentemente pertenecen a las impurezas del mineral, nótese la detección del elemento Ca y un pico importante de Fe con respecto a los encontrados a las figuras anteriores, lo que significa remoción de éstos elementos por asentamiento, como se muestra en al figura IV.7.



*Figura IV.7. Resultados de espectroscopía de energía dispersiva a la solución rojiza.*

### D) EDS del concentrado de flotación.

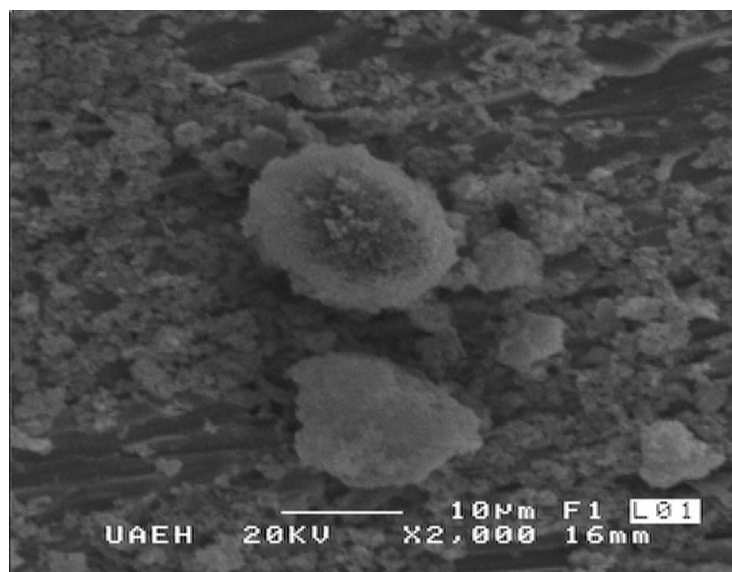
Finalmente se muestra en la figura IV.8, en el concentrado del mineral, el equipo detecta los elementos Si, O, y Al, corresponden al mineral, sin embargo detecta S, K y Ti que evidentemente pertenecen a las impurezas del mineral, ya no existe la presencia del Fe lo que indica que hay un beneficio del mineral.



*Figura IV.8. Resultados de espectroscopía de energía dispersiva aplicada al concentrado del mineral.*

#### **IV.4.2 Morfología y tamaño de partícula.**

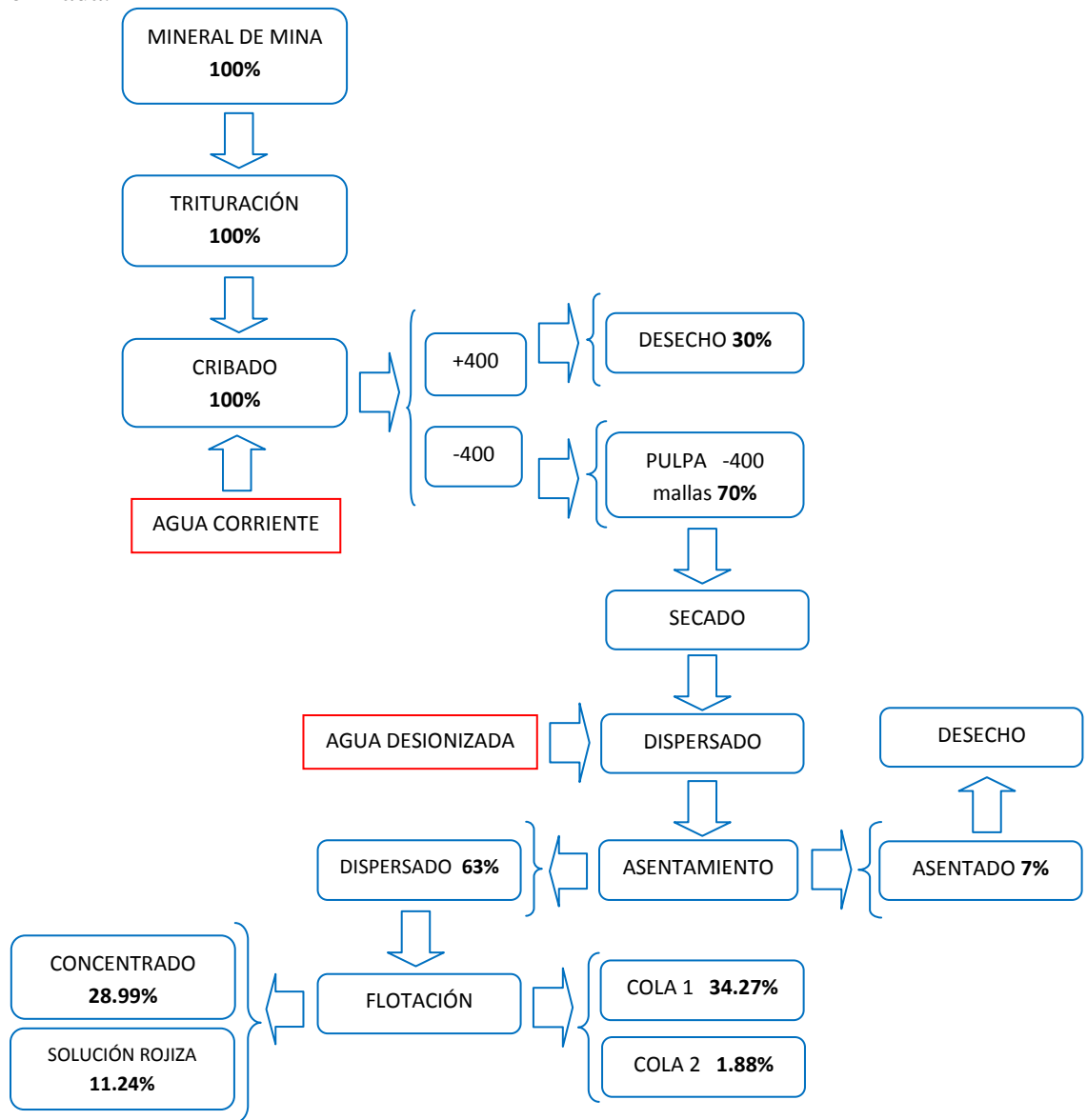
En la figura IV.9, se muestra una imagen de MEB del mineral de caolín, de una muestra mineral a -400 mallas antes del proceso de flotación, observándose partículas y aglomeradas del mineral. Nótese que se ven poblaciones de partículas de tamaños variados que oscilan entre 10  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$ , observándose formas esféricas que se atribuyen a la aglomeración del mineral.



*Figura IV.9. Imagen de MEB del mineral de -400 mallas.*

**IV.5. Diagrama de flujo propuesto para el procesamiento de beneficio del caolín.**

En la figura IV.10, se muestra el proceso de preparación mecánica y beneficio realizado; este diagrama permite visualizar de manera global los procesos llevados a cabo, sus productos, porcentajes en peso, así como la adición de agua corriente y agua desionizada.



*Figura IV.10. Diagrama de flujo del proceso mostrando el balance de masa en porcentaje.*

En la figura IV.11, se muestran de manera específica los productos con sus leyes (concentraciones de los minerales), la distribución de estos en cada uno de los procesos, así como también el porcentaje en peso; esta información es muy importante debido a que revela la eficiencia de cada uno de los procesos y se indica el índice de color (IC).

El cribado es un proceso de separación física, sin embargo los resultados de los análisis químicos y medición de color, muestran ciertas diferencias, siendo la más notoria el óxido de silicio cuya concentración incrementa en el producto retenido. Esto significa que el material grueso posee una dureza mayor que aquel producto que pasa la malla -400, éste tiene un índice de color de 89.42%.; se considera entonces que el óxido de silicio es parcialmente separado mediante este proceso de cribado.

Como ya se ha explicado el producto a -400 mallas se somete a un proceso de dispersión en el cual se obtienen dos productos, un material asentado y otro disperso. Los análisis químicos de cada uno de los productos indican que en este proceso si existe una separación de los óxidos de hierro y de los óxidos de titanio, éstos últimos se presentan en mayor proporción en el material disperso con índice de color de 91.27%. Esto es de esperarse ya que como se explicará posteriormente, el material disperso contiene especies de óxidos de hierro coloidales. Por lo tanto en el material asentado se presentan cantidades inferiores de estos óxidos metálicos, también existe una disminución de la concentración de alúmina más no así de la sílice. Estos resultados ponen en evidencia la existencia de partículas de un tamaño tal que no pueden estar en solución y viajan al fondo de la probeta.

Para el caso del proceso de flotación se obtuvieron dos productos; concentrado y cola, para este último se obtuvieron en realidad dos colas, y ambas presentan resultados de análisis químicos similares; no se observa una eliminación significativa o disminución de óxido de hierro. Sin embargo, se pone en evidencia la recuperación de titanio en este producto. La cantidad de óxido de aluminio y óxido de silicio permanece sin alteraciones importantes en sus concentraciones.



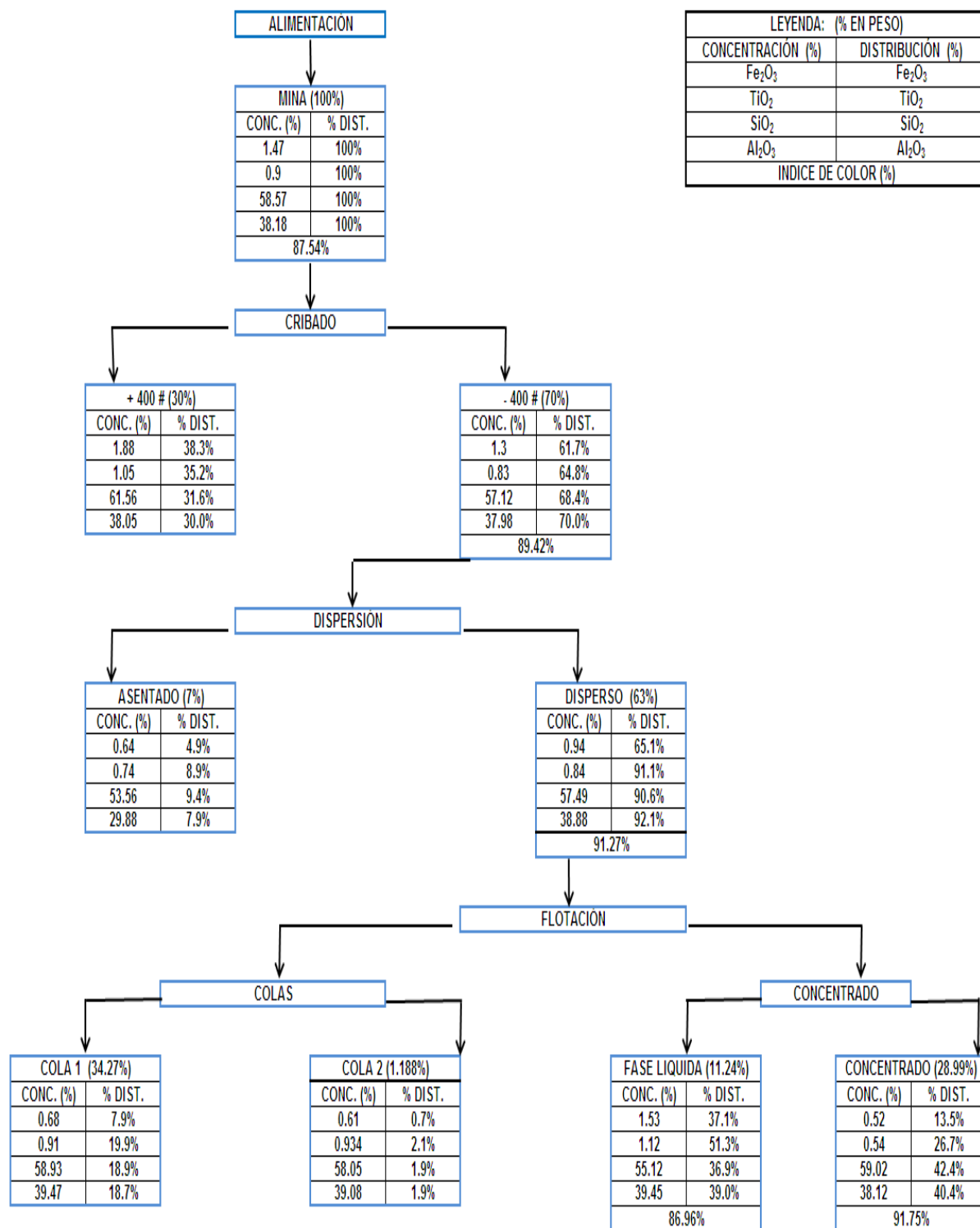


Figura IV.11. Diagrama de flujo mostrando las leyes y distribuciones de los productos.

La diferencia entre los dos productos de colas radica en la recuperación en peso, la cual es casi diez veces menor en la cola 2, esto significa que en la cola uno hay un exceso de producto que contiene caolinita, lo cual tendremos que confirmar en el análisis cristalográfica.

En el concentrado se obtuvieron dos productos: un material sólido que se va al fondo de la celda de flotación con 28.99 % en peso con índice de color de 91.75% y otro material llamado fase líquida con un 11.24 % en peso, los cuales se obtuvieron después de dejar asentando el concentrado de flotación durante setenta y dos horas. Se procedió a analizar por separado los productos dando como resultado que la fase líquida contenía un importante porcentaje de óxido de hierro y óxido de titanio. El concentrado de flotación se presenta con una coloración blanca y concentraciones aceptables para la industria cerámica.

Para evaluar el rendimiento de un proceso metalúrgico y el balance de masas es particularmente importante en la valoración contable del mineral y para determinar las recuperaciones en masa. Además de dar información de cómo se está llevando a cabo la distribución del mineral, se describe en el apéndice D.

En la tabla IV.1 se puede apreciar de manera general la concentración inicial del compuesto de mina contra las concentraciones del producto final obtenido (caolín blanco), así como los desechos del proceso de flotación (colas).

*Tabla IV.1. Valores del caolín inicial, concentrado y colas expresado en porcentaje.*

COMPUESTO	MINA (%)	CONCENTRADO (%)	COLAS TOTALES (%)	
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1.47	0.52	0.68	0.61
$\text{TiO}_2$	0.9	0.54	0.91	0.93
$\text{SiO}_2$	58.57	59.02	58.93	58.05
$\text{Al}_2\text{O}_3$	38.18	38.12	39.47	39.08

#### IV. 6. Estudio cristalográfico.

Para este estudio, se utilizó la técnica de difracción de rayos X, por medio de la cual se identifican las fases presentes en la materia prima y en cada uno de los productos del proceso para beneficio del caolín.

##### A) Difractograma del mineral de mina.

En la figura IV.12, se observa el difractograma 2-Theta contra intensidad relativa, correspondiente al mineral extraído de mina; cada pico fue asignado con una letra en la parte superior que define a un mineral en específico. Este material exhibe minerales tales como caolinita, cuarzo, magnetita y tridimita, presentándose como fase mayoritaria la caolinita seguida del óxido de sílice en sus fases de cuarzo y tridimita. De igual manera se observa la presencia las impurezas tales como fierro en forma de magnetita y greigita así como sulfuro de hierro, además de una especie de óxido titanoférrico  $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$  (ulvospinel).

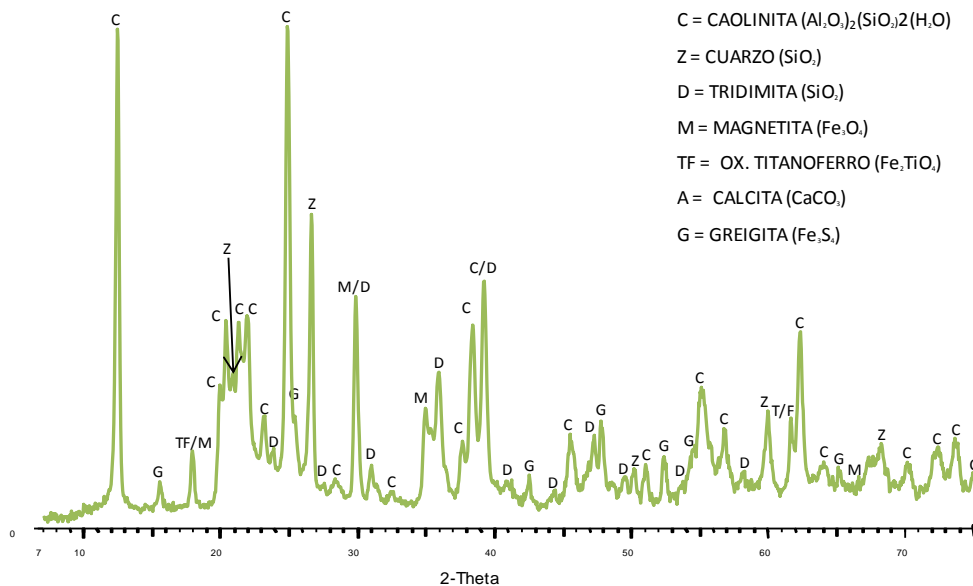


Figura IV.12. Difractograma del mineral de mina.

## B) Difractograma del mineral asentado.

Al comparar los difractogramas del mineral de mina con el mineral asentado se observa una considerable disminución de las impurezas de sulfuros de fierro, magnetita y titanoférricos. Nótese además una disminución de la mezcla de la magnetita con la tridimita a un ángulo 2 theta de 30 en la figura IV.13, esto podría significar que el cuarzo en forma de tridimita esté disminuyendo, gracias a la separación del material que se queda sobre la malla 400, de tal forma que se asume que el proceso de cribado es eficiente para eliminar ciertas impurezas incrementando la cantidad de mineral de caolín.

Éste difractograma pone en evidencia un incremento en la altura de los picos en la caolinita y una leve disminución de la sílice. Sin embargo aún está presente; así como también las impurezas de sulfuros de hierro, óxidos titanoférricos y magnetita.

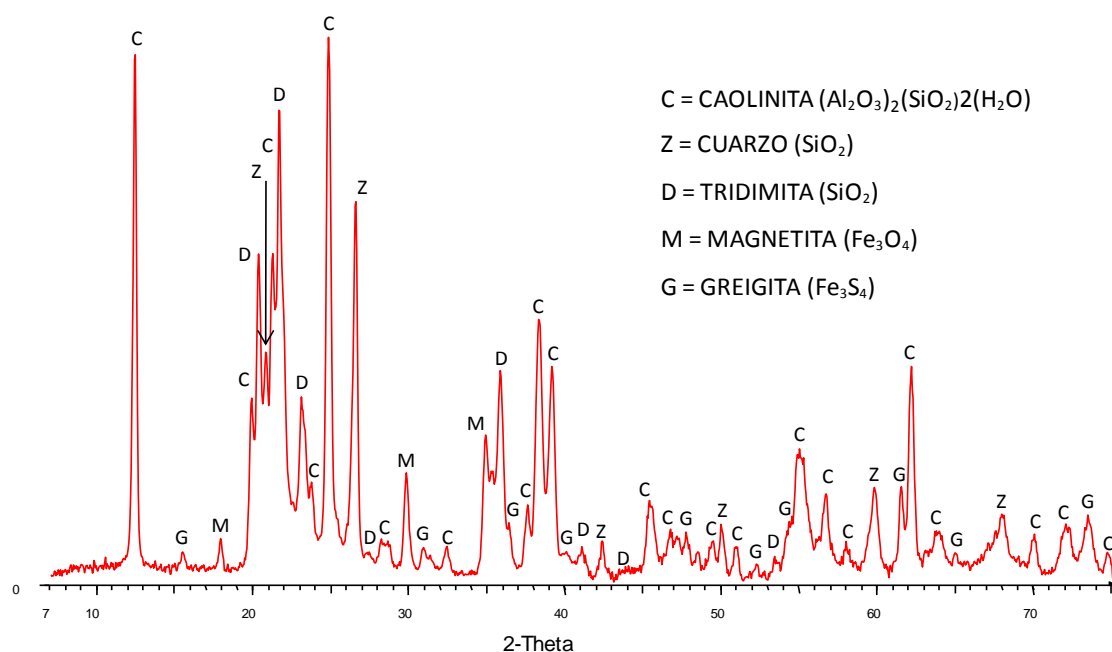


Figura IV.13. Difractograma del mineral asentado.

### C) Difractograma del mineral disperso.

El difractograma de la figura IV.14 del material disperso pone en evidencia una claridad en las fases de la caolinita y una disminución de las fases de la sílice en sus formas de cuarzo y tridimita, también una disminución de las señales correspondientes a las impurezas tales como sulfuros de hierro y óxidos titanoférricos.

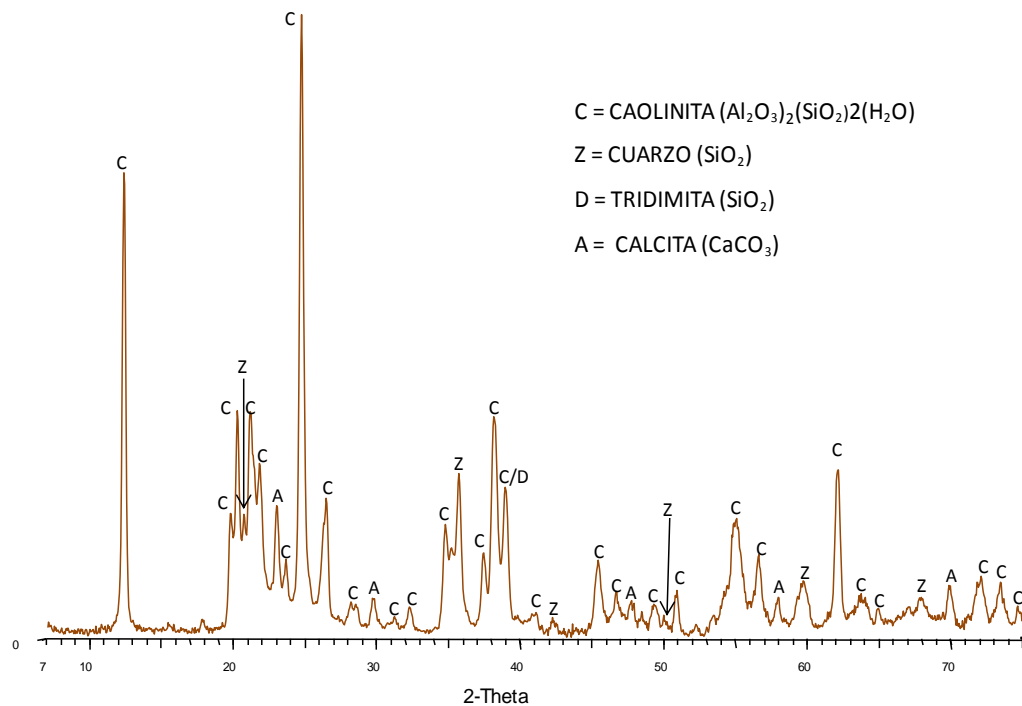


Figura IV.14. Difractograma del mineral disperso.

### D) Difractograma del mineral concentrado.

En acuerdo con los análisis químicos, el difractograma del concentrado final, que se muestra en la figura IV.15, indica aún la presencia de impurezas tales como el cuarzo. Sin embargo, aquellas como la greigita y la magnetita son prácticamente insignificantes. Las señales correspondientes a la caolinita tienen mayor intensidad relativamente que en cualquier otro difractograma.

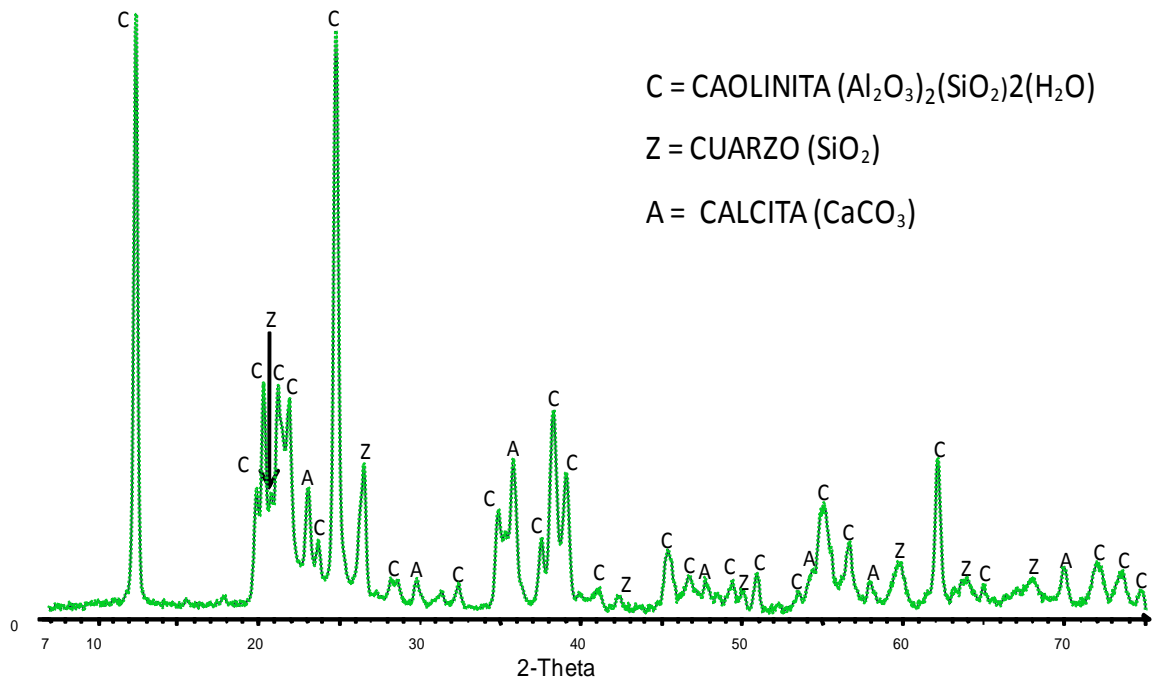
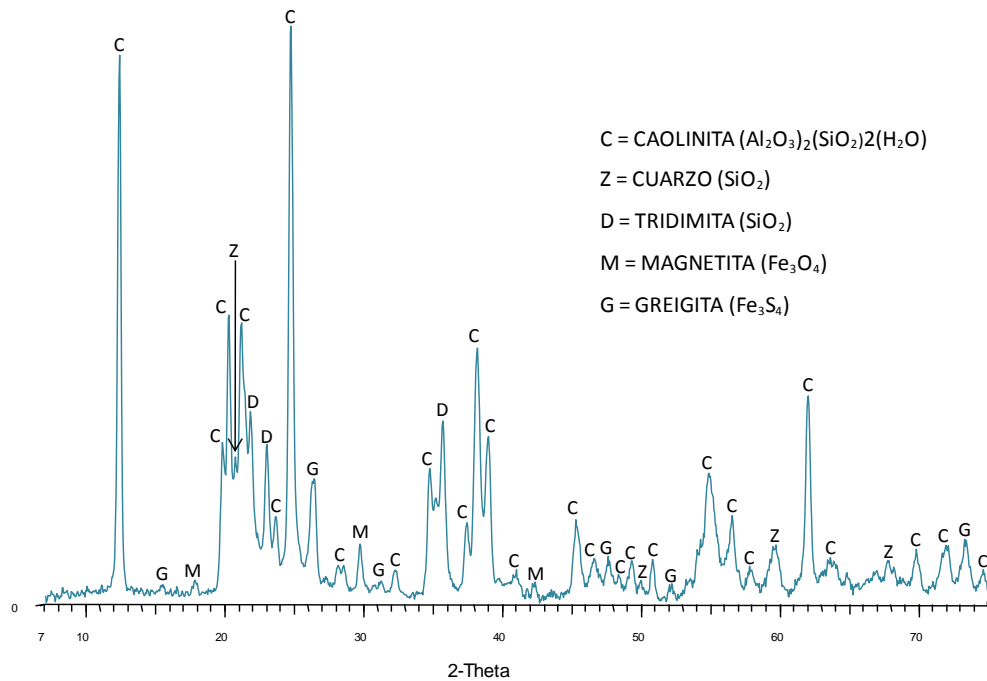


Figura IV.15. Difractograma del mineral concentrado.

### E) Difractograma del mineral cola.

Finalmente el difractograma de la figura IV.16 correspondiente a la cola uno del proceso de flotación, se encuentra la presencia de los óxidos titanoférricos, greigita y magnetita permaneciendo los picos correspondientes al cuarzo sin alteraciones apreciables. Nótese además la presencia de la caolinita en cantidades importantes. Esto corrobora los resultados obtenidos en los análisis químicos y porcentajes en peso de este producto que indican un porcentaje de 11.6 % con bajas concentraciones de impurezas por lo que existe la presencia de caolinita.



*Figura IV.16. Difractograma del mineral cola uno del proceso de flotación.*

En conclusión en lo que se refiere a los difractogramas se pone en evidencia la disminución de las fases que representan a las impurezas, al aplicar los procesos, indican también la presencia en todos los difractogramas de la sílice como fase separada, el incremento de la fase caolinítica en los productos que no son de desecho. Lo cual estaba en total acuerdo con el balance realizado, relacionando estos resultados con aquellos obtenidos en los análisis cualitativos por EDS se encuentra la presencia de calcita y azufre, correspondiendo a trazas de los compuestos de calcita ( $\text{CaCO}_3$ ) y la greinita ( $\text{Fe}_3\text{S}_4$ ).

## CONCLUSIONES GENERALES

---

Los análisis químicos realizados en el mineral de partida (compósito de diferentes minas) por espectrometría de plasma acoplado (ICP), son concordantes con los resultados obtenidos en el estudio cristalográfico, al encontrar caolinita, contenidos de sílice en forma de cuarzo, tridimita y cristobalita e impurezas tales como la greigita ( $\text{Fe}_3\text{S}_4$ ), la magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), y ulvospinel o óxido titanoférreo ( $\text{Fe}_2\text{TiO}_4$ ).

Los análisis químicos de  $\text{SiO}_2$  de las muestras de mina (58.57%) comparados con aquellos que fueron separados y cuyos tamaños son inferiores a 38 micrómetros (57.12%), ponen en evidencia la disminución del mineral de sílice, por lo que se asume que el proceso de cribado separa partículas de éste mineral.

Por medio del proceso de desarenado (cribado – dispersión – asentamiento), se logró obtener caolín cuyo tamaño de partícula promedio fue de 1 micrómetro.

El proceso de flotación inversa resultó ser benéfico para disminuir las impurezas de  $\text{TiO}_2$  contenidas en el mineral de caolín. Sin embargo, los resultados de coloración no fueron muy significativos.

Con los procesos A) Desarenado, B) Dispersión, C) Asentamiento y D) Flotación, se cumplieron dos metas importantes: 1) disminuir las impurezas de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de 1.47 % y de  $\text{TiO}_2$  de 0.9 % a concentraciones de 0.52 % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y 0.54 % de  $\text{TiO}_2$ , con una recuperación total de 28.99% en peso. 2) se logró exitosamente blanquear el caolín que inicialmente era de color beige con un índice de color de 87.54% a 91.65%.



**A P É N D I C E A**  
**FICHA DE INVENTARIO FISICO**

---

**FICHA DE INVENTARIO FÍSICO**

- 1) Número: 1
- 2) Nombre: Mina Carbonero de Jacales
- 3) Substancia/roca: Caolín
- 4) Municipio, Estado: Agua Blanca Iturbide, Hidalgo
- 5) Localidad: Carboneras
- 6) Latitud: 20° 22' 43.6" N      6) Longitud: 98° 25' 12.48" O
- 7) Elevación: 2504 m
- 8) Tenencia de la tierra: Ejidal
- 9) Infraestructura: ninguna
- 10) Distancia de caminos, Poblaciones, agua, líneas eléctricas, ferrocarriles, etc.: Muy cerca de la carretera pavimentada aprox. 1.5 km
- 11) Medio Ambiente Ecológico: Bastante vegetación
- 12) Dimensiones: 60.0 m. largo X 17.0 m. ancho X 15.0 alto.
- 13) Mineralogía: Caolín, sílice, caliza, óxidos férricos en muy baja cantidad
- 14) Muestreo (Número de muestras y tipo): Toma de una muestra in situ.  
Afloramiento(  ) Interior de mina(  ) Tajo (  ) Terreros (  ) Jales (  )  
Retaques (  ) Mineral (  )
- 15) Cantidad: 25 – 30 kilogramos
- 16) Observaciones: Se toma la muestra con una leve contaminación de óxidos de Fe
- 17) Visitó: Felipe Legorreta García; Pablo Fabian Mata Muñoz
- 18) Fecha: 4 septiembre 2009

---

## A P É N D I C E B

### CÁLCULOS DEL PORCENTAJE DE SÓLIDOS EN MASA

---

El desempeño exitoso de plantas de procesamiento de minerales depende por completo de la medición precisa y del control de muchas variables del proceso.

Estas variables se miden por muestreos frecuentes y análisis a la entrada y la salida de cada proceso. Las siguientes fórmulas y métodos de cálculo proporcionarán una base para la determinación de pulpas que se producen en proceso.

Las fórmulas y cálculos utilizados para el control de operaciones en los procesos son muy importantes para lograr el rendimiento óptimo. Aunque ya están disponibles muchos programas de computadora para realizar estos cálculos, es importante comprender las relaciones fundamentales que intervienen y cómo se determinan.

Nomenclatura:

%S = Porcentaje de sólidos en masa

$\rho_p$  = Densidad de pulpa

$\rho_M$  = Densidad del mineral

$M_{MS}$  = Masa del mineral seco

$V_M$  = Volumen del mineral

$M_a$  = Masa del agua

$V_a$  = Volumen del agua

$\rho_a$  = Densidad del agua =  $1 \text{ (g*mL}^{-1}\text{)} = \text{(Kg*L}^{-1}\text{)} = \text{(Ton*m}^{-3}\text{)}$

$M_p$  = Masa de la pulpa

$V_p$  = Volumen de la pulpa

Para calcular la masa de la pulpa se utilizó la fórmula siguiente.

$$M_p = M_{MS} + M_a \quad (\text{B.1})$$

Y se determinó el volumen de la pulpa por la fórmula siguiente.

$$V_p = V_M + V_a \quad (\text{B.2})$$

Ya obtenido el volumen se calcula la densidad de la pulpa con la siguiente fórmula.

$$\rho_p = \frac{M_p}{V_p} \quad (\text{B.3})$$

Se calcular el porcentaje de sólidos en masa con la siguiente fórmula.

$$\% S = \left[ \left( \frac{\rho_p - 1}{\rho_p} \right) \times \left( \frac{\rho_m}{\rho_m - 1} \right) \right] \times 100 \quad (\text{B.4})$$

Para determinación de la masa del mineral en seco se calcula con la siguiente fórmula.

$$M_{MS} = (\rho_p) \times (\%S) \quad (\text{B.5})$$

Relación pulpa-% sólidos –peso seco-volumen de agua para un litro de pulpa.

Densidad del mineral =  $2.57 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$

*Tabla III.1. Porcentaje de sólidos.*

Densidad de pulpa	Sólidos	Peso de mineral seco	Peso de agua
Kg por litro	%	Gramos	Gramos
1	0.0	0.0	1000.0
1.11	16.2	180.1	929.9
1.13	18.8	212.8	917.2
<b>1.14</b>	<b>20.1</b>	<b>229.2</b>	<b>910.8</b>
1.16	22.6	261.9	898.1
1.17	23.8	278.3	891.7
1.19	26.1	311.0	879.0
1.21	28.4	343.8	866.2
1.23	30.6	376.5	853.5
1.25	32.7	409.2	840.8
1.27	34.8	442.0	828.0
1.29	36.8	474.7	815.3
1.30	37.8	491.1	808.9
1.33	40.6	540.2	789.8
1.35	42.4	572.9	777.1
<b>1.38</b>	<b>45.1</b>	<b>622.00</b>	<b>758.0</b>
1.40	46.8	654.8	745.2
1.42	48.4	687.5	732.5
1.44	50.0	720.3	719.7
1.47	52.3	769.4	700.0
1.49	53.8	802.1	687.9
1.52	56.0	851.2	668.8
1.55	58.1	900.3	649.7
<b>1.58</b>	<b>60.1</b>	<b>949.4</b>	<b>630.6</b>
1.61	62.0	998.5	611.5
1.63	63.9	1047.6	592.4

## A P É N D I C E C

### MEDICIÓN DE INDICE DE COLOR

---

La reflectancia de una muestra se expresa entre 0 y 1 (como una fracción), o entre 0 y 100 (como un porcentaje). Los valores de reflectancia que se obtienen como respuesta son valores relativos y, en consecuencia, no dependen de la cantidad de luz utilizada para iluminar la muestra.

El instrumento se calibra con un azulejo blanco (estándar de referencia con número de serie XS2725) del que se conoce su reflectancia a cada longitud de onda. En este caso se utilizó un espectrofotómetro marca GretagMacbeth, modelo ColorEye® XTS; acoplado con el software para análisis de los datos de reflectancia Color IQC de la misma marca.

Una vez calibrado el equipo, se procede a colocar la muestra de mineral pulverizado en la celda de cuarzo, y a continuación se registran las coordenadas del color (XYZ, o  $L^*a^*b^*$  o bien, colores de Muncell).

Muncell., es una escala de colores de acuerdo a las tablas de Maucell.  $L^*$ ., es la luminosidad (es 0% para el negro y 100% para el blanco).  $a^*$  y  $b^*$ ., representan los colores de rojo-verde y amarillo-azul, respectivamente. se muestra un esquema de un fotocolorímetro.



## A P É N D I C E D

### EVALUACIÓN DEL BALANCE METALÚRGICO

---

➤ Balance de masas y recuperaciones en masa

Si las masas de alimentación, de los productos pesados y de los productos ligeros son respectivamente  $A$ ,  $P$  y  $L$ , entonces por la ley de la conservación de la materia:

$$A = P + L \quad (C.1)$$

De tal forma que para calcular la recuperación en peso de los productos pesados se emplea la ecuación:

$$\% \text{ Re } c.P = \frac{P}{A} * 100 \quad (C.2)$$

Y la recuperación en masa de los materiales en ligeros se obtiene mediante la ecuación:

$$\% \text{ Re } c.L = \frac{L}{A} * 100 \quad (C.3)$$

Por lo que:

$$\% \text{ Re } c.P + \% \text{ Re } c.L = 100 \% \quad (C.4)$$

➤ Balance de contenidos y distribuciones metalúrgicas

Si los análisis químicos en porcentaje de un compuesto en particular se representa por  $a$  en la alimentación,  $p$  en los productos pesados y  $l$  en los ligeros, entonces los contenidos para la alimentación y los productos se calculan multiplicando  $A*a$ ,  $P*p$  y  $L*l$ , de tal modo que el balance de contenidos, se representa por:

$$Aa = Pp + Ll \quad (C.5)$$

Así, el porcentaje de distribución de un compuesto en particular en los productos pesados se determina mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ dist } .Pp = \frac{Pp}{Aa} * 100 \quad (C.6)$$

Y la distribución de un compuesto en particular presente en los productos ligeros se determina mediante:

$$\% \text{ dist } .Ll = \frac{Ll}{Aa} * 100 \quad (C.7)$$

Así:

$$\% \text{ dist } .Pp + \% \text{ dist } Ll = 100 \% \quad (C.8)$$

## B I B L I O G R A F Í A

---

- [1] Servicio Geológico Mexicano, web. [www.sgm.gob.mx](http://www.sgm.gob.mx).
- [2] Nibambin Siaka Soro. Influence des ions fer sur les transformation thermiques kaolinite, 2003, pp 16
- [3] Rober L. Bates and Julian A.A Jackson Dictionary of Geological, 1983, pp 137.
- [4] Kulbicki G. & Millot G. L'évolution de la fraction argileuse des grès pétroliers cambro-ordoviciens du Sahara central. Bull. Serv. Carte Géol. Als-Lor, 1969, pp 13, 147-156.
- [5] FIFOMI, Inventario físico de los recursos minerales de Agua Blanca, Hidalgo, 2004, pp 2-4.
- [6] Servicio Geológico Mexicano, web. [www.sgm.gob.mx](http://www.sgm.gob.mx).
- [7] Coordinación General de Minería. Dirección General de Promoción Minera. Perfiles de Mercado del Caolín, Octubre, 2007, pp 7-12.
- [8] Biblioteca del consejo de recursos minerales, fideicomiso de fomento minero.
- [9] Maurice C. Fuerstenau, Graeme Jameson and Roe-Hoan Yoon. Front Flotation: A century of innovation, 2007, pp 425-499
- [10] Mathur, S., Kaolin flotation. Journal of Colloid And Interface Science 256, 2002, pp 153-158.
- [11] N. Maynard, N. Millman, J. Iannicelli, Clays and Clay Min., "A method for remove titanium oxide impurities from kaolin", Vol. 17, 1969, pp 59-62
- [12] Cundy, E. K., Processing of clay US Pat. 3, 1969, pp 450, 257.
- [13] Duke, J.B., Clay Brightness by flotation US Pat. 2, 894.628.
- [14] S.N. Groudev, "Biobeneficiation of mineral raw materials". Miner. Metall. Process. Vol. 16, 4, 1999, pp 19-28.
- [15] Greene, E.W., Duke J.B. Hunter, J.L., Froth flotation method. US Pat. 2,990.958. Iannicelli, J. Kaolin clay beneficiation. US Pat. 2,990.958, 1965.
- [16] Mathur, S., Kaolin flotation. Journal of Colloid And Interface Science 256, 2002, pp 153-158.



- [17] Greene, E.W., Duke J.B. Hunter, J.L. Froth flotation method. US Pat. 2,990.958.
- [18] Raghavan, P., Chandrasekhar, Sathy, Demodaran, A.D., Value addition of paper coating grade kaolins by the removal of ultrafine colouring impurities. *Internacional Jornal of Mineral Processing* 50, 1997, pp 307-316.
- [19] Bomi. M. Bilimoria, Tennille; Anthony A. May, Sandersville, both of Ga. beneficiation of clays by froth flotation, 1982, columnas 1,2,3,4,5,6.
- [20] Raghavan, S. Chandrasekhar, V. Vogt, E. Gock, N. Suresh, additional investigations on the separation of titaniferrous impurities from kaolin by high shear pretreatment and froth flotation, 2007, pp 40
- [21] Yoon, R.H., and Hilderbrand, T.M., Purification of kaolin clay by front flotation using hydroxamate collectors. US Pat. 4,629,556, 1986.
- [22] Nagaraj, D. R., et al., "Non-Sulfide Mineral Flotation: An Overview", *Proceedings of Symp. Honoring M. C. Fuerstenau, Society of Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc.*, Littleton, CO, 1999, pp 245-254.
- [23] Biblioteca del consejo de recursos minerales, fideicomiso de fomento minero.

