

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**APLICACIÓN DE TÉCNICAS ESTADÍSTICAS A LA
FLOTACIÓN EN COLUMNA PARA OPTIMIZAR LA
RECUPERACIÓN DE GRAFITO PROVENIENTE DEL CERRO
OSUMITA, ESTADO COJEDES**

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. López G., Wilmer D. para
Optar al título de Ingeniero de Minas

Caracas, 2009

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**APLICACIÓN DE TÉCNICAS ESTADÍSTICAS A LA
FLOTACIÓN EN COLUMNA PARA OPTIMIZAR LA
RECUPERACIÓN DE GRAFITO PROVENIENTE DEL CERRO
OSUMITA, ESTADO COJEDES**

TUTOR ACADÉMICO: Profa. Katherine Silva

Presentado ante la ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. López G., Wilmer D. para
Optar al título de Ingeniero de Minas

Caracas, 2009

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de escuela de Geología, Minas y Geofísica, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el bachiller López G., Wilmer D., titulado:

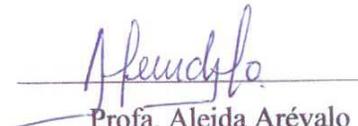
“Aplicación de técnicas estadísticas a la flotación en columna para optimizar la recuperación de grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes”

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudio conducente al título de Ingeniero de Minas, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran APROBADO.



Prof. Mónica Martiz

Jurado



Prof. Aleida Arévalo

Jurado



Prof. Katherine Silva

Tutor académico

DEDICATORIA

Este Trabajo Especial de Grado lo dedico ante todo:

A Dios, por darme salud y sabiduría para alcanzar una de las metas más importantes que he trazado en mi vida.

A mi madre, Carmelina González, por su incansable lucha para verme triunfar, por su cariño, sus valiosos consejos, su comprensión y apoyo incondicional infinito. ¡Madre, este trabajo es tuyo, es tu obra!

A mis hermanos, por sus consejos, ayuda y aliento para seguir adelante, siendo constante en mis estudios.

A mi esposa, Mercedes Párraga, por ser tan comprensiva y apoyarme siempre sin esperar nada a cambio. Amor, te agradezco infinitamente por estar siempre a mi lado aplacando los malos momentos que se me presentaron durante la carrera y porque te has ganado el cariño, la admiración y el respeto de todo el que te conoce.

A mi hijo, Alejandro López, porque su existencia ha sido y será siempre el motivo más grande que me ha impulsado para lograr esta meta importante.

A mis suegros, Martín Párraga y Eglá Figueroa, por su confianza, ayuda y humildad.

A los profesores, Yolanda Serres, Cipriano Cruz y Maria Itriago, por ayudarme grandemente en el inicio de mi carrera universitaria.

A la empresa Carbones del Guasare S.A. (CDG) por el valioso apoyo económico que me brindó durante todo el trayecto de mi carrera universitaria.

AGRADECIMIENTOS

Las líneas de este texto representan un testimonio de gratitud ilimitada:

A la Universidad Central de Venezuela (UCV) por haberme formado profesionalmente y ayudarme a lograrlo.

A mi tutora académica, profesora Katherine Silva, por su apoyo incondicional y toda la confianza que depositó en mí para la realización de este trabajo de investigación.

Al Laboratorio de Preparación y Concentración de Minerales del Departamento de Minas, al Laboratorio del Centro de Investigación de Metalurgia Extractiva (CIDEMEX) y al Laboratorio de Instrumental de la Escuela de Metalurgia y Ciencia de los Materiales, cuyas instalaciones me permitieron realizar todas las actividades necesarias para culminar satisfactoriamente el Trabajo Especial de Grado.

Al profesor Carlos Di Yorio por su constante preocupación y sus valiosos consejos para llevar a cabo el presente trabajo.

A mi compañera de tesis y amiga, Carmen López, por su importante colaboración en el desarrollo del Trabajo Especial de Grado.

Al profesor Marcial Pérez y a los técnicos Armando Martínez, Rómulo Millano, Romualdo Coello y Francisco Durán por el tiempo dedicado, las críticas constructivas y toda la colaboración prestada.

A todas las personas que no se hayan nombrado en este texto pero que de una u otra forma contribuyeron y mostraron su interés en la culminación satisfactoria de este trabajo de investigación, les agradezco profundamente.

López G., Wilmer D.

APLICACIÓN DE TÉCNICAS ESTADÍSTICAS A LA FLOTACIÓN EN COLUMNA PARA OPTIMIZAR LA RECUPERACIÓN DE GRAFITO PROVENIENTE DEL CERRO OSUMITA, ESTADO COJEDES

**Tutor académico: Profa. Katherine Silva. Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de
Ingeniería. Escuela de Geología, Minas y Geofísica. 2009,152.**

Palabras claves: Flotación de grafito, Columna de flotación, Diseño experimental.

Resumen. El siguiente trabajo de investigación trata sobre la aplicación de técnicas estadísticas a la flotación en columna del grafito proveniente del cerro Osumita, ubicado en el municipio El Pao de San Juan Bautista, estado Cojedes. El objetivo fundamental de este trabajo es optimizar la recuperación del grafito, analizando los datos experimentales obtenidos en el laboratorio mediante un programa estadístico.

En el Laboratorio de Preparación y Concentración de Minerales del Departamento de Minas se recibieron tres toneladas de muestra de roca grafitosa. Esta muestra contenía 5,87% de grafito puro y estaba húmeda. Inicialmente, la muestra se secó, se cuarteó y se caracterizó mediante descripción macroscópica y análisis granulométrico. Luego, fue triturada y molida, obteniéndose un 99,83% de mineral pasante de la malla 40. Después, se caracterizó nuevamente mediante análisis de carbono y análisis granulométrico. Posteriormente, se realizó un diseño experimental, utilizando el diseño central compuesto rotatable (DCCR) para lo cual se consideraron tres factores de proceso: dosis de colector (keroseno), dosis de espumante (flotanol D25) y granulometría del mineral (% de partículas pasantes de la malla 100). A continuación, se ejecutaron veinte ensayos de flotación directa del grafito, usando una columna de flotación para pruebas de laboratorio. Seguidamente, se determinó el contenido de carbono (%C) presente en el concentrado y las colas, y se calculó la recuperación para cada una de las flotaciones. Luego, se analizaron los valores de recuperación, se elaboró un modelo matemático y se construyeron tres superficies de respuesta para describir el comportamiento de la recuperación del grafito en función de los tres factores considerados. Finalmente, utilizando el programa estadístico, el modelo matemático generado fue optimizado, obteniéndose un 27,40% de recuperación bajo las condiciones: dosis de keroseno = 177,7 gr/ton de mineral, dosis de flotanol D25 = 167,0 gr/ton de mineral y granulometría = 86,8% de partículas pasantes de la malla 100.

ÍNDICE GENERAL

Contenido	Página
INTRODUCCIÓN.....	1
CAPÍTULO I. GENERALIDADES.....	4
1.1 Planteamiento del problema.....	4
1.2 Objetivos.....	4
1.2.1 Objetivo general.....	4
1.2.2 Objetivos específicos.....	4
1.3 Alcance.....	5
1.4 Justificación.....	5
1.5 Limitaciones.....	6
1.6 Ubicación y acceso.....	7
1.7 Hidrología.....	8
1.8 Fisiografía.....	8
1.9 Clima.....	9
1.9.1 Precipitación.....	9
1.9.2 Temperatura.....	9
1.9.3 Evaporación.....	9
1.10 Vegetación.....	9
1.11 Geología regional.....	10
1.12 Geología local.....	12
1.13 Geología estructural.....	14
1.14 Reservas minerales.....	15
1.15 Antecedentes de la investigación.....	16
CAPÍTULO II. MARCO DE REFERENCIA.....	23
2.1 Flotación.....	23
2.1.1 Generalidades.....	23
2.1.2 Tipos de flotación.....	25

2.1.3 Fases e interfases presentes en el proceso de flotación.....	27
2.1.4 Doble capa eléctrica.....	31
2.1.5 Reactivos químicos de flotación.....	33
2.1.6 Equipos o máquinas de flotación.....	38
2.1.7 Columna de flotación.....	38
2.1.8 Zonas de la columna de flotación en marcha.....	42
2.2 Diseño experimental.....	45
2.2.1 Generalidades.....	45
2.2.2 Etapas del diseño experimental.....	48
2.2.3 Principios del diseño experimental.....	49
2.2.4 Clasificación y selección de los diseños experimentales.....	50
2.2.5 Diseños factoriales y sus ventajas.....	52
2.2.6 Diseño factorial completo 2^k	52
2.2.7 Gráfico de Daniel para efectos.....	53
2.2.8 Diagrama de Pareto para efectos.....	53
2.2.9 Anova.....	53
2.2.10 Estudio de adecuación del modelo y verificación de supuestos.....	54
2.2.11 Metodología de superficie de respuesta (MSR).....	55
2.2.12 Modelos de regresión lineal.....	56
2.2.13 Modelo jerárquico.....	59
2.2.14 Método del ascenso más pronunciado.....	59
2.2.15 Diseños de superficie de respuesta.....	60
2.2.16 Diseño central compuesto (DCC).....	61
2.3 Estudios estadísticos de flotación de grafito.....	63
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN.....	72
3.1 Tipo de investigación.....	72
3.2 Diseño de investigación.....	72
3.3 Población y muestra.....	72
3.4 Muestreo.....	73

CAPÍTULO IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	74
4.1 Preparación de la muestra.....	74
4.1.1 Secado de la muestra.....	74
4.1.2 Cuarteo de la muestra.....	76
4.2 Caracterización de la muestra antes de su preparación mecánica.....	77
4.2.1 Descripción macroscópica.....	77
4.2.2 Análisis granulométrico.....	77
4.3 Trituración primaria.....	78
4.4 Trituración secundaria.....	79
4.5 Molienda.....	80
4.6 Caracterización de la muestra después de su preparación mecánica.....	80
4.6.1 Análisis granulométrico.....	80
4.6.2 Análisis de carbono.....	81
4.7 Otros estudios de caracterización.....	81
4.6.3 Análisis petrográfico.....	81
4.6.4 Análisis de liberación.....	82
4.6.5 Análisis químico.....	82
4.6.6 Difracción de rayos X.....	82
4.6.7 Estudio de moliendabilidad.....	82
4.8 Diseño experimental.....	83
4.9 Construcción de la columna y flotación del grafito.....	86
4.10 Etapas sucesivas flotación del grafito.....	88
4.11 Materiales utilizados.....	88
4.12 Flujograma.....	89
CAPÍTULO V. RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	91
5.1 Análisis granulométrico.....	91
5.2 Análisis de carbono y recuperaciones obtenidas.....	98
5.3 Análisis estadístico.....	101
5.4 Etapas sucesivas flotación del grafito.....	120
CONCLUSIONES.....	122

RECOMENDACIONES.....	124
BIBLIOGRAFÍAS.....	125
GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	131

ÍNDICE DE TABLAS

Contenido	Página
Tabla 1. Diferencia entre las características principales de las máquinas de flotación.....	38
Tabla 2. Niveles codificados y reales de los parámetros de proceso.....	64
Tabla 3. Condiciones óptimas de operación para las dos variables de respuesta.....	65
Tabla 4. Niveles codificados y reales de los parámetros de proceso.....	68
Tabla 5. Corridas experimentales con sus correspondientes valores observados.....	69
Tabla 6. Niveles y rangos de valores reales para las variables de proceso.....	84
Tabla 7. Niveles y rangos de valores codificados para las variables de proceso.....	84
Tabla 8. Matriz de diseño.....	86
Tabla 9. Dimensiones promedio de los fragmentos de roca blanda grafitosa, contenidos en la muestra cabeza.....	91
Tabla 10. Análisis granulométrico de la muestra cabeza.....	92
Tabla 11. Análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de mandíbulas con boca de admisión de 8cmx12cm.....	94
Tabla 12. Análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de rodillos, con una separación de 1 mm entre rodillos.....	95
Tabla 13. Análisis granulométrico del género descargado del molino de barras con 10 min de molienda y 10 min de tamizaje.....	97
Tabla 14. Resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas.....	99
Tabla 15. Pérdidas y recuperaciones de grafito calculadas para las flotaciones.....	100
Tabla 16. Valores observados de la recuperación de grafito.....	101
Tabla 17. Efectos estimados para la recuperación del grafito.....	102
Tabla 18. Análisis de varianza para la recuperación del grafito.....	105
Tabla 19. Efectos estimados para la recuperación del grafito, con AC y CC suprimidos.....	106

Tabla 20. Análisis de varianza para la recuperación del grafito, con AC y CC suprimidos.....	108
Tabla 21. Coeficientes de regresión para el modelo generado.....	109
Tabla 22. Estimación de resultados para la recuperación del grafito.....	110
Tabla 23. Optimización de la recuperación del grafito.....	111
Tabla 24. Resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas, productos de las etapas sucesias de flotaciones en la columna.....	121
Tabla 25. Pérdidas y recuperaciones de grafito obtenidas en las etapas sucesivas de flotaciones en columna.....	121

ÍNDICE DE FIGURAS

Contenido	Página
Figura 1. Ubicación y acceso del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.....	7
Figura 2. Geología regional del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.....	10
Figura 3. Geología local del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.....	12
Figura 4. Geología estructural del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.....	15
Figura 5. Contacto trifásico entre mineral (sólido), agua (líquido) y aire (gas).....	30
Figura 6. Modelos de la doble capa eléctrica.....	32
Figura 7. A: Colector disuelto en la pulpa, B: Adsorción de colector en la superficie mineral y C: Unión de la partícula mineral a una burbuja de aire.....	33
Figura 8. A: Espumante disuelto en la pulpa, B: Adsorción de espumante en la interfase gas-líquido y C: Ascenso de una burbuja de aire hasta la espuma sin romperse.....	35
Figura 9. Zonas o secciones de la columna de flotación.....	44
Figura 10. Ejemplo de factores de proceso y variables de respuesta para un sistema cualquiera.....	46
Figura 11. Ejemplo de regiones experimental y de operabilidad para tres factores de proceso.....	47
Figura 12. Ejemplo del tratamiento y el punto óptimo para dos factores de proceso..	48
Figura 13. Clasificación general de los diseños experimentales.....	51
Figura 14. Característica secuencial de la MSR para dos factores de proceso.....	56
Figura 15. Superficies de respuesta: a) descrita por un modelo de primer orden. b), c) y d) descritas por modelos de segundo orden.....	58
Figura 16. Representación de los tipos de puntos en los DCC para 2 y 3 factores....	62

Figura 17. Superficies de respuesta considerando dos factores a la vez para el grado de concentración de grafito.....	66
Figura 18. Superficies de respuesta considerando dos factores a la vez para la recuperación de grafito.....	67
Figura 19. Superficies de respuesta correspondientes al grado de concentración y a la recuperación de cromita.....	71
Figura 20. Muestra de suelo grafitoso húmedo proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.....	74
Figura 21. Secado de la muestra de suelo grafitoso sobre una plancha metálica.....	75
Figura 22. Muestra de suelo grafitoso secada.....	75
Figura 23. Muestreo manual, cono y cuarteo, del material mineralizado.....	76
Figura 24. Muestra de suelo grafitoso (roca blanda) proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.....	74
Figura 25. Tamizaje de una muestra representativa del suelo grafitoso proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.....	78
Figura 26. Trituradoras de mandíbulas utilizadas en el laboratorio.....	79
Figura 27. Trituradora de rodillos utilizada en el laboratorio.....	79
Figura 28. Molino de barras y bancada Galigher utilizados en el laboratorio.....	80
Figura 29. Ejemplo de un equipo Analizador de Carbono Leco CS-200.....	81
Figura 30. Difractograma del grafito del cerro Osumita.....	83
Figura 31. Columna de flotación para pruebas de laboratorio, construida para realizar este estudio.....	87
Figura 32. Flujograma de preparación y concentración de minerales para el grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.....	90
Figura 33. Curva granulométrica correspondiente a la muestra cabeza.....	93
Figura 34. Curva granulométrica del género descargado de la trituradora de mandíbulas con boca de admisión de 8cmx12cm.....	94
Figura 35. Curva granulométrica del género proveniente de la trituradora de rodillos, con una separación de 1 mm entre rodillos.....	96

Figura 36. Curva granulométrica del género proveniente del molino de barras, con 103 min de molienda y 10 min de tamizaje.....	97
Figura 37. Gráfico de probabilidad normal de Daniel para los efectos, principales, de interacción y cuadráticos, estimados.....	103
Figura 38. Diagrama de Pareto para los efectos, principales, de interacción y cuadráticos, estimados.....	104
Figura 39. Gráfico de Daniel para los efectos estimados, con AC y CC suprimido.....	107
Figura 40. Diagrama de Pareto para los efectos estimados, con AC y CC suprimidos.....	107
Figura 41. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.....	111
Figura 42. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.....	112
Figura 43. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.....	112
Figura 44. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.....	113
Figura 45. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.....	113
Figura 46. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.....	114
Figura 47. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.....	114
Figura 48. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.....	115
Figura 49. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.....	115
Figura 50. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.....	116
Figura 51. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.....	116

Figura 52. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.....	117
Figura 53. Gráfica de probabilidad normal de los residuales.....	118
Figura 54. Gráfica de los residuales contra los valores predichos de la recuperación de grafito.....	119
Figura 55. Gráfica de los residuales contra el orden de las corridas experimentales efectuads.....	119

INTRODUCCIÓN

Venezuela es un país importador y consumidor de grafito de diferentes características y según el British Geological Survey (2000), se encuentra entre los primeros 20 países del mundo importadores de grafito. Esto se debe a que nuestro país no es rico en yacimientos comerciales de grafito. Sin embargo, algunos estudios geológicos han revelado dos áreas en el territorio venezolano (cerro Montecano, estado Falcón y cerro Osumita, estado Cojedes) que poseen depósitos de grafito potencialmente explotables con beneficio económico. Ambos depósitos están conformados por gruesas secuencias de gneis cuarzo-feldespático-micáceo-grafitoso que contienen entre 5 y 18% de grafito diseminado (CORPOCENTRO, 2003). La forma en que aparece el grafito (en hojuelas o escamas), aunado a su baja ley, hace que los depósitos no sean lo suficientemente atractivos como para invertir recursos para su explotación minera.

Por otra parte, actualmente y a nivel mundial, la flotación es el método de concentración de minerales más importante en la industria minera, ya que ofrece más ventajas económicas y técnicas en comparación con otros métodos. Particularmente, la flotación en columna es la técnica que ha venido revolucionando el campo del beneficio mineral, haciendo posible la explotación de yacimientos (metálicos y no metálicos) cada vez más pobres y complejos. Siendo estas últimas las características que presentan los depósitos de grafito de los cerros Osumita y Montecano, resulta lógico pensar que el método de flotación en columna nos brinda la oportunidad de aprovechar dichos depósitos minerales.

Desafortunadamente, el depósito de grafito del cerro Montecano se ubica dentro de un área boscosa xerófila, decretada por el Ministerio del Ambiente y de los Recursos Naturales Renovables como área de reserva biótica, donde está totalmente prohibida cualquier operación minera (CORPOCENTRO, 2003). Por lo tanto, en la

actualidad, la única expectativa venezolana de producir grafito comercial para el consumo interno del país y para la exportación descansa en el depósito mineral del cerro Osumita.

Tomando en cuenta la posibilidad de aprovechar el depósito de grafito del cerro Osumita (Sánchez, 1999, Di Yorio y otros, 1998) y sabiendo que el método de flotación en columna resulta atractivo para su beneficio mineral, es importante saber que hoy en día, las técnicas estadísticas son herramientas muy útiles para optimizar diversos tipos de sistemas o procesos, incluyendo principalmente la flotación de minerales (Aslan y otros, 2008, Huang y Otros, 2008, Ghodke y otros, 2009). En base en estos datos, se planteó el presente trabajo de investigación con el objetivo optimizar la recuperación del grafito, aplicando técnicas estadísticas a la flotación en columna. Dicho trabajo está integrado por cinco capítulos cuyos contenidos se mencionan (brevemente) a continuación:

El primer capítulo se refiere a las generalidades que abarca el planteamiento del problema, los objetivos y el alcance del trabajo, la importancia o justificación del estudio y las limitaciones que se presentaron durante su desarrollo. También abarca la ubicación y acceso a la zona de estudio, su hidrología y clima, su geología regional, local y estructural, además de los antecedentes de la investigación. El segundo capítulo se refiere al marco de referencia que comprende los fundamentos teóricos que sustentan el trabajo de investigación, en cuanto a los aspectos teóricos y conceptuales. El tercer capítulo se refiere al marco metodológico en el cual se describe el tipo y el diseño de investigación, la población, la muestra y el muestreo. El cuarto capítulo se refiere al desarrollo experimental el cual involucra todas las operaciones y actividades que se llevaron a cabo en el laboratorio para la preparación y concentración del grafito traído del cerro Osumita. Este capítulo también trata lo concerniente a las variables de proceso y de respuesta que se consideraron en las corridas experimentales. El quinto capítulo se refiere a los resultados obtenidos en el estudio con sus correspondientes análisis. Seguidamente se dan las conclusiones a las

que se llegaron después del estudio, y finalmente, se da una serie de recomendaciones para estudiar mejor la flotación del grafito en un futuro.

CAPÍTULO I

GENERALIDADES

1.1 Planteamiento del problema

Nuestro país no cuenta con una producción nacional de grafito de ningún tipo y para hacer frente al consumo interno tiene que abastecerse de las importaciones del mineral. Aunque existe la posibilidad de explotar el depósito de grafito ubicado en el cerro Osumita (CORPOCENTRO, 2003, Di Yorio y otros, 1998) el país tampoco cuenta con la tecnología necesaria para su beneficio mineral a nivel industrial. Por este motivo, se llevó a cabo este trabajo de investigación en el cual se aplicaron técnicas estadísticas a la flotación en columna. Esto es con el fin de optimizar la recuperación del grafito a escala de laboratorio, con miras a extrapolar los resultados obtenidos a nivel de planta piloto y posteriormente a escala industrial.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo general

Aplicar técnicas estadísticas a la flotación en columna para optimizar la recuperación de grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.

1.2.2 Objetivos específicos

- Conocer los fenómenos físico-químicos que ocurren en una columna de flotación en marcha.
- Conocer las diferentes técnicas estadísticas.
- Construir y poner en funcionamiento la columna de flotación para pruebas de laboratorio.
- Caracterizar la muestra representativa de roca grafitosa.
- Preparar mecánicamente la muestra.

- Elaborar un diseño experimental para la flotación del grafito, usando un programa estadístico.
- Realizar la flotación del grafito en la columna.
- Generar un modelo matemático que describa el comportamiento de la recuperación del grafito en función de los factores que la afectan.
- Optimizar el modelo matemático para conocer las condiciones de operación bajo las cuales se obtiene la mejor recuperación del grafito.

1.3 Alcance

De forma general, esta investigación involucra un trabajo experimental a escala de laboratorio que se llevó a cabo con miras a generar datos y resultados reproducibles, que puedan ser extendidos a nivel de planta piloto y posteriormente a escala industrial, siendo este el alcance más amplio del estudio. De manera específica, en el caso esperado de que los resultados de este estudio puedan ser extrapolados a escala industrial, se puede cubrir gran parte de la demanda nacional de grafito, disminuyendo así las importaciones del mismo.

1.4 Justificación

Algunas justificaciones que impulsaron la realización del presente trabajo se mencionan a continuación:

- El depósito mineral de grafito del cerro Osumita presenta una excelente ubicación geográfica, localizándose sólo a 18 Km al este de la carretera pavimentada de primer orden que comunica las ciudades de Valencia y San Carlos (CORPOCENTRO, 2003). Además, la zona grafitica se localiza cerca de los grandes centros industriales del norte, consumidores de la materia prima.
- Venezuela es un importante consumidor de grafito puro (pulverizado y en hojuelas) y de electrodos de grafito. Las principales industrias venezolanas

que demandan grandes volúmenes de grafito en polvo están constituidas por las industrias de la cerámica, electrodos, refractarios, lápices, frenos y siderúrgicos. Mientras que el principal sector consumidor de grafito en forma de electrodos está conformado por las grandes industrias productoras de alúmina, aluminio metálico primario y ferroaleaciones complejas del área de Puerto Ordaz.

- La aplicación exitosa del método de flotación en columna, a nivel de planta piloto e industrial, aumentará la gama de tecnologías disponibles para el beneficio mineral en nuestro país.
- Es posible que se dé inicio a la explotación del grafito ubicado en el cerro Osumita y la instalación de una planta de tratamiento para su beneficio mineral. En este caso, este proyecto contribuirá al desarrollo económico de la región y la mejora de calidad de vida de sus habitantes, generando empleos directos e indirectos, ampliando y mejorando los servicios públicos, la educación, la salud, entre otros beneficios.

1.5 Limitaciones

Las limitaciones más importantes que se presentaron durante la ejecución del trabajo experimental fueron las siguientes:

- El muestreo en campo se llevó a cabo en el mes de octubre, época lluviosa en la zona de estudio. Por consiguiente, el terreno estaba muy húmedo, dificultando en gran medida el acceso de personal y equipos de trabajo al área donde se tomaron las muestras representativas.
- Las muestras fueron tomadas entre 1 y 3 m de profundidad debido a que el equipo utilizado (retroexcavadora) no permitía realizar un muestreo mucho más profundo. Además, no se contaba con ninguna máquina de perforación.

- La muestra recibida en el laboratorio estaba constituida por una mezcla de suelo grafitoso y roca muy blanda. En consecuencia, resultó imposible preparar secciones finas de roca para realizar un análisis petrográfico.
- La recuperación del grafito puede ser afectada por diversos factores de proceso, sin embargo, la columna de flotación no permitió variar algunos factores importantes como el flujo de alimentación de aire.

1.6 Ubicación y acceso

El depósito mineral de grafito del cerro Osumita se ubica en el municipio El Pao de San Juan Bautista, al norte del estado Cojedes y al este de El Tinaco, tal como se observa en la figura 1. El mismo ocupa un área superficial de 6 Km², aproximadamente, y está comprendido entre las coordenadas geográficas U.T.M.:

Latitud N 1.081.000 - 1.083.000

Longitud E 583.000 - 586.000



Figura 1. Ubicación y acceso del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.

Fuente: Tomado de CORPOCENTRO (2003).

El depósito mineral de grafito del cerro Osumita se encuentra a 2 Km del caserío El Chupón y a 24 Km al este de El Tinaco. Para llegar al depósito mineral, desde la ciudad de Tinaquillo, se toma la carretera nacional que une a ésta con la ciudad de El Tinaco, luego se toma el desvío que conduce al caserío de La Aguadita, unos 100 m antes del puente Tamanaco. El recorrido desde La Aguadita hasta el cerro Osumita puede hacerse, aproximadamente, en una hora y para ello deben utilizarse vehículos rústicos de doble tracción.

1.7 Hidrología

La zona donde se ubica el depósito mineral de grafito pertenece a la cuenca hidrográfica del río Tinapú, afluente del río El Tinaco. A los alrededores existen diversas quebradas de régimen permanente e intermitente, entre las cuales destacan, la quebrada Casupo, que atraviesa el depósito en dirección NE-SE y quebrada Grande en dirección norte-sur. Las aguas superficiales, en el área donde se ubica el depósito mineral, son interceptadas por quebradas y varios cauces de riachuelos que las conducen hasta verterlas en el río Pao (al este) y el río Tinaco (al oeste). Dichas quebradas y cauces naturales se mantienen completamente secos durante la temporada que va desde el mes de diciembre hasta el mes de abril.

1.8 Fisiografía

El cerro Osumita, donde se halla el depósito de grafito, forma parte de la serranía montañosa de La Aguadita, la cual atraviesa gran parte de Cojedes septentrional y posee un rumbo generalizado este-oeste. Estas zonas relativamente altas constituyen una faja sumamente tectonizada y que se caracteriza por varios bloques tectónicos ubicados entre la falla de El Tinaco, al sur, y la falla de Tinapú, al norte. El cerro Osumita forma parte de una cuesta montañosa que ha sido erosionada, dejando al cerro como una elevación alargada norte-sur. El tope del cerro es semiplano, pudiendo ser una terraza erosional antigua que fue levantada tectónicamente, y está contorneado por la curva de nivel de 500 m.s.n.m. La pendiente del terreno, en general, varía entre 10 y 30%.

1.9 Clima

Los datos básicos considerados como parámetros climatológicos son:

1.9.1 Precipitación

En la región donde se localiza el depósito mineral de grafito del cerro Osumita se dan dos períodos climatológicos bien definidos al año: un período húmedo y un período seco. El primero se da entre los meses de Mayo a Noviembre y se caracteriza por presentar lluvias intensas y de larga duración. El segundo tiene lugar entre los meses de Diciembre a Abril y se caracteriza por presentar un clima seco y cálido, con escasas lluvias de poca intensidad. Anualmente se produce una precipitación promedio de 1.400 a 2.000 mm.

1.9.2 Temperatura

En términos generales, la temperatura promedio anual, en el área donde se localiza el depósito mineral de grafito, oscila entre 26°C y 33°C. La temperatura máxima se alcanza entre los meses de Diciembre a Abril y la mínima entre los meses de Mayo a Noviembre.

1.9.3 Evaporación

Este fenómeno ocurre de forma similar a la temperatura, es decir, el valor máximo de evaporación se da entre los meses de Diciembre a Abril y el mínimo entre los meses de Mayo a Noviembre. Anualmente se produce una evaporación promedio de 1.540 mm.

1.10 Vegetación

La vegetación primaria presente en la zona mineralizada corresponde al bosque seco tropical, con herbazales y matorrales. Las unidades vegetales más comunes en el área están representadas por bosques de cobertura y porte medio. Además, gran parte del área está cubierta por árboles como: gateado, tacamahaco,

merecure, samán, jobo, entre otros. Muchos ríos y arroyos también se hallan ocultos bajo la vegetación.

1.11 Geología regional

El Complejo de El Tinaco constituye la geología tipo de la región donde se encuentra ubicado el depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes, tal como se muestra en la figura 2.

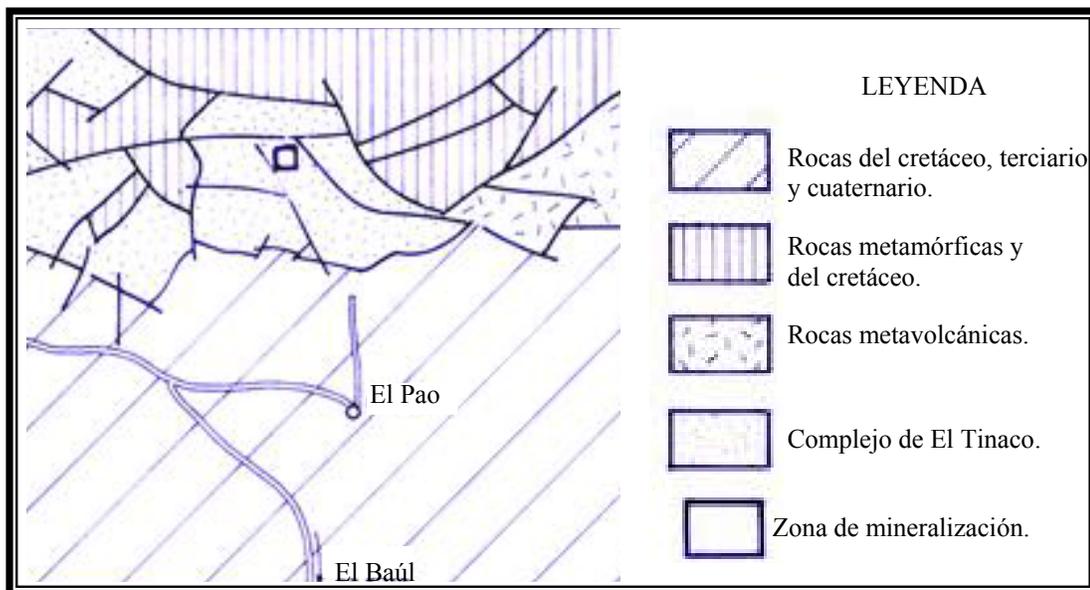


Figura 2. Geología regional del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes. Fuente: Tomado de CORPOCENTRO (2003).

Consideraciones históricas: Renz y Short (1960) introdujeron el nombre de "Complejo de El Tinaco" para designar una gran variedad de rocas sedimentarias metamorfizadas y muy plegadas, expuestas entre Tinaquillo, San Carlos y El Pao, estado Cojedes. Mackenzie (1966) describió el complejo en mayor detalle con el nombre de "gneises hornabléndicos y rocas asociadas". Oxburgh (1965) describió el extremo suroriental del complejo y postuló su derivación de areniscas arcósicas impuras. Menéndez (1965) interpretó el complejo como derivado en gran parte de una

secuencia lutítica-grauváquica y reconoció dos unidades metasedimentarias (Gneis de La Aguadita y Esquisto de Tinapú), intrusionadas por varios tipos de rocas ígneas. Seiders (1965), correlacionó las rocas del basamento, en Miranda Central, con el Gneis de La Aguadita que identificó con las dioritas hornabléndicas y los granitos sódicos descritos por Smith (1952), confirmando la interpretación de Mackenzie (1966).

Localidad tipo: No se ha definido localidad tipo para el complejo.

Extensión geográfica: Existen buenos afloramientos al NE de El Tinaco, estado Cojedes. La macrounidad se reconoce desde Caucagua, estado Miranda, hasta El Tinaco, estado Cojedes.

Descripción litológica: Menéndez (1965) reconoció dos unidades metasedimentarias en el Complejo de El Tinaco: una inferior, denominada "Gneis de La Aguadita" y una superior, llamada "Esquisto de Tinapú". La primera consiste de gneises hornabléndicos, gneises biotíticos, gneises cuarzo-plagioclásicos y en menor escala, anfibolitas y mármoles. Mientras que la segunda consiste en esquistos muscovíticos, esquistos cloríticos y esquistos conglomeráticos. El Gneis de La Aguadita está intrusionado por cuatro plutones de trondhjemita envueltos por una ancha zona de inyección migmatítica. Al norte de la falla de Tinapú, pequeños cuerpos de hornablendita y de diorita hornabléndica intrusionan ambas unidades del complejo.

Contactos: Se desconoce la base del complejo; su tope está cubierto discordantemente hacia el norte por la formación Las Placitas; hacia el sur está sobrecorrido por unidades no metamorfizadas de edad Albiense a Coniaciense (formaciones Cojedes, Pilancones y Querecual).

Edad: Pre-Albiense; posiblemente pre-Mesozoico.

Correlación: Estas rocas de basamento son posibles equivalentes de los gneises de Peña de Mora y Sabastopol (Menéndez, 1966) y de rocas similares expuestas al este de Santa Lucía, en la quebrada Charallave, al norte de Táchata, al oeste del Lago de Taguaigui y en Cascabel al oeste del Lago de Valencia.

1.12 Geología local

La geología local de la zona donde se halla el depósito mineral está representada por el Gneis de La Aguadita (figura 3), el cual incluye la faja mineralizada con grafito cristalizado en hojuelas diseminadas.

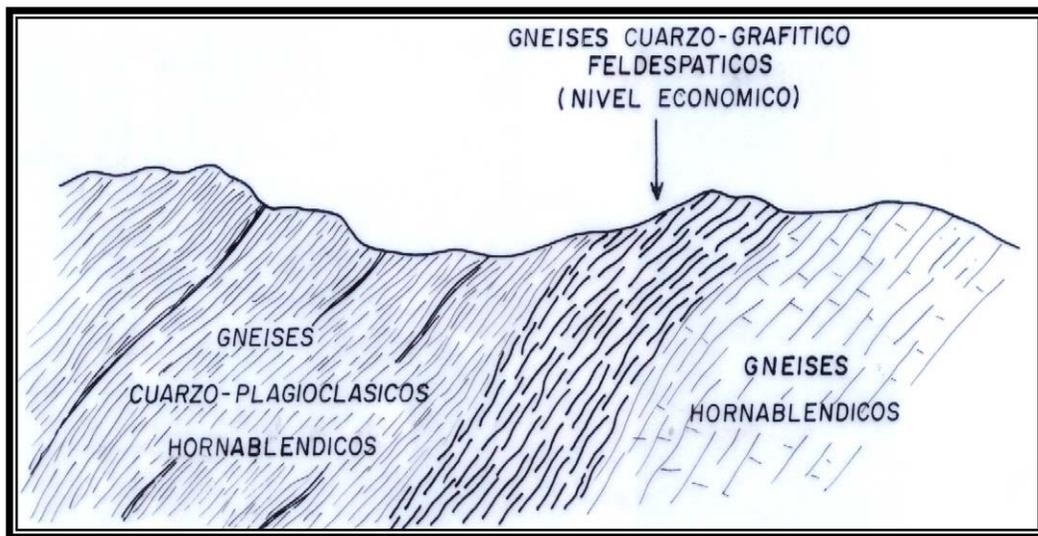


Figura 3. Geología local del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes. Fuente: Tomado de CORPOCENTRO (2003).

Consideraciones históricas: Menéndez (1965) empleó el nombre de "Gneis de La Aguadita" para designar una intercalación de gneises hornabléndicos, gneises biotíticos, anfibolitas y rocas cuarzo-plagioclásicas, que constituyen la parte más antigua del "Complejo de El Tinaco". Seiders (1965) correlacionó con esta unidad algunas rocas semejantes expuestas en Miranda central, 200 Km al este de El Tinaco, y afirmó que la diorita hornabléndica y el granito sódico, descritos por Smith

(1953), son también posibles equivalentes, con lo cual confirmó deducciones previas de Mackenzie en su Tesis Doctoral (1953), publicada posteriormente (1966).

Localidad tipo: Quebrada Aragüita, estado Cojedes.

Extensión geográfica: Los afloramientos de la unidad son esporádicos, desde la región de El Tinaco, hacia el este, hasta Miranda central; aflora más extensamente en los alrededores de El Tinaco y Tinaquillo, estado Cojedes.

Descripción litológica: La unidad es una alternancia de capas máficas y félsicas de 5 a 30 cm de espesor promedio y que rara vez alcanza 1 m; esta alternancia, de colores contrastantes, produce el aspecto bandeado del gneis. Las capas félsicas (gneises cuarzo-plagioclásicos) suelen ser más delgadas que las máficas, (gneises hornabléndico-cuarzo-oligoclásico y anfibolitas). Entre ambos tipos hay transiciones, particularmente entre los gneises hornabléndicos y los biotíticos, que pasan de uno a otro en una misma capa. Los primeros abundan más que los segundos y éstos a su vez más que las anfibolitas.

En su parte superior, la unidad contiene capas de esquistos cuarzo-plagioclásico-cloríticos y conglomerados esquistosos con cantos de cuarzo y rocas graníticas. Varias capas delgadas y lenticulares de mármol, de 0,5 a 3 m de espesor, se intercalan con los gneises (menos del 2% de la unidad).

El Gneis de La Aguadita aparentemente representa una secuencia sedimentaria con cantidades menores de adiciones volcánicas; las capas máficas se derivaron posiblemente de una secuencia lutítico-grauváquica, las félsicas de ftanitas impuras, y las anfibolitas de tobas básicas. Las condiciones fisicoquímicas predominantes durante el metamorfismo de la unidad corresponden a las de los grados inferiores de la facies de la anfibolita almandínica.

Contactos: Se desconoce su base; en su tope la unidad es concordante y transicional con el Esquisto de Tinapú suprayacente. Localmente el Gneis de La Aguadita infrayace a las formaciones Cojedes, Querecual, Las Placitas, Pilancones y a las rocas de Conoropa.

Edad: Pre-Mesozóico.

Correlación: La unidad es correlativa probable del Gneis de Sebastopol.

1.13 Geología estructural

La zona donde se ubica la faja mineralizada de grafito es estructuralmente compleja. Esto se debe a que la secuencia grafitosa se ubica en un bloque tectónico delimitado por la falla de Tinapú, al norte, y por la falla de El Tinaco, al sur. La falla de Tinapú ha sido estudiada a largo de 33 Km y su traza está bien definida por el alineamiento del drenaje del río Tinapú. La falla de El Tinaco también ha sido muy estudiada y se ha notado que ha sido desplazada, por lo menos en seis sitios, por fallas transcurrentes, principalmente de tipo sinistral con rumbo NE 50°. Además, dicha falla se transforma en un corrimiento que pone en contacto las rocas gnéissicas del Complejo de El Tinaco, en su parte norte, con secuencias del terciario y del cretáceo. Aunado a esto, lateralmente el bloque tectónico está delimitado por fallamientos con rumbos preferenciales norte-sur. En la figura 4 se puede observar, a nivel regional, el bloque tectónico con la correspondiente zona mineralizada.

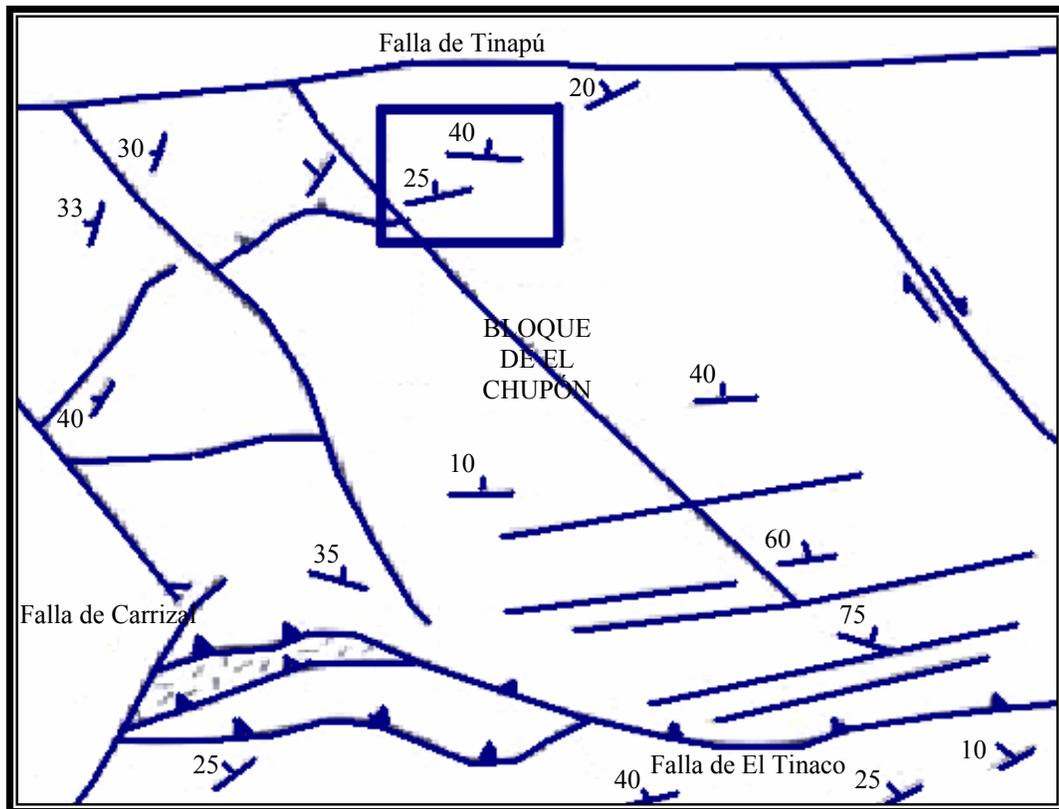


Figura 4. Geología estructural del depósito mineral de grafito del cerro Osumita, estado Cojedes.

Fuente: Tomado de CORPOCENTRO (2003).

1.14 Reservas minerales

La roca mineralizada se presenta como una espesa secuencia grafitosa con un espesor estimado de 200 m y se extiende a lo largo de su rumbo, esencialmente este-oeste, en más 1.200 m lineales. Estudios evaluativos realizados por CORPOCENTRO en la parte este de la zona mineralizada, incluyeron la apertura de 24 calicatas y la ejecución de 9 perforaciones con recuperación de núcleos a profundidades variables, entre 17 y 46 m. A partir de los estudios se estimó una reserva de 2.273.000 ton.Mt. de mena grafitica, con una ley que varía entre 5 y 18%.

1.15 Antecedentes de la investigación

Algunos profesionales han realizado trabajos de investigación sobre la flotación de grafito (tanto en columna como en celdas convencionales) y otros minerales de importancia económica. A continuación se mencionan brevemente algunos trabajos recientes que se llevaron a cabo en esta área, a nivel de laboratorio, y que sirven de base para el presente estudio:

Aslan y otros (2008), aplicaron la metodología de superficie de respuesta (MSR) para optimizar la recuperación y el grado de concentración de grafito, a partir de muestras de roca grafitosa tomadas de la región de Demirkapi-Balikesir, Turquía. Estas muestras contenían 71,2% de grafito y fueron reducidas de tamaño a menos de 106 μm , usando machacadoras de mandíbulas y molinos de bolas. Ellos realizaron un diseño experimental para la flotación en celdas convencionales considerando cuatro parámetros de proceso: dosis de keroseno, dosis de silicato de sodio, velocidad de agitación y tiempo de limpieza. También presentaron dos modelos matemáticos de segundo orden para establecer la relación entre los cuatro parámetros de proceso y las dos respuestas. Cada modelo fue optimizado para maximizar la respuesta en la región experimental estudiada.

Las condiciones óptimas encontradas para el grado de concentración de grafito fueron: dosis de keroseno = 680 gr/ton, dosis de silicato de sodio = 500 gr/ton, velocidad de agitación = 1500 rpm y tiempo de limpieza = 75 min. Bajo estas condiciones, el modelo correspondiente predijo un grado de concentración del 94,9%. Mientras que las condiciones óptimas encontradas para la recuperación de grafito fueron: dosis de keroseno = 807 gr/ton, dosis de silicato de sodio = 162 gr/ton, velocidad de agitación = 987 rpm y tiempo de limpieza = 36 min. Bajo estas condiciones, el modelo correspondiente predijo una recuperación del 96,4%. Este estudio indica que la MSR fue muy útil para mejorar la producción de concentrado del grafito.

Aslan (2008), utilizó la metodología de superficie de respuesta (MSR) y el diseño central compuesto rotatable (DCCR) para la modelación y la optimización del funcionamiento de un separador de multi-gravedad (SMG) para la concentración de cromita. Él consideró tres parámetros de proceso: velocidad del tambor, ángulo de inclinación y velocidad del agua de lavado. Los rangos de valores utilizados fueron de 133 a 217 RPM para la velocidad del tambor, de 1,6 a 8,4° para el ángulo de inclinación y de 1,3 a 4,7 LPM para la velocidad del agua de lavado.

Aslan realizó 20 pruebas experimentales usando un mineral de cromita obtenido de Kangal, Turquía. Generó dos modelos de segundo orden para el grado de concentración y la recuperación de cromita en función de los tres parámetros de proceso presentó y los graficó en 3D. Este estudio demostró que la MSR y el DCCR pueden aplicarse para el modelado del proceso de concentración de la cromita.

Aslan y Fidan (2008), usaron un diseño factorial Box-Behnken de tres niveles combinado con la metodología de superficie de respuesta (MSR) para modelar y optimizar el grado de concentración y la recuperación de plomo. Los minerales de plomo estudiados en este trabajo contenían 7,1% de Pb. Las variables estudiadas fueron el xantato amílico de potasio (XAK) como colector, el sulfuro de sodio (Na_2S) y el pH. Ellos obtuvieron modelos de segundo orden para las dos respuestas consideradas. Estos modelos fueron optimizados para maximizar el grado de concentración y la recuperación del Pb dentro del rango experimental estudiado.

El máximo grado de concentración de Pb fue encontrado para las condiciones: 212 g/t XAK, 1250 g/t sulfuro de sodio y 9 de pH. El modelo predijo un 47,44% de Pb en estas condiciones. Mientras que la máxima recuperación de Pb fue encontrada para las condiciones: 100 g/t XAK, 1250 g/t sulfuro de sodio y 7 de pH. Bajo estas condiciones, el modelo predijo un 84,58% de recuperación de Pb. Ambos valores máximos eran mayores que cualquier otro valor obtenido en las corridas experimentales realizadas.

Azañero y otros (2003), realizaron un trabajo de investigación en el cual demostraron que la flotación en columna es particularmente atractiva para aplicaciones que implican múltiples etapas de limpieza en celdas convencionales y para minerales complejos que presentan problemas de selectividad, elevando sustancialmente el grado del concentrado y la recuperación, con una sola etapa de limpieza, adaptándose muy bien este equipo al control por computadora. Su aceptación en la industria minera está incrementándose debido a múltiples ventajas que incluyen menor costo de instalación y operación, menor ocupación de espacio, menor consumo de energía, principalmente porque no tiene sistema de agitación mecánica, y menor consumo de reactivos.

Briceño y Salazar (1999), estudiaron la recuperación de grafito a partir de muestras de roca grafitosa provenientes del cerro Osumita, estado Cojedes. Estas muestras contenían de 5 a 15% de grafito y fueron reducidas a tamaños inferiores a la malla 150, usando machacadoras de mandíbulas y molinos de bolas. Ellos ejecutaron 9 experimentos en un circuito de flotación formado por una serie de seis celdas, marca Denver, modelo A N° 5. Durante la ejecución de las pruebas variaron cuatro factores: flujo de agua, flujo de alimentación, dosis de keroseno y dosis de aceite de pino. De acuerdo con los resultados que obtuvieron en este trabajo, la máxima recuperación de grafito fue del 99,45% en las condiciones: flujo de agua = 2,8 lt/min, flujo de alimentación = 350 gr/min, dosis de keroseno = 3686 gr/ton y dosis de aceite de pino = 173 gr/ton. Bajo estas condiciones de operación también obtuvieron un grado de concentrado del 43,35% de grafito.

Chirinos (2001), estudió la recuperación de cianita a partir de muestras tomadas del cerro Gordo, estado Cojedes, mediante flotación en celdas aisladas Denver. Él realizó un diseño experimental 2^4 , variando cuatro parámetros de proceso: tiempo de acondicionamiento, dosis de colector (ácido graso 152), dosis de espumante (frother 400) y dosis de depresante (silicato de sodio). La mayor recuperación de cianita que obtuvo fue de 38,40% en las condiciones: tiempo de

acondicionamiento = 1,5 min, dosis de ácido graso 152 = 1432 gr/ton, dosis de frother 400 = 256 gr/ton y dosis de silicato de sodio = 448 gr/ton.

Colorado y otros (2003), investigaron detalladamente el proceso de concentración de carbonatos provenientes de Tinaquillo, estado Cojedes, usando una columna de flotación y una mesa Wifley. Los objetivos de este trabajo eran encontrar el método y las condiciones de operación más adecuadas para mejorar, en lo posible, la flotación de los carbonatos. En el laboratorio ejecutaron varios ensayos en la columna de flotación, modificando dos parámetros: flujo de agua de lavado y flujo de aire. En los ensayos que realizaron en la mesa Wifley también variaron dos parámetros: inclinación de la mesa y densidad de pulpa. Cada uno de los parámetros se varió dejando fijo al resto. Con la columna de flotación encontraron una máxima recuperación del 50,46% de carbonatos y con la mesa Wifley hallaron una mayor recuperación del 82,51% de carbonatos, para una inclinación de 6° y una densidad de pulpa de 7,4%.

Di Yorio y otros (1998), aplicaron los métodos de separación electrostática y flotación directa en celdas convencionales para el enriquecimiento de menas grafiticas provenientes del cerro Osumita, estado Cojedes. Estas menas contenían entre 8 y 14% de grafito y fueron caracterizadas en el laboratorio, obteniéndose que la mena estaba compuesta por sílice, grafito, feldespato y pequeñas cantidades de otros minerales. Para las pruebas electrostáticas el material se preparó con dos granulometrías diferentes y se introdujo en un equipo Boxmag, variando el potencial de campo entre 5 y 25 KV para 100 y 160 RPM del rodillo calentado previamente. En este proceso se obtuvieron tres productos y se determinaron sus pesos y el porcentaje de carbono fijo. Por otra parte, para las pruebas de flotación convencional, a pH natural, se variaron la dosis de keroseno entre 0 y 0,04 gr/50 gr de mena, la dosis de depresante entre 0 y 0,04 gr/50 gr de mena, para 1400 y 1800 RPM, manteniendo constantes al resto de las variables. Posteriormente, las muestras se

filtraron, secaron y pesaron para determinar el porcentaje de carbono y la recuperación en todos los productos.

Los resultados mostraron que el grafito debe liberarse a tamaños menores de 0,5 mm para la obtención de una mejor calidad para las dos vías analizadas. Igualmente se considera que valores superiores a 10 KV y velocidades del rotor superiores a 100 RPM son suficientes para aumentar el porcentaje de carbono fijo en los concentrados. También se incrementa la calidad de la espuma con revoluciones cercanas a 1400 RPM, dosis de keroseno de 0,02 gr/50 gr de mena. El silicato de sodio no ejerció ningún efecto significativo en la flotación directa del grafito.

Ghodke y otros (2009), emplearon la metodología de superficie de respuesta (MSR) para investigar la influencia de tres factores sobre el contenido de almidón dañado de la harina del trigo integral cultivado en Lokwan (India), la viscosidad de la pasta y la calidad del chapatti (pan indio). Los tres factores considerados fueron la abertura del molino, la velocidad de alimentación y el contenido de agua de los granos de trigo integral. Cada factor fue variado en tres niveles. La abertura del molino se varió con 2, 3 y 4 mm, la velocidad de alimentación con 0,21, 0,63 y 1,05 min para cada 200 gr de granos del trigo y el contenido de agua de los granos con 8.6, 14.3 y 20%. Ellos obtuvieron cantidades de almidón dañado entre 6,1 y 26,90%. La viscosidad de la pasta fue aumentada con la disminución de la abertura del molino. Con la abertura disminuida y la cantidad creciente del contenido de agua de los granos se mejoró la calidad del pan indio.

Huang y otros (2008), elaboraron un diseño experimental para investigar el efecto de la temperatura de funcionamiento, la presión de funcionamiento y el tiempo de extracción sobre la producción de licopeno y la actividad antioxidante durante la extracción del dióxido de carbono de la pulpa de tomate. El diseño central compuesto (DCC) demostró que los modelos de regresión lineal obtenidos estaban muy acordes

con los resultados experimentales, con R^2 de 0,97 y 0,94 para la producción del licopeno y la actividad antioxidante del extracto, respectivamente.

La condición óptima para la extracción del licopeno dentro de la gama experimental estudiada estaba en 57°C, 40 MPa y 1,8 h. En estas condiciones, la cantidad prevista de licopeno extraída era de 28,64 mg en 100 g de pulpa de tomate, con una recuperación de licopeno del 93%. El modelo estadístico dio el punto óptimo para la actividad antioxidante en las condiciones: 57°C, 53 MPa y 1,8 h de extracción.

Méndez y Servin (1991), trataron de obtener la mejor recuperación posible de grafito amorfo proveniente del estado de Sonora, México, usando columnas de flotación. El mineral de grafito estudiado se encontraba íntimamente ligado con la ganga, siendo la principal impureza la pirita. Las variables determinadas fueron el tamaño de partículas (0,075 mm), la dosis de reactivos (598 gr/ton de silicato de sodio, 300 gr/ton de diesel y 868 gr/ton de MIBC), el efecto de otros reactivos modificadores (cianuro de sodio, almidón y cal, donde se obtuvo una recuperación máxima del 51% y un grado de concentración máximo del 83,53% con este mismo reactivo) y su aplicación en un proceso continuo donde el concentrado primario pasa por dos limpiezas sucesivas y las colas pasan por una flotación secundaria y una terciaria. A partir de este proceso se obtuvo un concentrado con 87,68% de carbón grafitico y una recuperación del 46,4%.

Sánchez (1999), aplicó un diseño factorial 3^3 para estudiar la flotabilidad del grafito contenido en muestras de roca grafitosa provenientes del cerro Osumita, estado Cojedes. Estas muestras contenían de 5 a 15% de grafito y fueron reducidas a tamaños inferiores a la malla 150, usando machacadoras de mandíbulas y molinos de bolas. Él realizó 54 experimentos de flotación en columna, variando tres parámetros de proceso: dosis de colector (keroseno), dosis de depresante (silicato de sodio) y tiempo de acondicionamiento. Para el concentrado obtenido en cada una de las pruebas determinó la recuperación y el grado de concentración de grafito.

En este estudio, Sánchez pretendió encontrar la relación entre las dos respuestas y los tres parámetros de proceso, pero, matemática y estadísticamente no fue posible debido a la gran desviación estándar que presentaban los datos experimentales. Sin embargo, de acuerdo con las pruebas realizadas, la máxima recuperación de grafito encontrada fue de 62,61% bajo las condiciones: dosis de keroseno = 4 ml, dosis de silicato de sodio = 0,2 gr y tiempo de acondicionamiento = 1 min. En estas condiciones también se obtuvo un grado de concentración de 45,48% de grafito.

Wakamatsu y Numata (1991), hicieron un trabajo de investigación sobre la flotación de grafito. Primero, se trataron las propiedades o características de la flotabilidad natural de los sólidos hidrofóbicos, incluyendo principalmente el grafito, desde un punto de vista de la química superficial. Luego, abordaron los aspectos generales de la flotación del grafito. Finalmente, presentaron un estudio de la recuperación por flotación del grafito que existe en el polvo de tubo que ocurre durante el proceso de fabricación del hierro y el acero en planta.

CAPÍTULO II

MARCO DE REFERENCIA

2.1 FLOTACIÓN

2.1.1 Generalidades

De acuerdo con Alcalá, Flores y Beltrán (2005), la flotación es un proceso físico-químico de separación de minerales finamente molidos y se basa en las propiedades superficiales de las partículas minerales frente al agua. Dichas propiedades pueden ser modificadas a voluntad con ayuda de algunos reactivos químicos. Por consiguiente, el proceso de flotación se basa en las propiedades hidrofílicas e hidrofóbicas de los minerales.

Peláez (1981), considera que el mineral debe ser molido a un tamaño menor a la malla 48 y diluido en agua hasta obtener una pulpa con concentraciones de sólidos entre 25 y 45%. Luego, se agregan reactivos químicos a la pulpa y se acondiciona durante un tiempo determinado. Después, se hace pasar una corriente de burbujas de aire a través de la pulpa y las partículas minerales repelentes al agua se adhieren a ellas y son transportadas hasta la superficie del líquido, donde son recogidas.

La flotación es una operación muy compleja, pues es afectada por diversas variables. Muchas de éstas están más allá del control de la ingeniería de minerales, incluso en algunos casos no se pueden medir con los instrumentos disponibles. La modificación simultánea de estas variables reforzará una cualidad en particular de la operación. Sin embargo, los diferentes ajustes pueden ser contraproducentes si los cambios no se eligen correctamente, Naik, Reddy y Misra (2005).

La flotación por espuma es el método de separación más usado para concentrar minerales. Convencionalmente, la separación se realiza en celdas

mecánicas, donde inevitablemente se produce el arrastre de partículas finas de ganga hacia la fase de la espuma, debido a los propios mecanismos del fenómeno, y esto tiene un efecto negativo sobre el funcionamiento metalúrgico del proceso. Un método eficaz para impedir tal arrastre surgió con la invención de la columna de flotación, que utiliza un mecanismo de baño de agua en contracorriente (wash water), en una zona profunda de la espuma (0,5-2 m), para inducir una acción de limpieza de la espuma. Esto es una de las razones que explican las ventajas metalúrgicas ganadas por la introducción de la columna a los circuitos convencionales de flotación, Uribe, Vazquez, Perez y Nava (1999).

Durante las últimas décadas, se ha manifestado un creciente interés sobre la flotación en columna, como consecuencia, se han estudiado muchos aspectos sobre ella. El desarrollo de modelos a escala de laboratorio se ha extrapolado y aplicado con éxito a nivel industrial, Falutsu (1994). Por ejemplo, la celda de Jameson que fue desarrollada en común por el montaje AIA mina y Prof. G.J. Jameson de la universidad Newcastle (Harborts, Jackson y Manlapig, 1994) y la Turbo columna de flotación que fue desarrollada por Ltd. de Multotec en Suráfrica (Terblanche, Grobler, Önal y Güney, 1998). Las columnas de flotación tienen un mejor desempeño en la limpieza que las celdas mecánicas convencionales debido a la operación particular que realiza en la espuma, discutida detalladamente por Finch y Dobby (1990).

Tradicionalmente, la evaluación de las pruebas de flotación se ha basado, en gran parte, en el máximo valor de recuperación alcanzado en un tiempo determinado. Puesto que la recuperación acumulativa de un componente en el concentrado es proporcional al tiempo de la flotación, el proceso de flotación puede considerarse como un proceso de recuperación en función del tiempo. Por lo tanto, un modelo matemático de la flotación que incorpore la recuperación en función del tiempo puede describir muy bien el proceso de la flotación y proporcionar una excelente herramienta para evaluar las pruebas de flotación, Yuan, Palsson y Forsberg (1996).

Lynch y colaboradores (Lynch, Johnson, Manlapig y Thorne (1981) referenciado por Uçuruma y Bayat (2007)) han definido convenientemente tres categorías para estos modelos: 1) modelos empíricos, 2) modelos de la probabilidad y 3) modelos cinéticos.

La ventaja principal de los modelos empíricos es que son a menudo menos costosos en personal y tiempo. Sin embargo, debe tratarse con cuidado las predicciones que se hagan fuera del rango de valores estudiado, además, la evaluación del funcionamiento del circuito para un mineral en particular no es posible. Al igual que el modelo empírico, el modelo de la probabilidad permite el reconocimiento de los comportamientos individuales y más importantes en los volúmenes de la pulpa y de la espuma en cada flotación (Dowling, Klimpel y Aplan (1987) y Harris y Rimmer (1996)). Los modelos de la probabilidad consideran básicamente las probabilidades de colisión de la burbuja de aire con la partícula mineral, la adherencia, la estabilidad de la espuma, etc. La forma simple del modelo de la probabilidad es similar a la forma más simple del modelo cinético, Sripriya, Rao y Choudhury (2003). De éstos, el modelo cinético ha sido altamente instrumental para llevar a cabo predicciones razonables, Hernáinz y Calero (2001).

2.1.2 Tipos de flotación

El método de flotación ha evolucionado en el tiempo con el fin de mejorar cada vez más la recuperación de minerales. Alcalá y otros (2005) clasificaron las técnicas de flotación como sigue:

(a) Flotación no selectiva de aceite

Esta técnica desarrollada en 1860, consistía en mezclar la mena molida con aceite y posteriormente con agua, de tal manera que las partículas del mineral sulfuroso, por sus propiedades superficiales hidrófobas, quedaban retenidas en la fase aceitosa y aquellas partículas que se mojaban en el agua se quedaban en la fase acuosa, de modo que al final del proceso, flotaba una capa de aceite sobre la pulpa, la

cual contenía las partículas de mineral sulfuroso que eran separados por decantación y se separaba del aceite por filtración.

(b) Flotación de película

En esta técnica, el mineral finamente molido era esparcido cuidadosamente sobre la superficie libre del agua, de modo que las partículas de sulfuro, que se caracterizan por tener propiedades hidrófobas, sobrenadaban en la superficie del agua, formando una delgada película que era removida por medio de algún mecanismo; en cambio la ganga se mojaba y sedimentaba en el fondo del recipiente de agua. Ésta técnica al igual que la anterior no tuvo éxito en su aplicación en la industria por lo que en la actualidad ya no se utiliza.

(c) Flotación de espuma

Con la flotación de espuma la separación se lleva a cabo gracias a la adhesión selectiva de partículas minerales hidrófobas a pequeñas burbujas de aire que son inyectadas al interior de la pulpa. El conjunto partícula-burbuja asciende a la superficie del líquido formando una espuma mineralizada, la cual es recogida por medio de paletas o por rebalse. Las propiedades superficiales de las partículas y las características del medio pueden ser reguladas con ayuda de reactivos químicos. Este tipo de flotación es el que ha sobrevivido y es la técnica que más empleada hoy en día. La flotación de espuma, a su vez, se divide en:

- Flotación directa: es aquella en la que el mineral valioso o de interés es flotado y recogido en la espuma.
- Flotación inversa: es aquella en la que la ganga es flotada y recogida en la espuma.
- Flotación colectiva: es aquella en la que los minerales valiosos y de un solo tipo mineralógico son flotados y recogidos en la espuma.

- Flotación selectiva o diferencial: es aquella en la que se flota un solo mineral a la vez en cada etapa.

(d) Flotación de iones

Con ayuda de reactivos químicos se precipitan los iones y luego son flotados como en el caso de la flotación de espuma.

2.1.3 Fases e interfaces presentes en el proceso de flotación

De acuerdo con Peláez (1981), en un sistema de flotación se tienen la mena que contiene al mineral útil, el agua requerida para formar la pulpa y el aire necesario para formar las burbujas, es decir, coexisten las siguientes tres fases principales y sus correspondientes interfaces dobles y triples:

(a) Fase sólida

Esta fase está constituida por las partículas minerales de la mena. El comportamiento de estas partículas sólidas en el proceso de flotación está afectado por el carácter del mineral y su superficie, es decir, por la polaridad, las fuerzas residuales, las imperfecciones que presente la red cristalina y las contaminaciones producidas por sólidos, líquidos y gases. Por lo tanto, es difícil predecir el comportamiento de una mena determinada en el proceso de flotación, ya que la génesis de su yacimiento, el método aplicado para explotarlo, los minerales presentes y otras causas tienen influencia sobre los resultados.

(b) Fase líquida

Esta fase está conformada por el agua. Normalmente, el agua se utiliza directamente tal como se toma de la mina o de sus cercanías, pero, en algunos casos amerita que sea previamente purificada para evitar que las sales contenidas en ella aumenten el consumo de reactivos o modifiquen la flotabilidad de algunos minerales.

(c) Fase gaseosa

Está constituida por las burbujas de aire. El aire (a presión atmosférica o ligeramente comprimido) es introducido en los equipos de flotación con la pulpa y se disuelve en el agua, por lo cual contiene más oxígeno y dióxido de carbono que el aire atmosférico. El aire tiene doble función en el proceso de flotación: 1) llevar el oxígeno y los demás gases que lo conforman a las interfaces y 2) agitar la pulpa y transportar las partículas del mineral útil a la espuma.

(d) Interfase sólido-líquido

Esta interface se produce entre los minerales de la mena y el agua. Cuando las partículas minerales se hallan sumergidas, sus puntos superficiales cargados eléctricamente atraen a los iones móviles de carga contraria existentes en el líquido (sean de algún mineral soluble o de reactivos químicos) o a las moléculas polares del agua, con lo cual se hidratan. La distribución de la adsorción de dichos iones o de moléculas de agua no es uniforme y depende de la composición química y del carácter superficial del mineral.

(e) Interfase gas-líquido

Se forma entre el aire y el agua. En la superficie libre del agua existe una presión hacia dentro que se origina debido a que en el seno del líquido las fuerzas de atracción intermoleculares se compensan entre sí pero en la superficie no ocurre lo mismo, ya que por encima de ella hay una densidad mucho menor. Dicha presión es igual a la tensión superficial, la cual se define como el trabajo necesario para aumentar la unidad de superficie libre. La tensión superficial depende del líquido, la temperatura, la presión del gas y la presencia de sustancias disueltas en el líquido.

Cuando se trata de interfaces curvas, como es el caso de las burbujas de aire en la pulpa de flotación, la diferencia de presión en ambos lados de la interface al llegar al equilibrio, suponiendo que las burbujas son esféricas, es: $P_g - P_L = 2 \cdot \gamma / R$, donde, P_g : presión del gas, P_L : presión del líquido, γ : densidad del agua y R : radio de

la burbuja. Por lo tanto, si una burbuja muy pequeña se pone en contacto con una grande, la capa de líquido entre ambas desaparece y se unen para formar una sola, pasando el aire de la pequeña a la grande debido a que la presión del gas dentro de esta última es menor. Por esto, se añaden reactivos químicos a la pulpa para disminuir la tensión superficial, lo cual prolonga la vida de las burbujas pequeñas y disminuye la formación de burbujas muy grandes.

(f) Interfase gas-sólido

Esta se produce entre los minerales de la mena y las burbujas de aire. Para que una partícula mineral se adhiera a una burbuja de aire se requiere, según la ecuación de Dupre, que:

$$\Delta G = T_{sg} - (T_{sl} + T_{lg}) < 0$$

donde, ΔG : variación de la energía libre, T_{sg} , T_{sl} y T_{lg} : tensión superficial sólido-gas, sólido-líquido y líquido-gas. Según Rehbinder, la variación de la energía libre depende del estado de hidratación de la partícula mineral y varía proporcionalmente con este último.

(g) Interfase sólido-líquido-gas

Si suponemos que una partícula mineral se adhiere a una burbuja de aire en la pulpa, las tres fases estarán en contacto a lo largo de una línea de separación. La posición de esta línea dependerá de las magnitudes de las tensiones superficiales sólido-gas, sólido-líquido y líquido-gas, las cuales están relacionadas por la ecuación de equilibrio o fórmula de Young:

$$T_{sg} - T_{sl} = T_{lg} \cdot \cos\theta$$

donde, θ : ángulo formado por las tangentes a la burbuja y al sólido en el punto triple y se llama *ángulo de contacto*. Por convenio, este ángulo se mide en la fase líquida y en

un plano perpendicular a la línea de separación de las tres fases. Si la superficie del sólido fuese plana, como se muestra en la figura 5, esta línea de contacto trifásico fuera una circunferencia.

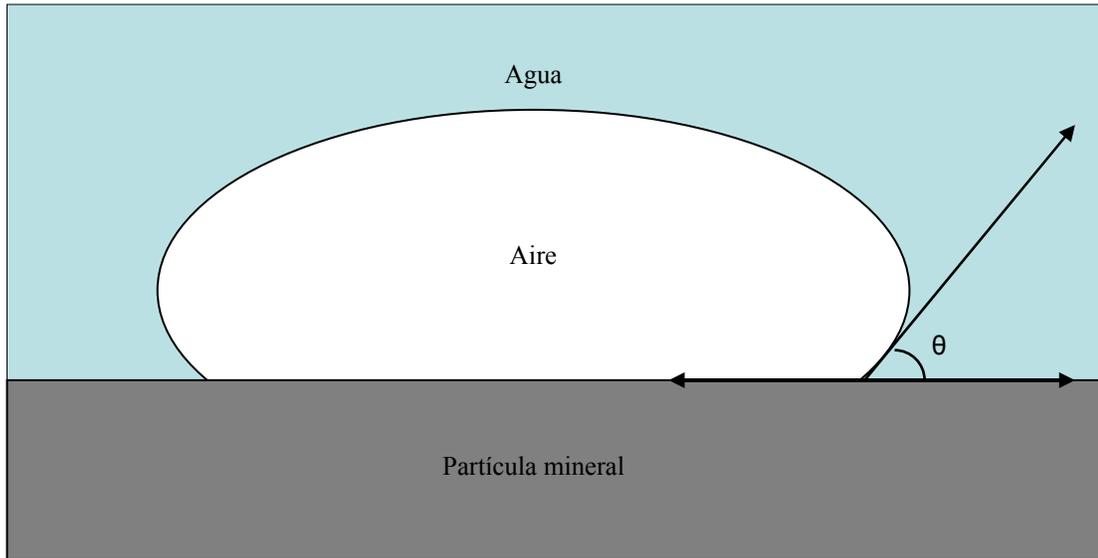


Figura 5. Contacto trifásico entre mineral (sólido), agua (líquido) y aire (gas). Fuente: Tomado de Méndez y Servin, (1991).

Si las ecuaciones de Dupre y Young se combinan, se obtiene la siguiente fórmula (Peláez, 1981):

$$\Delta G = T_{lg} * (\cos\theta - 1).$$

Teóricamente el ángulo de contacto puede variar desde 0°, si la superficie mineral se mojase por completo, hasta 180°, si la superficie fuese totalmente repelente al agua, cosa que en la práctica no sucede porque siempre hay cierto grado de adhesión. En la realidad siempre hay notables diferencias en los ángulos medidos, debidas a las irregularidades en la superficie mineral, presencia de contaminantes, efectos de la gravedad, no haberse llegado al equilibrio, etc. Por esto, el ángulo de contacto no es uniforme y la diferencia entre los valores máximo y mínimo

observados se denomina *histéresis*. En consecuencia, si se van a usar las ecuaciones, hay que corregir los ángulos de contacto observados experimentalmente en partículas con burbujas relativamente grandes, corrección que es más importante con valores pequeños de θ .

2.1.4 Doble capa eléctrica

Las partículas minerales sumergidas poseen un exceso de carga superficial, el cual es adquirido durante las operaciones de fragmentación y mediante procesos de ionización o de adsorción de otros iones presentes en el medio líquido, Peláez (1981). Este exceso de carga superficial afecta la distribución de los iones en el medio, de manera que los iones de signo diferente son atraídos a la superficie mineral mientras que los del mismo signo son repelidos. Este fenómeno, unido a la agitación térmica del sistema, da lugar a una distribución de carga alrededor de la partícula mineral que se denomina *doble capa eléctrica* (figura 6). Se le llama así porque está formada por dos regiones con propiedades eléctricas claramente diferenciadas: una primera región próxima a la superficie, de poco espesor relativo y formada por iones firmemente unidos a ella, denominada *capa rígida*, y una segunda región más extendida y alejada de la superficie, en donde el efecto térmico permite un acusado movimiento iónico, llamada *capa difusa* y que constituye una verdadera atmósfera iónica.

A manera de ejemplo, supongamos que los iones de la superficie mineral que se disuelven en el líquido son los cationes, en este caso la superficie mineral va quedando cargada negativamente y la solución positivamente (figura 6), aunque por supuesto el sistema sólido-líquido permanezca neutro. A medida que la carga eléctrica superficial de la partícula aumenta es más difícil para los iones de signo contrario pasar a la solución, puesto que al atraer las cargas negativas superficiales a los cationes que están en el líquido se va frenando la disolución de los que aun pertenecen a la red cristalina. En consecuencia, finalmente se llega a un equilibrio termodinámico entre la superficie del sólido y la solución, originándose en la interface correspondiente una doble capa eléctrica.

El primer modelo de la doble capa eléctrica se atribuye a Helmholtz en 1879. Él consideró la doble capa eléctrica, desde un punto de vista matemático y físico, como un condensador eléctrico. Más tarde Gouy y Chapman, entre 1910 y 1913, modificaron el modelo introduciendo una doble capa difusa, ligada a la agitación térmica. En este nuevo modelo el potencial superficial disminuye exponencialmente debido a la adsorción de los contra-iones presentes en la disolución. Actualmente se utiliza el modelo de Gouy-Chapman-Stern, en el cual se combina la capa adsorbida de Helmholtz con la capa difusa de Gouy y Chapman. En la figura 6 se muestran, en orden cronológico, cada uno de los modelos de la doble capa eléctrica mencionada.

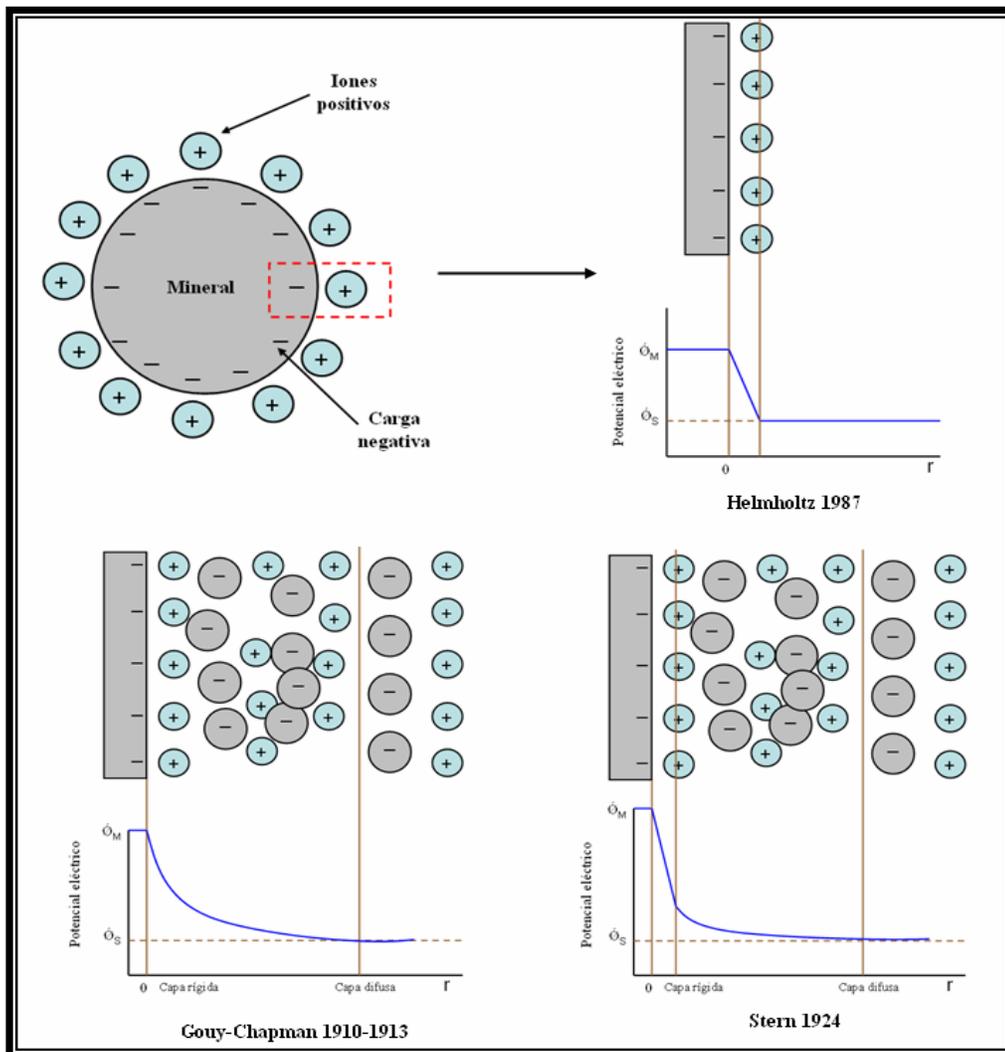


Figura 6. Modelos de la doble capa eléctrica. Fuente: Tomado de Sánchez (1999).

2.1.5 Reactivos químicos de flotación

Peláez (1981), considera que los reactivos químicos utilizados en el proceso de flotación pueden clasificarse, de acuerdo a la función que realizan, en tres grupos principales:

(a) Reactivos químicos colectores

Son compuestos orgánicos que se adsorben física o químicamente en la superficie de los minerales y la modifican haciéndola repelente al agua. Para lograr esto y conseguir que la partícula mineral se adhiera a la burbuja de aire no es necesario modificar la totalidad de su superficie, pero si lo suficiente como para que dicha partícula sea transportada por la burbuja hasta la espuma.

Los colectores pueden ser hidrocarburos líquidos o compuestos químicos de molécula heterogénea. Actualmente, los primeros se limitan a la flotación de grafito y carbón. Mientras que los segundos se usan para flotar cualquier mineral, son ionizables y poseen un radical hidrocarburo en uno de los iones, el cual constituye la parte no polar y que es adsorbido por el mineral para formar en su superficie una capa repelente al agua (hidrofóbica). Esto se puede apreciar en la figura 7.

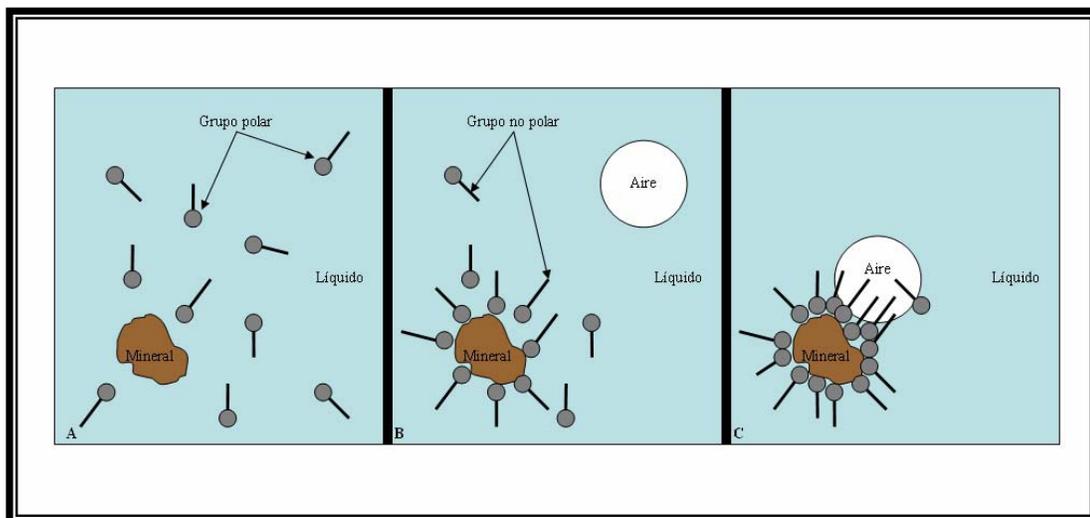


Figura 7. A: Colector disuelto en la pulpa, B: Adsorción de colector en la superficie mineral y C: Unión de la partícula mineral a una burbuja de aire. Fuente: Tomado de Méndez y Servin (1991).

La fijación del colector sobre la partícula reduce su hidratación superficial, al ir sustituyendo las uniones entre los dipolos del agua y la superficie mineral por las uniones, más estables y más fuertes, entre ésta última y el colector. De esta manera se va disminuyendo la estabilidad de la capa hidratada, que se adelgaza, y llega un momento en que la burbuja de aire será capaz de adherirse a la partícula, y la lleva a la espuma. Si por el contrario, la superficie cubierta de colector no fuera suficiente en comparación con la cubierta por agua, la partícula permanecerá en la pulpa. Es importante tener en cuenta que el peso de la partícula también contribuye a mantenerla en la pulpa.

La capacidad de un mineral para adsorber un colector determinado depende de la naturaleza, pureza y homogeneidad de su superficie. Además, la energía superficial del sólido respecto al colector y al agua está influenciada considerablemente por la naturaleza de los enlaces entre los elementos estructurales de la red cristalina.

Cuanto mayor es la longitud de la cadena hidrocarbonada mayor es la propiedad hidrofóbica de los colectores ya que sus moléculas se hidratan menos, la capa de colector adsorbida por el mineral es más estable y el grado de destrucción de la capa hidratada alrededor de la partícula mineral es mayor. Como contraparte se tiene que las cadenas hidrocarbonadas largas también disminuyen la solubilidad y la selectividad del colector (incluso con bajas concentraciones), y pueden constituir los reactivos más caros. Los colectores más empleados en la industria son los siguientes:

- Xantatos y ditiofosfatos.
- Ácidos grasos y sus jabones.
- Aminas y otros colectores orgánicos.

(b) Reactivos químicos espumantes

Estos reactivos son sustancias tenso-activas y heteropolares que se adsorben física y selectivamente en la interface agua-aire. Sus propiedades tenso-activas

disminuyen la tensión superficial del líquido y evitan que las burbujas de aire se rompan al llegar a la superficie de la pulpa, formando una espuma estable. La parte no polar de la molécula de los espumantes, generalmente, es un radical orgánico que se orienta hacia el interior de la burbuja de aire mientras que en la parte polar están presentes grupos con propiedades polares fuertes, como el hidroxilo y el carboxilo (que son grupos hidrófilos), y se orientan hacia el cuerpo del líquido de la pulpa tal como se puede observar en la figura 8.

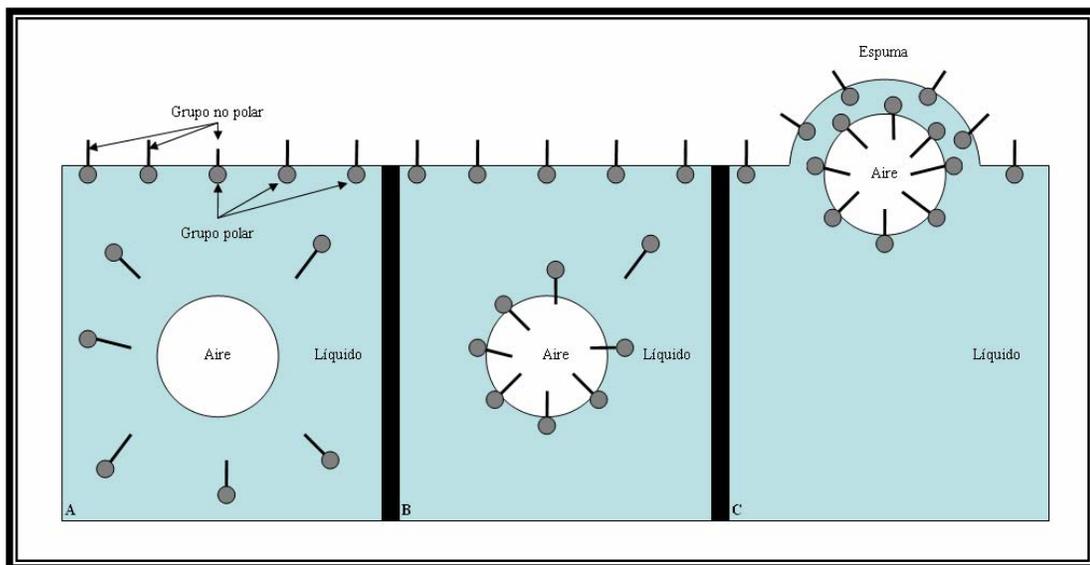


Figura 8. A: Espumante disuelto en la pulpa, B: Adsorción de espumante en la interfase gas-líquido y C: Ascenso de una burbuja de aire hasta la espuma sin romperse. Fuente: Tomado de Méndez y Servin (1991).

El poder espumante está relacionado con la longitud de la cadena hidrocarbonada y el número de grupos polares de la sustancia tenso-activa. Para que la acción sea efectiva la cadena debe tener al menos 6 átomos de carbono, siendo superiores en general, los alcoholes alifáticos a los aromáticos. La influencia de los grupos polares no está clara, pero se admite, para un mismo radical hidrocarbonado, que el número creciente de grupos polares reduce el poder espumante.

Es deseable que el reactivo espumante no tenga propiedades colectoras, pues debe limitarse a producir espuma. Además, esta espuma no debe ser demasiado persistente sino deshacerse al abandonar el aparato de flotación. También es deseable que la acción del espumante no esté influenciada por las condiciones de la pulpa. Se debe tomar en cuenta que la presencia del espumante en la pulpa reduce la adsorción de los colectores, por tanto, se debe emplear la menor cantidad o dosis posible. Otra ventaja de utilizar pequeñas dosis de espumante es que las moléculas de este, ayudan a mantener dispersadas las burbujas por lapsos de tiempo relativamente largos, impidiendo que las pequeñas se unan para formar grandes.

Entre los espumantes más utilizados en la industria se encuentran productos obtenidos al destilar sustancias vegetales o minerales, cuyas composiciones son complejas y variables. Por esta razón hoy día se utilizan algunos espumantes sintéticos que tienen constancia en su composición y no poseen propiedades colectoras. La selección del espumante más adecuado depende, principalmente, de razones económicas y del mineral que se va a flotar. Los principales reactivos espumantes son:

- Aceite de pino.
- Cresol o ácido cresílico.
- Alcoholes de alto peso molecular.
- Glicoles polipropilénicos.

(c) Reactivos químicos reguladores

Son aquellos reactivos químicos que se añaden a la pulpa con el objetivo de crear en ella las condiciones adecuadas para que se modifiquen las propiedades superficiales de los minerales, de tal forma que solamente los deseables pasen a la espuma. Estos reactivos se clasifican como sigue:

- **Modificadores del pH:** se utilizan para regular el pH con el fin de controlar la concentración iónica de la pulpa y sus reacciones, a través de su acidez o alcalinidad. Esto es de suma importancia ya que el pH influye sobre la ionización del colector, la solubilidad del mineral y la carga eléctrica de su superficie. Además, la mayoría de los minerales flotan bien dentro de un determinado rango de pH y fuera de él es imposible conseguir su adherencia a las burbujas de aire. Los principales modificadores del pH son la cal, el carbonato sódico, el ácido sulfuroso y el ácido sulfúrico.

- **Reforzadores:** son reactivos químicos que fomentan las propiedades hidrófobas mediante la reducción de la hidratación superficial de los minerales y se emplean para mejorar la flotabilidad de minerales que no se han sometidos a la acción de los deprimentes. Los reforzadores más empleados en la industria son el sulfato de cobre, el sulfuro sódico y compuestos metálicos de cationes polivalentes.

- **Depresores:** son reactivos químicos que anulan *temporalmente* la flotabilidad natural de un mineral, haciendo que su superficie sea hidrófila. El término *temporalmente* se debe a que, por lo general, posteriormente hay que destruir la acción del deprimente para poder recuperar el mineral que fue necesario deprimir. A nivel industrial, los deprimentes más importantes son los cianuros de sodio o de potasio, los bicromatos alcalinos, la cal, el sulfuro sódico, el silicato sódico o vidrio soluble, el almidón, el tanino y el quebracho.

- **Activadores:** son reactivos químicos que destruyen la acción de los agentes deprimentes, es decir, preparan nuevamente la superficie de los minerales que fueron deprimidos para que pueda actuar el colector sobre ella.

- **Dispersores:** son reactivos químicos que se utilizan para limpiar o dejar libre de lamas las superficies de las partículas de mineral útil. Entre los

dispersores más utilizados se encuentra el silicato sódico, el carbonato sódico comercial y el metafosfato sódico.

2.1.6 Equipos o máquinas de flotación

El proceso de concentración por flotación ha venido adquiriendo una enorme importancia en la industria minera, por esto, se han fabricado diversos tipos de máquinas de flotación. De forma general, estas máquinas se pueden dividir en dos grupos principales: máquinas mecánicas y máquinas neumáticas, Peláez (1981). Las diferencias fundamentales entre estas máquinas se resumen en la tabla 1.

Tabla 1. Diferencia entre las características principales de las máquinas de flotación.		
Característica	Máquina	
	Mecánica	Neumática
Introducción de aire a la pulpa	Por agitación mecánica	A presión
Número de celdas	de 2 a 8 celdas, o más	1 columna
Uso de acondicionador	A veces	Siempre
Rechazos	Más pobres	Menos pobres
Concentrados	Menos puros	Más puros
Circulación de la pulpa	Se repite en cada celda	Una sola vez
Consumo de energía	Mayor	Menor
Espacio necesario	Mayor	Menor
Molienda requerida	Gruesa	Fina
Flotación diferencial	Fácil de aplicar	Difícil de aplicar
Equipos principales	Celda Fagergren, celda Denver y celda Agitair	Celda Southwestern y tubo en forma de U

2.1.7 Columna de flotación

Es un equipo o máquina que se utiliza para recuperar y concentrar minerales mediante el método de flotación. Este equipo proporciona un mayor rendimiento comparado con las máquinas mecánicas, sobre todo cuando se opera con materiales

finos. Una columna de flotación, básicamente, está constituida por las siguientes partes:

(a) Cuerpo principal

Es la parte de la columna de flotación donde tiene lugar todo el proceso o fenómenos de flotación. El cuerpo principal es un tubo cilíndrico que semeja una columna, de allí el nombre del equipo.

(b) Sistema de alimentación de agua y desagüe

Este sistema permite la entrada y la salida de agua del cuerpo principal. Con este sistema se alimenta la columna con el agua necesaria para diluir la pulpa mineral e iniciar el proceso de flotación. Además, permite el desagüe de la columna para limpiarla, una vez culminado el proceso de flotación. El sistema de alimentación de agua y desagüe está integrado por dos válvulas (además del agua):

- Válvula de alimentación de agua: esta se emplea para regular la cantidad de agua que se introduce en la columna de flotación.
- Válvula de desagüe: esta se utiliza para controlar la salida del agua remanente, una vez que hayan sedimentado los minerales en suspensión.

(c) Sistema de dosificación de reactivos químicos

Con este sistema se controla la cantidad de cada uno de los reactivos químicos (colector, espumante, etc.) que se emplean para producir condiciones favorables en el proceso y mejorar la flotabilidad del mineral útil.

(d) Sistema de acondicionamiento

Este sistema se utiliza para acondicionar la pulpa durante un tiempo determinado para que los reactivos químicos actúen eficientemente sobre las partículas minerales. El sistema de acondicionamiento está compuesto por:

- Tanque de acondicionamiento: es un tanque donde se lleva a cabo el acondicionamiento de la pulpa antes de ingresar a la tolva de alimentación.
- Motor y eje con aspas: estos permiten el movimiento y la homogenización continua de la pulpa para acondicionarla adecuadamente.
- Válvula de flujo de pulpa acondicionada: esta permite regular el flujo de la pulpa mineral que va a la tolva de alimentación.

(e) Sistema de alimentación de pulpa

Este sistema permite la incorporación de la pulpa mineralizada, previamente acondicionada, al cuerpo principal del equipo. La alimentación se lleva a cabo por acción de la gravedad y se realiza a un tercio ($1/3$) de la altura de la columna, desde el tope superior. Este sistema está conformado por:

- Tolva de alimentación: para el equipo usado en este trabajo, es un recipiente cilíndrico del mismo material que el cuerpo principal y en él se lleva a cabo el acondicionamiento de la pulpa antes de ingresar a este último.
- Válvula de flujo de pulpa de alimentación: es un dispositivo para controlar el flujo de pulpa mineral-agua que entra al cuerpo principal.

(f) Sistema de alimentación de aire

Este sistema permite el acceso de aire necesario al equipo de flotación y está constituido por los siguientes elementos:

- Compresor de aire: este se encarga de aportar el aire comprimido necesario para el proceso de flotación.

- Medidor de flujo de aire o rotámetro: este dispositivo permite medir y controlar el flujo de aire que ingresa a la columna de flot.
- Generador de burbujas o difusor de aire: es un elemento poroso que dispersa el aire y genera las burbujas requeridas en el proceso de flotación.

(g) Sistema de recolección de espuma

Esta parte de la columna de flotación permite el libre rebose de la espuma mineralizada y su forma y disposición canalizan dicha espuma hacia un recipiente acumulador. Este sistema está conformado por las partes que se indican a continuación:

- Colector de espuma: es un elemento que permite captar la espuma rebosada en el tope del cuerpo principal y la canaliza hacia un depósito o acumulador de espuma.
- Depósito de espumas: es un recipiente cuya función es contener y acumular la espuma mineralizada proveniente del colector mencionado anteriormente.

(h) Sistema de recolección de colas

Este componente de la máquina de flotación tiene la función de captar y acumular el producto no deseado de un proceso de flotación directa y el concentrado para un proceso de flotación indirecta. Las partes que constituyen el sistema de recolección de colas son:

- Colector de colas: está ubicado en la parte inferior del cuerpo principal, por debajo del difusor de aire, y su función es captar las colas que sedimentan del proceso de flotación.

- Válvula de salida de colas: este permite ajustar o regular la salida de las colas provenientes del colector mencionado anteriormente.
- Depósito de colas: es un recipiente destinado para la acumulación o depósito de las colas obtenidas de la flotación.

(i) Sistema de agua de lavado

Es un sistema de distribución de agua de lavado que cumple tres funciones fundamentales:

- Proporcionar el bias positivo, es decir, que el flujo global de agua dentro del cuerpo principal sea positivo. El flujo global de agua es definido como la diferencia entre la cantidad de agua que sale con las colas y la cantidad de agua que entra con la pulpa de alimentación.
- Mantener el nivel de la pulpa o la posición de la interface entre las zonas de recuperación y de limpieza. Por ejemplo, al incrementar el flujo de aire se disminuye el nivel de la pulpa y es necesario más líquido en la zona de colección, para compensar esto se puede aumentar el flujo de agua de lavado.
- Proporcionar el agua requerida en la zona de espuma para eliminar las partículas de ganga y el agua de la pulpa que son arrastradas por la corriente ascendente de burbujas de aire.

2.1.8 Zonas de la columna de flotación en marcha

En la columna de flotación, una vez puesta en funcionamiento, se pueden distinguir tres secciones o zonas principales (Azañero y otros, 2003):

(a) Zona de recuperación o de colección

Es la sección de la columna de flotación que se encuentra limitada en su parte superior por el punto de alimentación de la pulpa y en su parte inferior por el punto de descarga de las colas, en el caso de flotación directa (figura 9). En esta zona las partículas minerales introducidas al sistema en forma de pulpa se ponen en contacto con una corriente ascendente de burbujas de aire producidas por el difusor. Las partículas flotables (hidrofóbicas) chocan y se adhieren a las burbujas y son transportadas hasta la superficie de la pulpa. Mientras que las partículas no flotables (hidrofilicas) sedimentan en la base de la columna.

(b) Zona de limpieza

En esta zona la fase predominante es la espuma. Esta zona se encuentra por encima de la zona de colección y por debajo del sistema de distribución de agua de lavado (figura 9). Aquí las partículas de ganga que no se adhieren a las burbujas de aire pero que son arrastradas por la corriente ascendente de estas, son retornadas a la zona de recuperación. Esto se consigue mediante un sistema de lavado que se localiza por debajo de la superficie de la espuma.

(c) Zona de espuma

Es donde se forma la capa de espuma, misma que al rebosar por la parte superior del cuerpo principal pasa a formar parte del concentrado, en el caso de flotación directa. La espuma está formada por un agregado de burbujas de aire y partículas minerales que en su mayoría son hidrofóbicas. Algunos autores consideran esta zona como parte de la zona de limpieza. Esta zona y las anteriores se muestran en la figura 9.

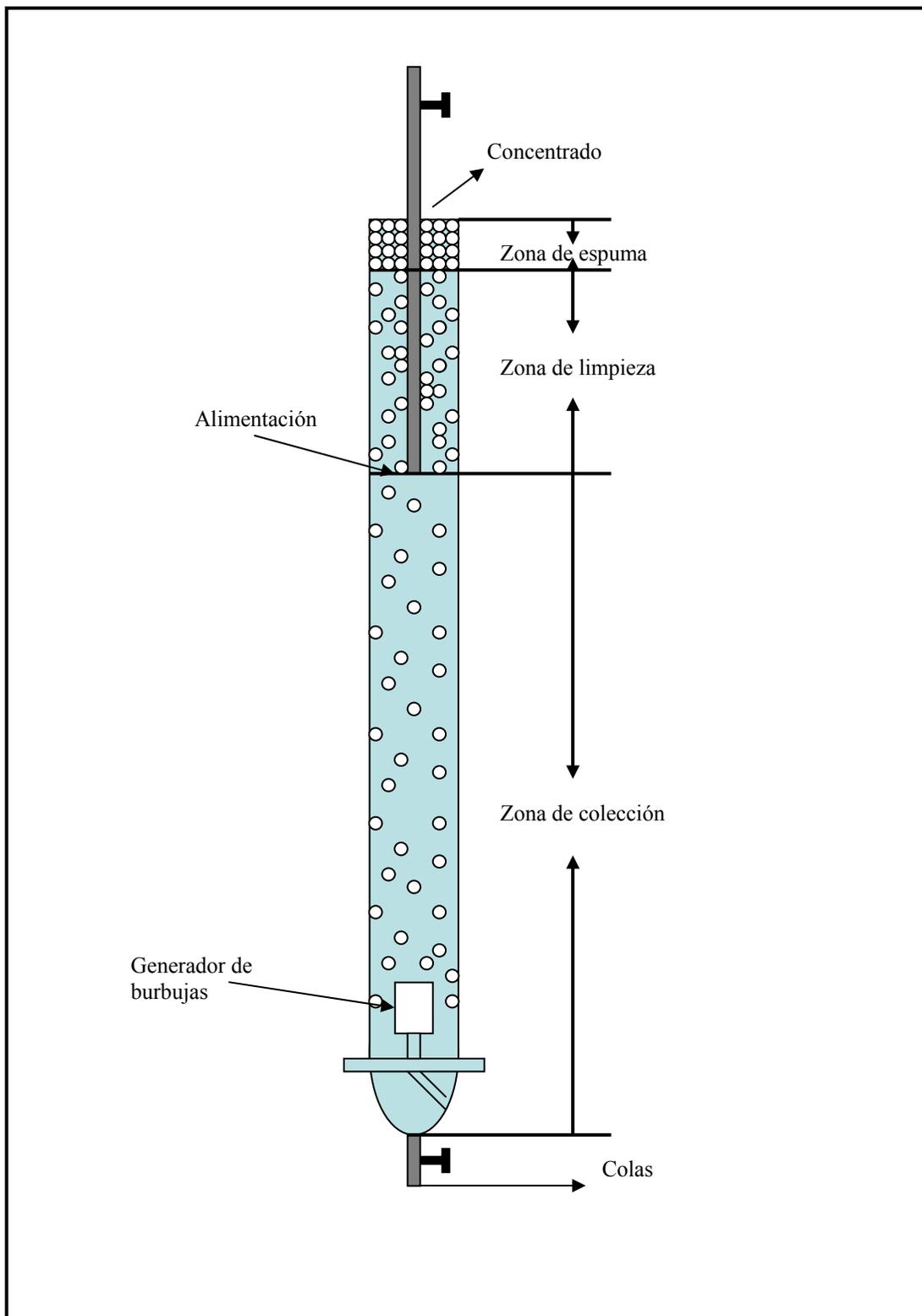


Figura 9. Zonas o secciones de la columna de flotación. Fuente: Tomado de Azañero y otros (2003).

2.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

2.2.1 Generalidades

En la industria es una práctica común realizar pruebas cambiando los materiales, métodos o condiciones de operación de un proceso con el fin de detectar y resolver o minimizar problemas de calidad. Estas pruebas normalmente se realizan sobre la marcha, a ensayo y error, apelando a la experiencia y la intuición. Sin embargo, en muchas situaciones no es suficiente aplicar la técnica de ensayo y error, por lo que es mejor proceder siempre de una forma eficaz que garantice la obtención de las respuestas a las interrogantes planteadas, en un lapso corto de tiempo y utilizando pocos recursos. Esta forma eficaz de proceder se logra aplicando el **diseño experimental**. Este consiste en planificar y realizar un conjunto de ensayos experimentales, de tal manera que los datos generados puedan analizarse estadísticamente para obtener conclusiones válidas y objetivas sobre el proceso.

En general, existen dos maneras básicas de obtener la información necesaria para mejorar un proceso: una es monitorear estadísticamente el proceso hasta observar señales útiles que permitan mejorarlo y la otra manera es experimentar, es decir, cambiar estratégicamente las condiciones del proceso para provocar las señales útiles. En este sentido, experimentar es mejor que sentarse a esperar a que el proceso nos indique por sí solo cómo mejorarlo, Gutiérrez y De La Vara (2004).

El conocimiento del diseño experimental y otras técnicas estadísticas combinado con el conocimiento del proceso, hacen que el experimentador sea un observador perceptivo y proactivo, que es capaz de ver algo interesante en el proceso donde otra persona no ve nada.

Gutiérrez y De La Vara también consideran que para fines prácticos, a la hora de aplicar un diseño experimental, es importante tener una visión clara del proceso o sistema que se va a estudiar. De esta manera, se puede simplificar el sistema e identificar los factores de proceso y las variables de respuesta involucradas en el, tal

como se ilustra en la figura 10. Las variables de respuesta son las características de calidad del producto del proceso y los factores son las variables que se investigan para saber cómo afectan a las variables de respuesta.

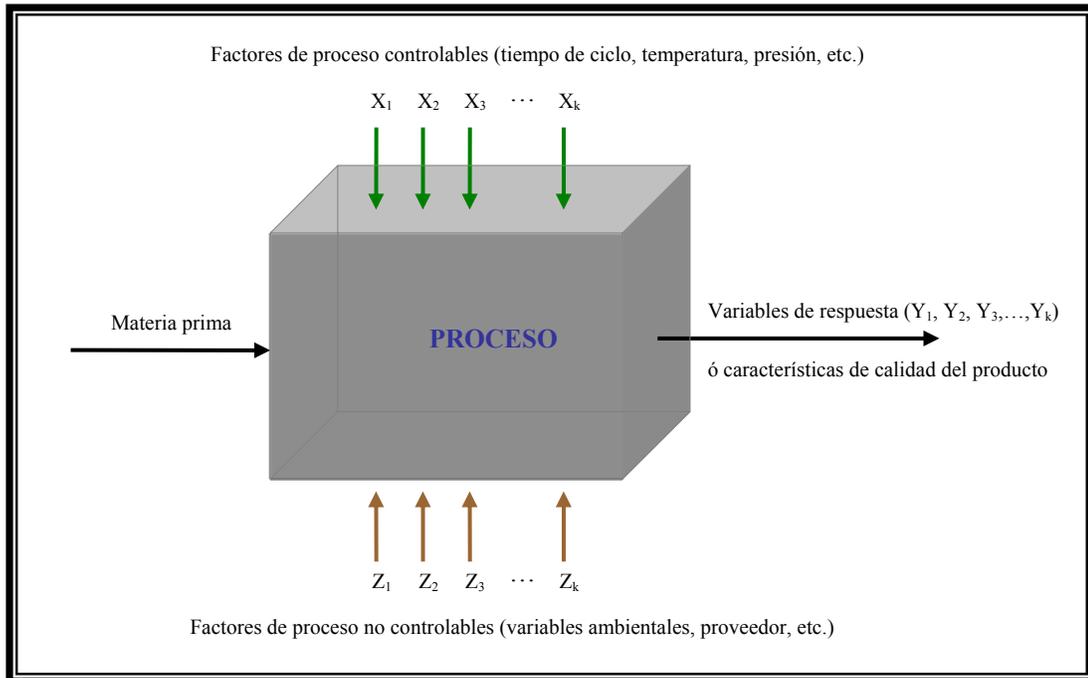


Figura 10. Ejemplo de factores de proceso y variables de respuesta para un sistema cualquiera. Fuente: Tomado de Gutiérrez y De la Vara (2004).

En diseño experimental es fundamental diferenciar claramente la región experimental de la región de operabilidad, ya que el punto óptimo de un proceso puede localizarse en cualquier lugar de la región de operabilidad, dentro o fuera de la región experimental. En procesos ya establecidos y muy estudiados, se espera que el punto óptimo se encuentre no muy lejos de las condiciones de operación usuales, posiblemente dentro de la región experimental. En cambio, cuando un proceso es nuevo o se está rediseñando, es más probable que dicho punto se ubique fuera de la región experimental inicial y en ese caso será necesario acercarse a él para luego atraparlo. En la figura 11 se muestran las regiones experimental y de operabilidad

para un sistema con tres factores de proceso (X_1 , X_2 y X_3) y en la figura 12 se muestra un ejemplo del mejor tratamiento y el punto óptimo para dos factores de proceso (X_1 y X_2):

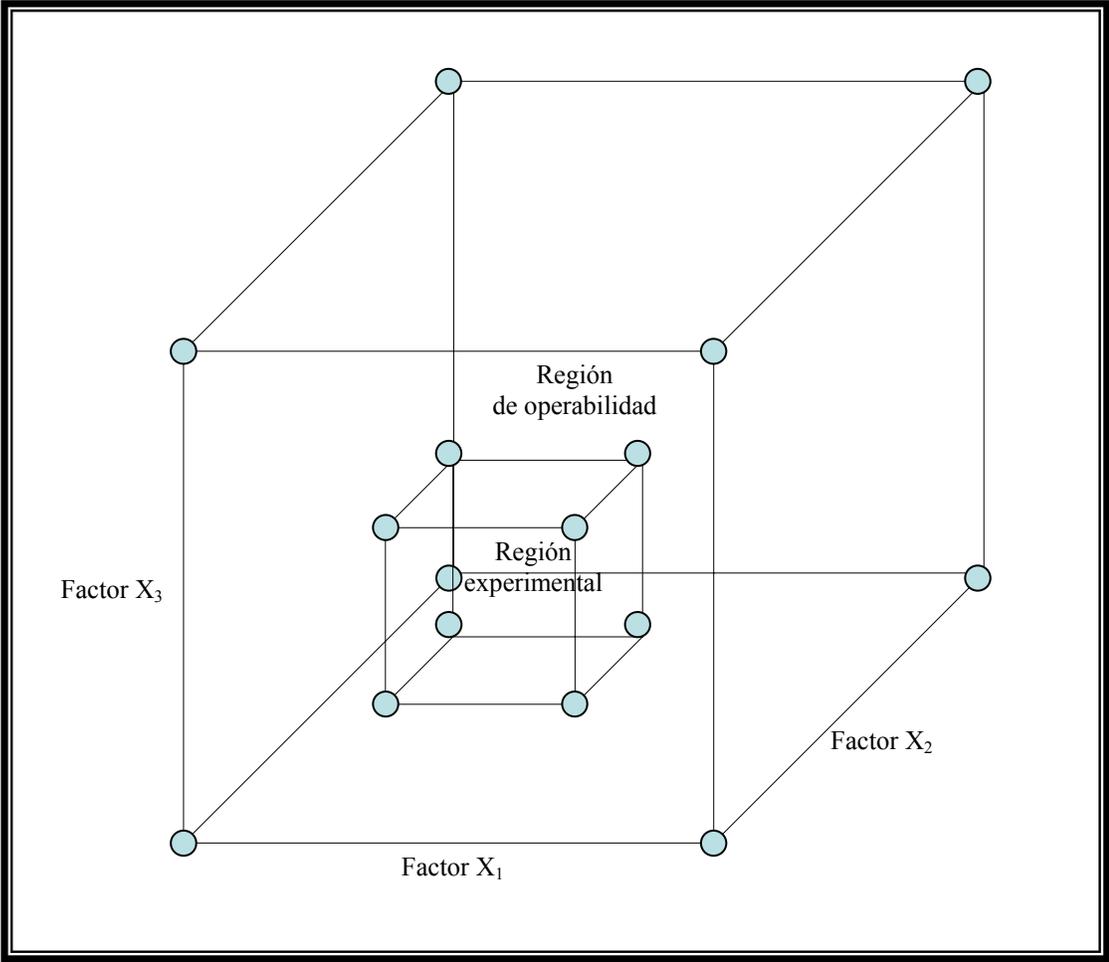


Figura 11. Ejemplo de regiones experimental y de operabilidad para tres factores de proceso. Fuente: Tomado de Montgomery (2007).

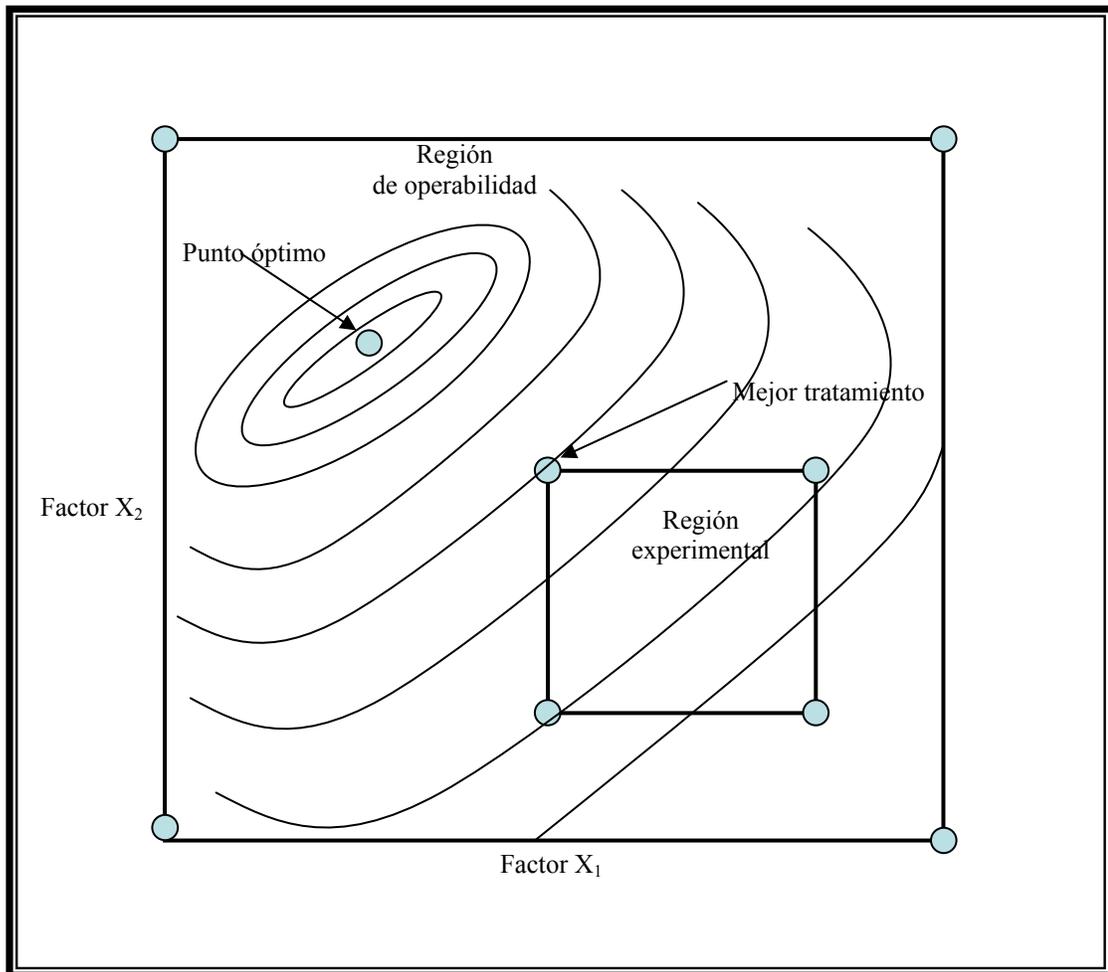


Figura 12. Ejemplo del tratamiento y el punto óptimo para dos factores de proceso. Fuente: Tomado de Gutiérrez y De la Vara (2004).

2.2.2 Etapas del diseño experimental

(a) Planeación

- Encontrar un problema de calidad que causa pérdidas importantes a la compañía o que es de interés para un investigador.
- Determinar cuáles factores deben estudiarse o investigarse, de acuerdo a la supuesta influencia que tienen sobre la respuesta.

- Elegir la o las variables de respuesta que serán medidas en cada punto de diseño y verificar que se mide de manera confiable.
- Seleccionar el diseño experimental de acuerdo a los factores que se tienen y al objetivo del experimento (tomando en cuenta el tiempo, el costo y la precisión deseada).
- Planificar y organizar el trabajo experimental.
- Realizar el experimento.

(b) Análisis

En esta etapa se debe determinar el modelo de análisis de varianza (Anova) o la técnica estadística que mejor describa el comportamiento de los datos.

(c) Interpretación

Aquí se debe ir más allá del análisis estadístico formal y se debe analizar con sumo detalle lo que ha pasado en el experimento para interpretarlo.

(d) Conclusiones finales

Aquí se debe decidir sobre qué medidas implementar para generalizar el resultado del estudio y para garantizar que las mejoras se mantengan. Además, se debe organizar una presentación para difundir los logros.

2.2.3 Principios del diseño experimental

(a) Aleatorización

Consiste en hacer corridas experimentales en orden aleatorio. Este principio aumenta la posibilidad de que el supuesto de independencia de los errores se cumpla.

(b) Repetición

Consiste en correr más de una vez un tratamiento o combinación de factores. Este principio permite distinguir mejor qué parte de la variabilidad total de los datos se debe al error aleatorio y cuál a los factores.

(c) Bloqueo

Consiste en nulificar o tomar en cuenta en forma adecuada todos los factores que puedan afectar la respuesta observada. Dicho de otra manera, el principio de bloqueo consiste en evitar cualquier tipo de sesgo que pueda afectar la comparación justa de los tratamientos.

2.2.4 Clasificación y selección de los diseños experimentales

En la selección de un diseño experimental, básicamente, influyen cinco aspectos importantes:

- El objetivo del experimento.
- El número de factores de proceso a estudiar.
- El número de niveles que se pueden probar en cada factor.
- Los efectos que interesan estudiar (relación factores-respuestas).
- El costo del experimento, el tiempo y la precisión deseada.

Estos cinco puntos son dependientes entre sí, por tanto, al cambiar cualquiera de ellos cambia el diseño experimental. El objetivo del experimento se ha utilizado como un criterio general de clasificación de los diseños experimentales, mientras que los otros cuatro puntos son útiles para subclasificarlos.

En la figura 13 se muestra la clasificación general de los diseños experimentales de acuerdo con su objetivo. Dentro de cada rama se pueden subclasificar de acuerdo al número de factores, al tipo de efecto que se pretende estudiar y según las restricciones existentes. En la misma figura se listan los diseños particulares más representativos de cada rama.

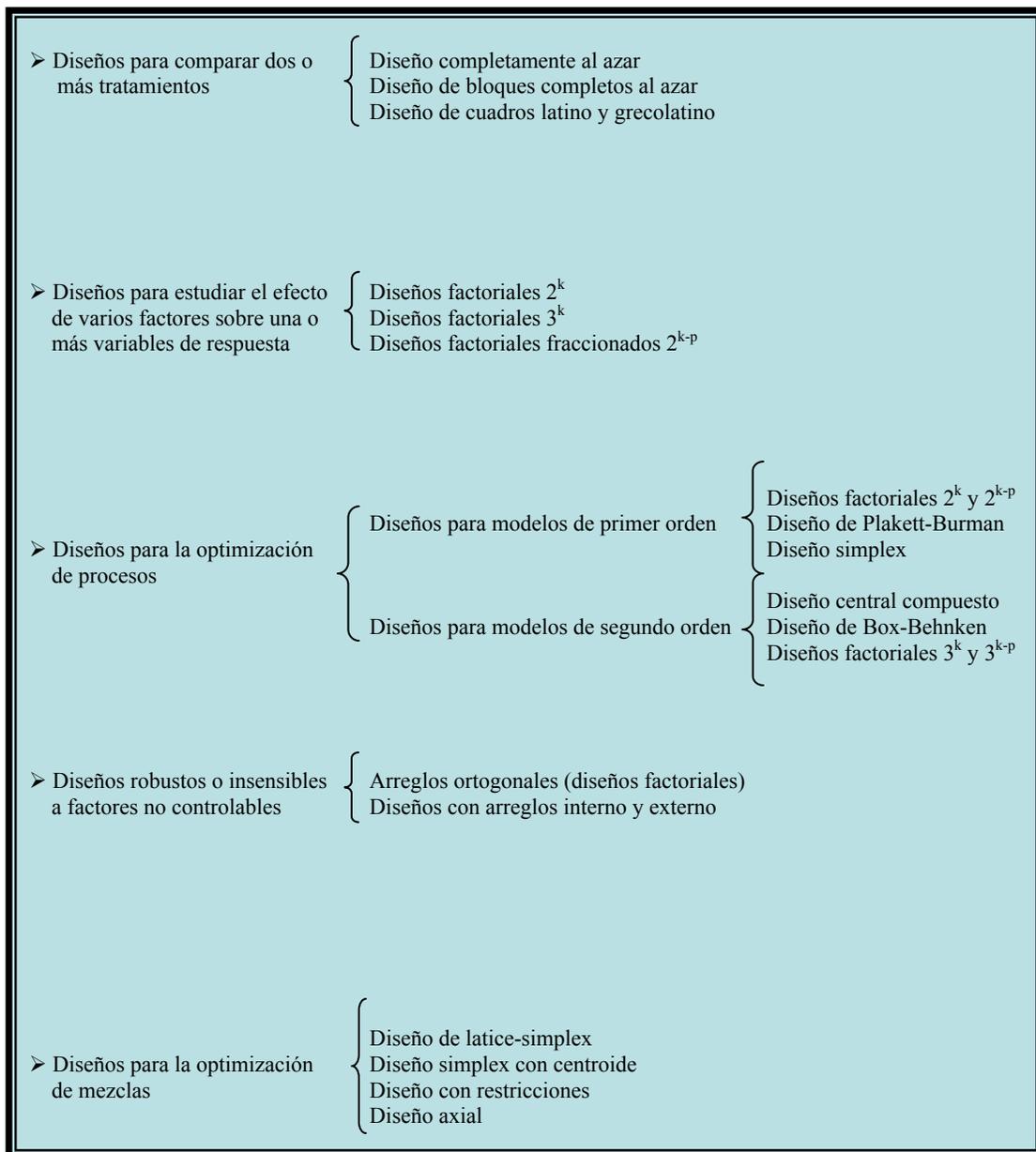


Figura 13. Clasificación general de los diseños experimentales. Fuente: Tomado de Gutiérrez y De La Vara (2004).

De acuerdo con el objetivo de este trabajo, sólo interesa estudiar en detalle el diseño factorial completo 2^k y el diseño central compuesto rotatable, ambos correspondientes al tipo de diseños más utilizados para optimizar procesos.

2.2.5 Diseños factoriales y sus ventajas

Son diseños experimentales que permiten estudiar, de manera simultánea, los efectos individuales y de interacción de varios factores sobre una o varias variables de respuesta. Esto es con el objetivo de encontrar mejores condiciones de operación de un proceso y de esta manera aumentar su rendimiento, Gutiérrez y De La Vara (2004). Los diseños factoriales son los más eficientes para el diseño de experimentos donde interesa estudiar los efectos de diversos factores sobre una variable de respuesta, Montgomery (2007). Las ventajas más importantes de estos diseños se indican a continuación:

- Son más eficientes que el tradicional experimento de mover un solo factor a la vez (que se utiliza cuando no se conoce el diseño experimental), ya que considera los efectos de interacción de factores y requiere un número menor de corridas.
- Se pueden aumentar para formar diseños compuestos, en caso de que se requiera una exploración más completa.
- Se pueden correr solo fracciones del diseño, siendo esto útil cuando se desea descartar los factores que no influyen mucho sobre la variable de respuesta.
- La interpretación y el cálculo de los efectos pueden hacerse con relativa facilidad.

2.2.6 Diseño factorial completo 2^k

Es una familia de diseños que consisten de k factores con dos niveles de prueba cada uno y 2^k tratamientos o puntos de diseño. En este tipo de diseño se pueden estudiar, en total, 2^{k-1} efectos: k efectos principales, $(k*(k-1))/2$ interacciones dobles, $k!/(3!*(k-3)!)$ interacciones triples y 1 interacción de los k factores, Gutiérrez y De La vara (2004).

El diseño factorial completo 2^k es muy útil en las etapas iniciales de un trabajo experimental, es decir, en los experimentos de tamizado o selección de factores. Puesto que sólo hay dos niveles para cada factor, se supone que la respuesta es aproximadamente lineal en la región experimental elegida. Este supuesto resulta razonable para rangos pequeños de niveles de los factores, Montgomery (2007).

2.2.7 Gráfico de Daniel para efectos (Daniel's plot)

Según Daniel (1959), si los efectos se grafican en papel de probabilidad normal (formato para visualizar si los datos siguen o no una distribución específica en un plano X-Y, donde una de las escalas es lineal y la otra es logarítmica), los que no son significativos seguirán una distribución normal con media igual a cero y varianza constante. Mientras que los efectos significativos se alejarán de la línea de normalidad y entre más se alejen, más importantes son. El gráfico de Daniel es útil para saber cuáles efectos están activos, es decir, que influyen sobre la variable de respuesta.

El papel de probabilidad normal también sirve para verificar el cumplimiento del supuesto de normalidad de los residuos. La gráfica de efectos en papel normal tiene un objetivo muy diferente a la gráfica de residuos, Gutiérrez y De La vara.

2.2.8 Diagrama de Pareto para efectos

Es un gráfico de barras que representa los efectos ordenados en forma descendente de acuerdo con su magnitud absoluta. Este gráfico es útil para apreciar la importancia relativa de cada uno de los efectos. Por lo tanto, lo más recomendable es utilizar ambos gráficos (Daniel y Pareto) para decidir cuáles efectos enviar al error.

2.2.9 ANOVA

Es una tabla de análisis de varianza que se construye a partir de cocientes de varianza, de allí su nombre. La idea general de esta técnica es descomponer la variación o variabilidad total de las observaciones experimentales en

sus dos componentes: variabilidad debida al modelo y variación debida al error aleatorio. Una tabla de anova proporciona los siguientes estadísticos:

- (a) Suma de cuadrados totales (SC_T).
- (b) Suma de cuadrados del modelo (SC_M).
- (c) Suma de cuadrados del error aleatorio (SC_E).
- (d) Cuadrados medios (CM).
- (e) Estadístico de prueba F.
- (f) Significancia predefinida (α).
- (g) Significancia observada o calculada (*p-value*).
- (h) Coeficiente de determinación (R^2).
- (i) Coeficiente de determinación ajustado (R^2_{aj}).
- (j) Error estándar de estimación (σ).
- (k) Media del error absoluto (mea).
- (l) Estadístico de prueba Durban-Watson.

2.2.10 Estudio de adecuación del modelo y verificación de supuestos

De acuerdo con Montgomery (2007), la descomposición de la variabilidad presente en las observaciones experimentales mediante el análisis de varianza (Anova) es netamente algebraica y muy útil en estadística. Sin embargo, la interpretación analítica de una tabla de Anova será confiable, solamente, si se cumplen los tres supuestos del modelo:

(a) Supuesto de normalidad

Un procedimiento extremadamente útil para la verificación del supuesto de normalidad es construir una gráfica de probabilidad normal de los residuales. Si el supuesto se satisface, esta gráfica tendrá la apariencia de una línea recta. Para visualizar esta línea, debe prestarse más atención a los valores centrales de la gráfica que a los valores extremos de la misma. Una anomalía muy común que suele manifestarse en la gráfica de probabilidad normal de los residuales es un residual que

es mucho más grande que cualquier otro y se denomina punto atípico o aberrante. La presencia de uno o más puntos atípicos puede introducir serias distorsiones en el análisis de varianza. Por lo tanto, debe investigarse atentamente su origen.

(b) Supuesto de varianza constante

Una verificación simple del supuesto de varianza constante es graficar los residuales contra los valores ajustados o predichos. Si el supuesto se satisface, esta gráfica no deberá mostrar ninguna tendencia o patrón obvio.

(c) Supuesto de independencia

La gráfica de los residuales contra el orden temporal de las corridas experimentales es útil para detectar correlaciones entre los residuales. En el caso de existir una correlación, se estaría violando el supuesto de independencia y sería difícil solucionarlo. La aleatorización adecuada del experimento es un paso importante para garantizar la independencia.

2.2.11 Metodología de superficie de respuesta (MSR)

Es una colección de técnicas matemáticas y estadísticas que se utiliza para el modelado y análisis de problemas, donde el objetivo es optimizar una o varias variables de respuesta influenciadas por diversos factores de proceso, Montgomery (2007). La MSR es una estrategia experimental de modelación y análisis que permite encontrar las condiciones óptimas de operación de un proceso, con el fin de mejorar la calidad de un producto, Gutiérrez y De La Vara (2004).

La MSR es un procedimiento secuencial, Montgomery (2007). En las etapas iniciales de un trabajo experimental, normalmente, las condiciones de operación actuales se encuentran lejos del punto óptimo de operación del proceso, por esto, el experimentador debe moverse de forma rápida y eficiente hasta la vecindad del punto óptimo. Esto se logra mediante el método del ascenso o descenso más pronunciado, según sea el caso. Cuando la región experimental se halla distante del punto óptimo,

se puede ajustar un modelo de primer orden como una aproximación de la superficie de respuesta real. Pero una vez que se haya llegado a la vecindad del punto óptimo, se debe utilizar un modelo de segundo orden para localizar dicho punto. En la figura 14 se ve que el análisis de una superficie de respuesta puede considerarse como el ascenso a una colina (donde el punto máximo está en la cima) o el descenso a un valle (donde el punto mínimo está en el fondo).

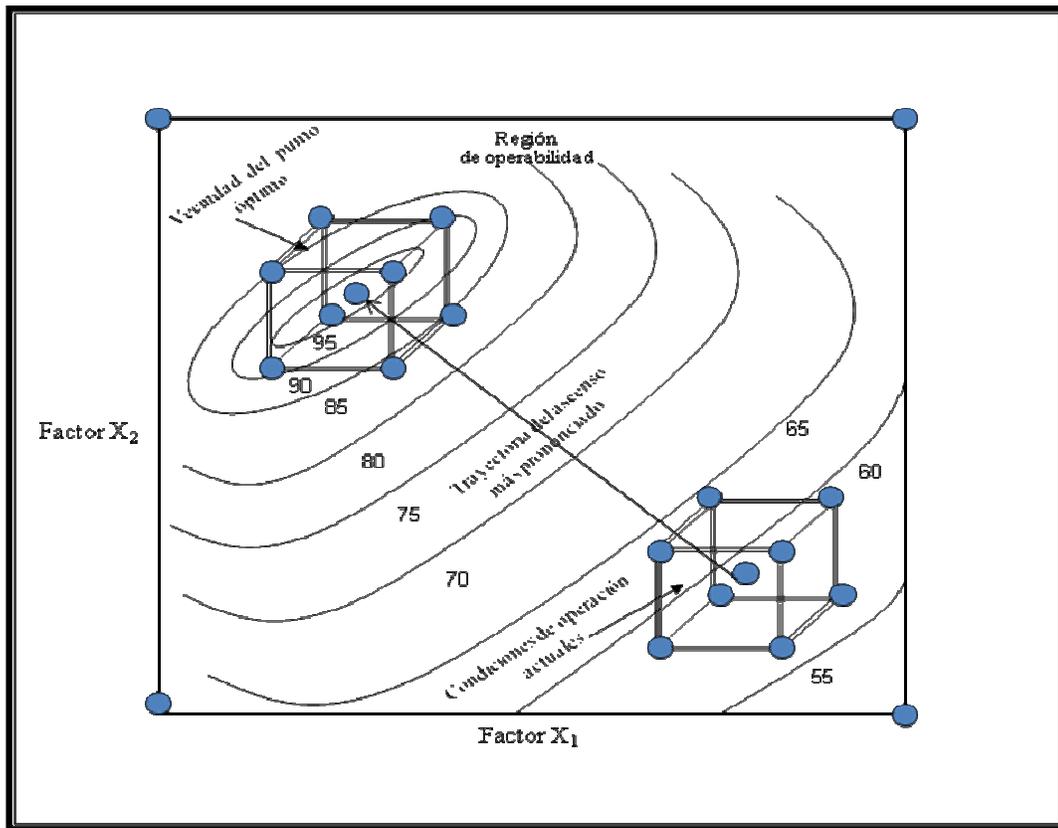


Figura 14. Característica secuencial de la MSR para dos factores de proceso. Fuente: Tomado de Montgomery (2007).

2.2.12 Modelos de regresión lineal

Son modelos matemáticos que permiten determinar la relación entre una variable dependiente (Y) y k variables independientes (X_1, X_2, \dots, X_k). Dichos modelos se ajustan a un conjunto de observaciones o datos muestrales, Montgomery

(2007). Gutiérrez y De La Vara (2004), consideran que los modelos de regresión lineal más comunes son los siguientes:

$$\text{Modelo de primer orden} \quad \rightarrow \quad Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i * X_i + \varepsilon_i$$

$$\text{Modelo de segundo orden} \quad \rightarrow \quad Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i * X_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} * X_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k \beta_{ij} * X_i * X_j + \varepsilon_i$$

donde β_0 : corte de la superficie generada con el eje Y; β_i : efecto principal del factor X_i ; β_{ii} : efecto cuadrático del factor X_i ; β_{ij} : efecto de interacción entre los factores X_i y X_j ; y ε : error aleatorio.

En general, se puede aplicar el método de mínimos cuadrados para estimar los parámetros (β_0 , β_i , β_{ii} y β_{ij}) del modelo de regresión lineal. La estimación de estos parámetros está dada por la siguiente ecuación en notación matricial:

$$\beta = (X' * X)^{-1} * X' * Y$$

donde X: matriz de diseño aumentada con una primera columna de unos, además de una columna por cada interacción o término cuadrático incluido en el modelo, generadas estas últimas a partir de multiplicar las columnas originales; Y: vector de los valores observados de la variable de respuesta.

Los modelos de regresión lineal de primer y segundo orden para dos o tres factores, gráficamente, representan una superficie tridimensional que describe el comportamiento de la respuesta de interés. Por esto, dicha superficie se denomina superficie de respuesta (SR). Además de la gráfica tridimensional, la gráfica de contornos de la SR resulta útil para visualizar la forma de la superficie y la dirección del ascenso o descenso más pronunciado, según sea el caso.

En la figura 15 se muestran cuatro SR graficadas a partir de un modelo de primer orden y tres modelos de segundo orden, considerando dos factores (X_1 y X_2) con diferentes niveles. La figura 15a representa un modelo de primer orden y se observa que su superficie es un plano. El resto de las figuras representan modelos de segundo orden que dan lugar a las tres formas básicas de SR: 15b superficie con máximo, 15c superficie con mínimo y 15d superficie con punto silla. La forma específica que toma la SR depende de los signos y magnitudes de los coeficientes en el modelo ajustado.

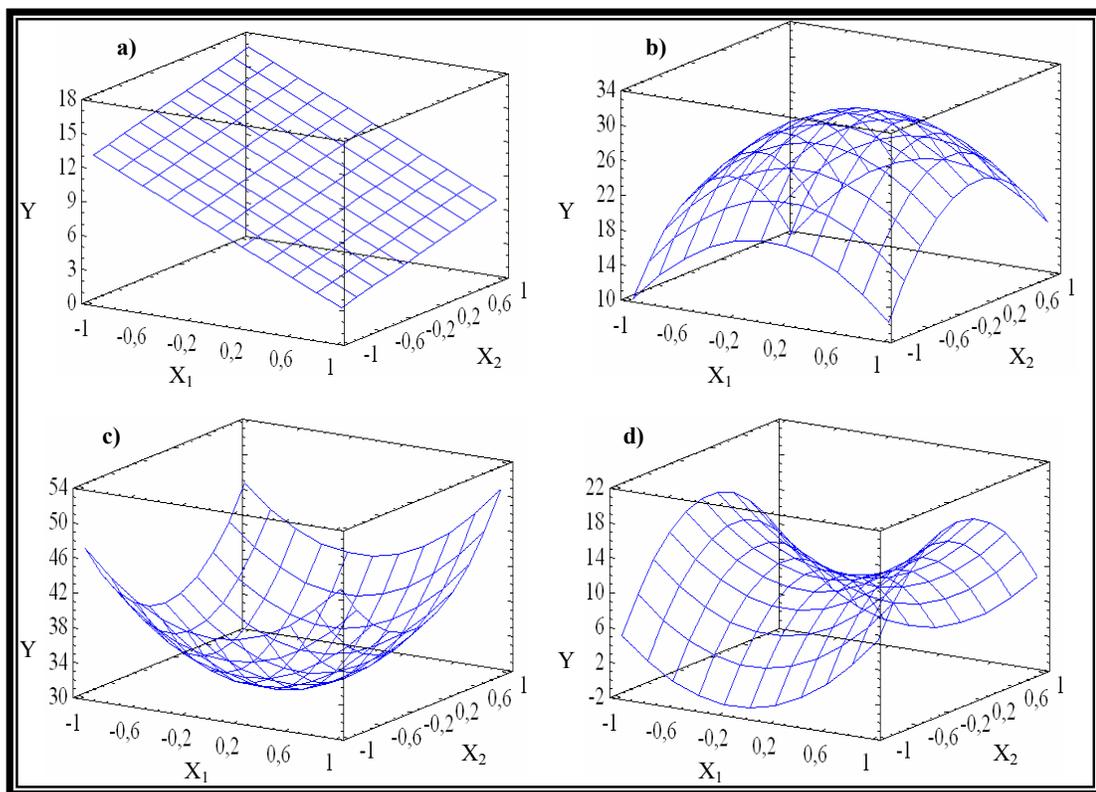


Figura 15. Superficies de respuesta: a) descrita por un modelo de primer orden. b), c) y d) descritas por modelos de segundo orden. Fuente: Tomado de Gutiérrez y De La Vara (2004).

Para más de dos factores, las SR no se pueden graficar completas de una sola vez, ya que se encuentran en cuatro o más dimensiones. Sin embargo, para tres factores se puede graficar la SR haciendo tres gráficas con dos factores a la vez,

dejando el tercero constante. Para cuatro o más factores serían demasiadas gráficas dos a dos y es mejor basarse en técnicas analíticas.

2.2.13 Modelo jerárquico

Es aquel modelo de regresión lineal que contiene todos los términos más simples que componen a los términos de mayor orden en el modelo.

En MSR se prefieren los modelos jerárquicos, puesto que tienen un comportamiento más estable y suave que facilita la exploración de las superficies que representan. Con estos modelos se procede a la etapa de optimización, siempre y cuando expliquen al menos el 70% de la variabilidad presente en los valores observados de la variable de respuesta.

2.2.14 Método del ascenso más pronunciado

Es un procedimiento para moverse secuencialmente sobre la trayectoria del ascenso más pronunciado, es decir, en la dirección en la cual la variable de respuesta se incrementa con mayor rapidez. Esta dirección coincide con la recta normal a los contornos de la superficie de respuesta ajustada y que pasa por el centro de la región experimental. Por lo tanto, los pasos sobre la trayectoria son proporcionales a los coeficientes de regresión ($\beta_0, \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k$). Pero, el tamaño real del paso lo determina el experimentador con base en el conocimiento del proceso o de otras consideraciones prácticas, Montgomery (2007).

Una vez definido el tamaño del paso, se realizan corridas sobre la trayectoria del ascenso más pronunciado hasta observar un decrecimiento en la variable de respuesta. Luego, se ajusta un nuevo modelo de primer orden y nuevamente se determina la trayectoria del ascenso más pronunciado. Finalmente, el experimentador llegará a las cercanías del punto óptimo y este hecho será evidenciado por la falta de ajuste del modelo de primer orden. En este momento se realizan experimentos adicionales para obtener una estimación más precisa del punto óptimo.

2.2.15 Diseños de superficie de respuesta (DSR)

El nombre de DSR se debe a que el objetivo es describir el comportamiento de la respuesta mediante un modelo de regresión lineal, y éste a su vez, representa una superficie sobre la región experimental, como en la figura 15 mostrada anteriormente. Según Gutiérrez y De La Vara (2004), los DSR se clasifican de acuerdo al orden del modelo que se va a utilizar, tal como se indica a continuación:

(a) Diseños de primer orden

Son aquellos en los que sólo importan los efectos principales y no existen efectos de interacción.

(b) Diseños de segundo orden

Son aquellos que permiten estudiar, además de los efectos lineales y de interacción, los efectos cuadráticos o de curvatura pura.

Algunas propiedades deseables en los diseños de superficie de respuesta son las siguientes:

- El diseño debe requerir un número mínimo de corridas experimentales ya que en cada prueba que se hace se gastan recursos.
- El diseño debe generar una distribución uniforme de la información sobre la región experimental o que al menos exista simetría de la información con respecto al centro del diseño.
- El diseño debe permitir que otros diseños de orden mayor puedan construirse a partir de él.
- El diseño debe proporcionar un estimador puro de la varianza del error, lo cual se logra con repeticiones, al menos en el punto central.

- El diseño debe permitir detectar la falta de ajuste del modelo.
- El diseño debe ser ortogonal, es decir, los coeficientes estimados en el modelo ajustado no deben estar correlacionados entre sí, lo que hace que el efecto de cada término se estime de manera más precisa.
- El diseño debe ser rotatable, es decir, la varianza de la respuesta estimada sobre un punto debe depender de la distancia de éste al centro del diseño y no de la dirección en la que se encuentra.

Un experimento es ortogonal si en la matriz de diseño todos los vectores columnas son independientes entre sí. Esto es importante, ya que permite que el efecto de cada término se estime con mayor precisión. También es importante la rotabilidad del diseño, porque asegura que, independientemente de la dirección en que se explore a partir del centro del diseño, la calidad de predicción es igual.

2.2.16 Diseño central compuesto (DCC)

De acuerdo con Montgomery (2007) y Gutiérrez y De La Vara (2004), es el diseño más utilizado debido a su gran flexibilidad y sus propiedades deseables: genera una distribución uniforme de la información sobre la región experimental, requiere un número mínimo de corridas experimentales, es muy flexible (se construye a partir de diseños más simples) y permite que otros diseños de orden mayor puedan construirse a partir de él, permite detectar la falta de ajuste del modelo y proporciona un estimador puro de la varianza del error.

El DCC se construye a partir de un diseño factorial completo 2^k (o fraccionado 2^{k-p}) agregando puntos sobre los ejes y al centro del diseño. Por consiguiente, el DCC se compone de tres tipos de puntos:

- ❖ Puntos factoriales, formados por una réplica de un diseño factorial (completo o fraccionado) en dos niveles.
- ❖ Puntos centrales, formados por n_0 puntos o repeticiones al centro del diseño, con n_0 mayor o igual a 1.
- ❖ Puntos axiales, formados por dos puntos sobre cada eje a una distancia “ α ” del origen. La manera en que se ensamblan y el DCC resultante se muestra en la figura 16, para 2 y 3 factores:

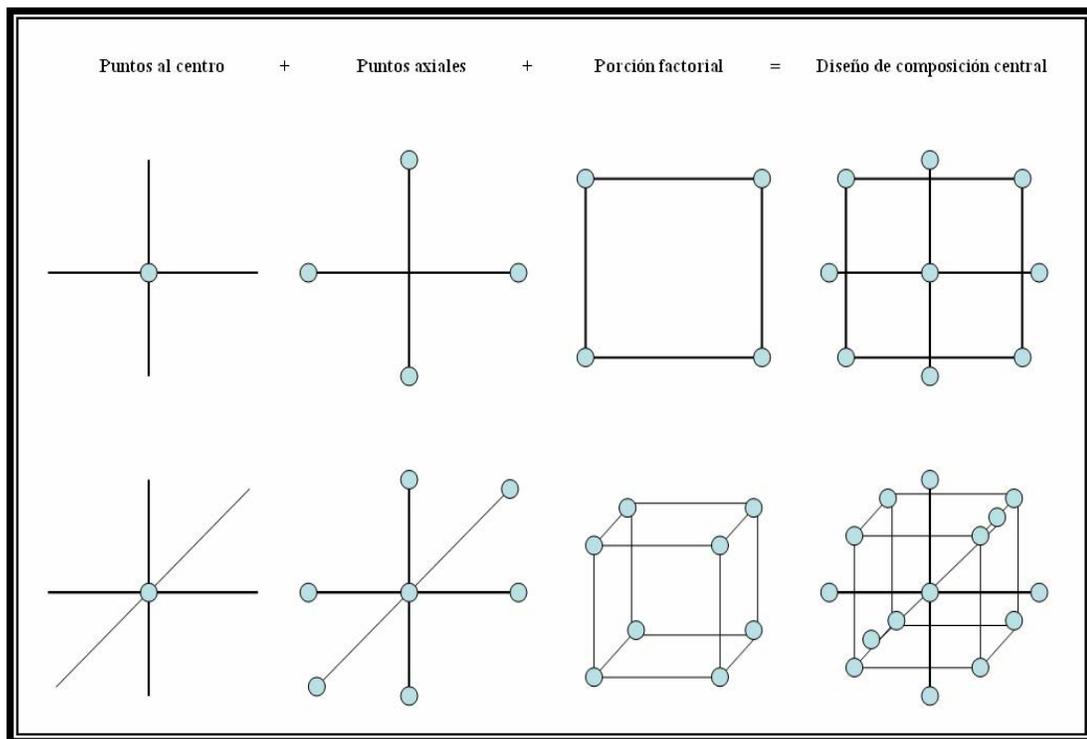


Figura 16. Representación de los tipos de puntos en los DCC para 2 y 3 factores. Fuente: tomado de Gutiérrez y de La Vara (2004).

El número total de corridas experimentales es $N=2^k+2k+n_0$. El número de corridas al centro (n_0) y la distancia de los puntos axiales (α) deben escogerse de

manera adecuada, dependiendo de las propiedades que se prefieran en el DCC, por ejemplo, si se quiere que el diseño sea rotatable (DCCR) se debe cumplir que:

$$\alpha = (F)^{1/4},$$

donde F es el número de puntos en la parte factorial, es decir, $F = 2^k$. En otro caso, si se desea que el DCC sea ortogonal se debe cumplir que:

$$\alpha = (((F*N)^{1/2} - F)/2)^{1/2}$$

Además, si se desea que el DCC sea ortogonal y rotatable, se deben cumplir las siguientes relaciones:

$$\alpha = (F)^{1/4} \quad \text{y} \quad n_0 = 4*F^{1/2} + 4 - F$$

2.3 ESTUDIOS ESTADÍSTICOS DE FLOTACIÓN DE GRAFITO

2.3.1 Aslan y otros (2008), aplicaron la metodología de superficie de respuesta (MSR) para optimizar la recuperación y el grado de concentración de grafito contenido en una muestra de roca grafitosa proveniente de la región de Demirkapi-Balikesir, Turquía. El diseño de superficie de respuesta utilizado en el estudio fue el diseño central compuesto rotatable (DCCR). La muestra de roca grafitosa contenía 71,2% de grafito puro y fue reducida de tamaño a menos de 106 μm , usando machacadoras de mandíbulas y molinos de bolas.

El grafito se flotó en una celda convencional aislada, marca Denver. En el diseño experimental realizado se consideraron cuatro parámetros de proceso: dosis de keroseno, dosis de silicato de sodio, velocidad de agitación y tiempo de limpieza. Estos parámetros se muestran en la tabla 2 con sus correspondientes niveles:

Tabla 2. Niveles codificados y reales de los parámetros de proceso

Parámetro de proceso	Símbolo	Nivel codificado				
		Nivel real				
		-2	-1	0	+1	+2
Dosis de keroseno (g/t)	X ₁	100	300	500	700	900
Dosis de silicato de sodio (g/t)	X ₂	100	200	300	400	500
Velocidad de agitación (rpm)	X ₃	500	750	1000	1250	1500
Tiempo de lavado (min)	X ₄	15	30	45	60	75

La relación entre cada una de las respuestas y los cuatro parámetros de proceso fue representada mediante un modelo matemático de segundo orden. Estos modelos se indican a continuación:

(1) Para el grado de concentración de grafito puro

$$Y_1 = 87.07 + 1.35X_1 + 0.29X_2 + 0.79X_3 + 1.05X_4 - 1.40X_1^2 - 0.16X_2^2 - 0.70X_3^2 - 0.29X_4^2 - 0.49X_1X_2 + 0.88X_1X_3 + 0.2X_1X_4 + 0.65X_2X_3 + 0.98X_2X_4 + 0.12X_3X_4$$

(2) Para la recuperación de grafito puro

$$Y_2 = 93.98 + 2.82X_1 - 0.15X_2 - 0.23X_3 - 0.41X_4 - 1.56X_1^2 - 1.44X_2^2 - 1.23X_3^2 - 1.17X_4^2 - 1.83X_1X_2 - 0.27X_1X_3 + 0.9X_1X_4 - 1.14X_2X_3 + 1.71X_2X_4 + 1.68X_3X_4$$

Cada modelo fue optimizado para maximizar las respuestas (grado de concentración y recuperación de grafito) en la región experimental estudiada. Las condiciones óptimas encontradas para cada respuesta se muestran en la tabla 3. Bajo estas condiciones, el modelo correspondiente predijo un grado de concentración del 94,9% y una recuperación del 96,4%, siendo estos valores más altos que cualquier valor obtenido en las corridas experimentales.

Tabla 3. Condiciones óptimas de operación para las dos variables de respuesta.

	Grado de concentración de grafito (%)	Recuperación de grafito (%)
Dosis de keroseno (gr/ton)	680	807
Dosis de silicato de sodio (gr/ton)	500	162
Velocidad de agitación (rpm)	1500	987
Tiempo de limpieza (min)	75	36

Las superficies de respuesta obtenidas en este estudio se graficaron considerando dos factores a la vez, tanto para el grado de concentración como para la recuperación de grafito puro. Dichas superficies graficadas se muestran en la figura 17 y 18:

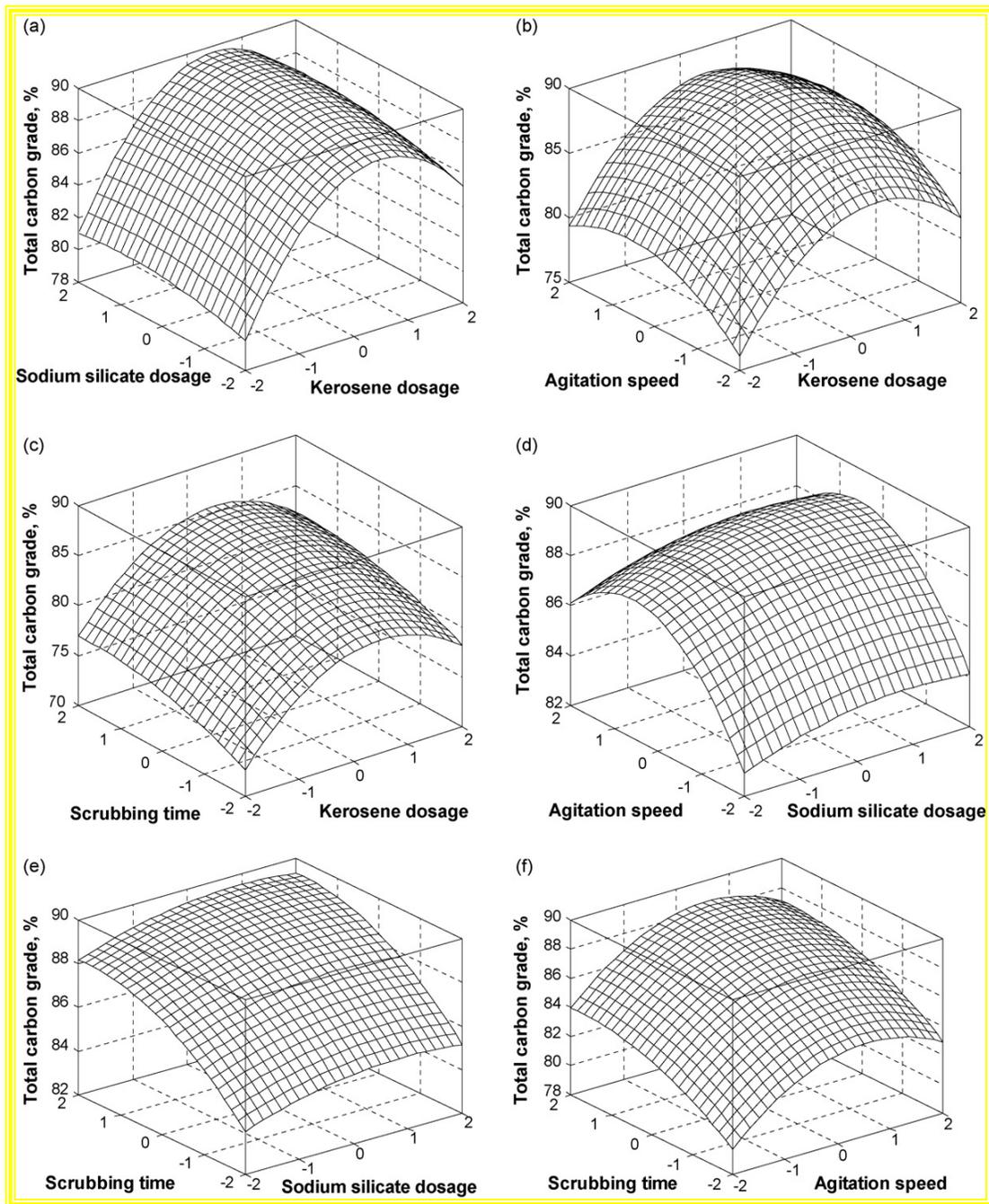


Figura 17. Superficies de respuesta considerando dos factores a la vez para el grado de concentración de grafito: (a) dosis de keroseno y silicato de sodio; (b) dosis de keroseno y velocidad de agitación; (c) dosis de keroseno y tiempo de lavado; (d) dosis de silicato de sodio y velocidad de agitación; (e) dosis de silicato de sodio y tiempo de lavado; (f) velocidad de agitación y tiempo de lavado. Fuente: Tomado de Aslan, Cifci y Yan (2008).

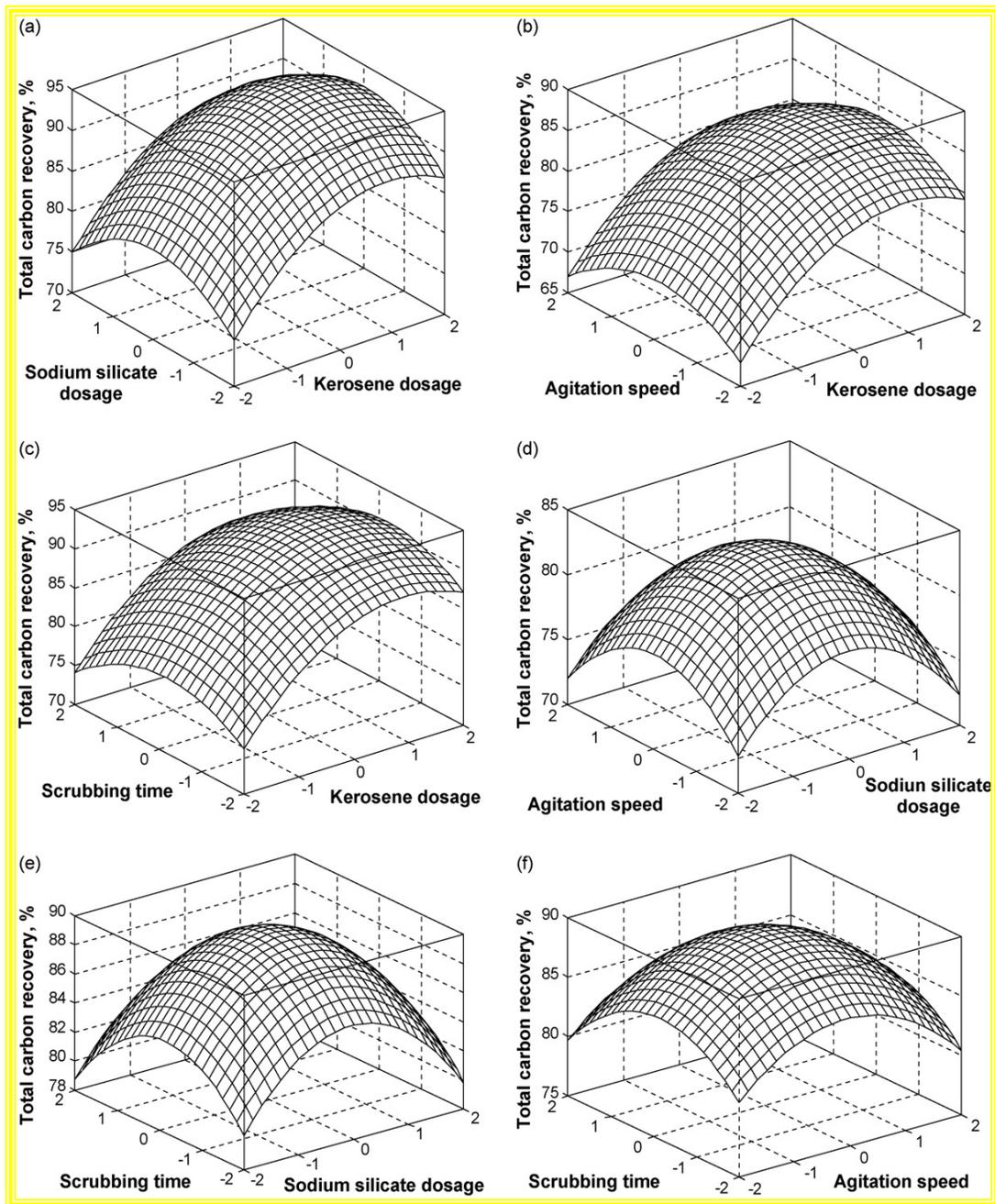


Figura 18. Superficies de respuesta considerando dos factores a la vez para la recuperación de grafito: (a) dosis de keroseno y silicato de sodio; (b) dosis de keroseno y velocidad de agitación; (c) dosis de keroseno y tiempo de lavado; (d) dosis de silicato de sodio y velocidad de agitación; (e) dosis de silicato de sodio y tiempo de lavado; (f) velocidad de agitación y tiempo de lavado. Fuente: Tomado de Aslan, Cifici y Yan (2008).

2.3.2 Aslan (2008), utilizó la metodología de superficie de respuesta (MSR) y el diseño central compuesto rotatable (DCCR) para la modelación y optimización del funcionamiento de un separador de multi-gravedad (SMG) para concentrar cromita, tal como se ilustra en la figura 22. La muestra de cromita usada en las pruebas fue tomada de la región de Kangal/Eskikoy, Turquía. Dicha muestra contenía 26,45% de Cr_2O_3 y fue reducida de tamaño a menos de 150 μm , usando machacadoras de mandíbulas y molinos de barras.

En el diseño experimental realizado se variaron tres parámetros de proceso: velocidad del tambor, ángulo de inclinación y velocidad del agua de lavado. Estos parámetros se muestran en la tabla 4 con sus correspondientes niveles:

Tabla 4. Niveles codificados y reales de los parámetros de proceso

Parámetro de proceso	Símbolo	Nivel codificado				
		-2	-1	0	+1	+2
Velocidad del tambor (rpm): V_t	X_1	133	150	175	200	217
Ángulo de inclinación ($^\circ$): a	X_2	1,6	3	5	7	8,4
Velocidad agua de lavado (lpm): V_a	X_3	1,3	2	3	4	4,7

Se realizaron 20 pruebas experimentales variando las condiciones de operación del proceso. Estas corridas con sus correspondientes valores observados, se muestran en tabla 5:

Tabla 5. Corridas experimentales con sus correspondientes valores observados

Corrida	Nivel de factor codificado			Nivel de factor real			Valores observados		
	N°	X ₁	X ₂	X ₃	Vt (rpm)	a (°)	Va (lpm)	Grado (%)	Recuperación (%)
1		-1	-1	-1	150	3	2	45.05	68.07
2		+1	-1	-1	200	3	2	38.60	94.19
3		-1	+1	-1	150	7	2	50.78	47.77
4		+1	+1	-1	200	7	2	43.09	76.45
5		-1	-1	+1	150	3	4	50.82	73.09
6		+1	-1	+1	200	3	4	42.40	75.74
7		-1	+1	+1	150	7	4	48.33	89.53
8		+1	+1	+1	200	7	4	37.29	92.04
9		0	0	0	175	5	3	44.10	69.41
10		0	0	0	175	5	3	42.86	71.83
11		0	0	0	175	5	3	43.45	69.07
12		0	0	0	175	5	3	44.20	70.40
13		0	0	0	175	5	3	45.61	71.09
14		0	0	0	175	5	3	44.03	70.58
15		-1.682	0	0	133	5	3	51.77	54.19
16		+1.682	0	0	217	5	3	35.93	86.03
17		0	-1.682	0	175	1.6	3	42.97	84.80
18		0	+1.682	0	175	8.4	3	46.04	81.40
19		0	0	-1.682	175	5	1.3	43.20	73.35
20		0	0	+1.682	175	5	4.7	48.94	93.08

Las relaciones entre las dos respuestas y los tres parámetros de proceso fueron representadas mediante modelos matemáticos de segundo orden. Estos modelos se indican a continuación:

(a) Para el grado de concentración de cromita

$$Y_1 = 44.05 - 4.41X_1 + 0.57X_2 + 0.80X_3 + 0.13X_1^2 + 0.10X_2^2 + 0.65X_3^2 - 0.48X_1X_2 - 0.67X_1X_3 - 2.23X_2X_3$$

(b) Para la recuperación de cromita

$$Y_2 = 70.47 + 8.31X_1 - 0.81X_2 + 5.65X_3 - 0.57X_1^2 + 4.02X_2^2 + 4.07X_3^2 + 0.30X_1X_2 - 6.21X_1X_3 + 8.85X_2X_3$$

Cada modelo fue optimizado para maximizar las respuestas en la región experimental estudiada. Bajo las condiciones óptimas, los modelos predijeron un grado de concentración del 52,77% y una recuperación del 95,19%, siendo estos valores más altos que cualquier valor obtenido en las corridas experimentales. El diseño y el análisis de las pruebas experimentales se llevaron a cabo utilizando el programa matemático Matlab 7.1. Para interpretar con mayor facilidad la relación entre las variables de proceso y las respuestas los modelos fueron presentados como gráficos tridimensionales de la superficie de respuesta. Este estudio ha demostrado que la MSR y el DCCR podrían eficientemente ser aplicados para el modelado del proceso de concentración de la cromita y es una manera económica de obtener la cantidad de información máxima en un corto período de tiempo y con un menor número de experimentos.

Las superficies de respuesta obtenidas en este estudio se graficaron en 3D considerando dos factores a la vez, tanto para el grado de concentración como para la recuperación de cromita. Las superficies correspondientes al grado de concentración y a la recuperación de cromita se muestran en la figura 19:

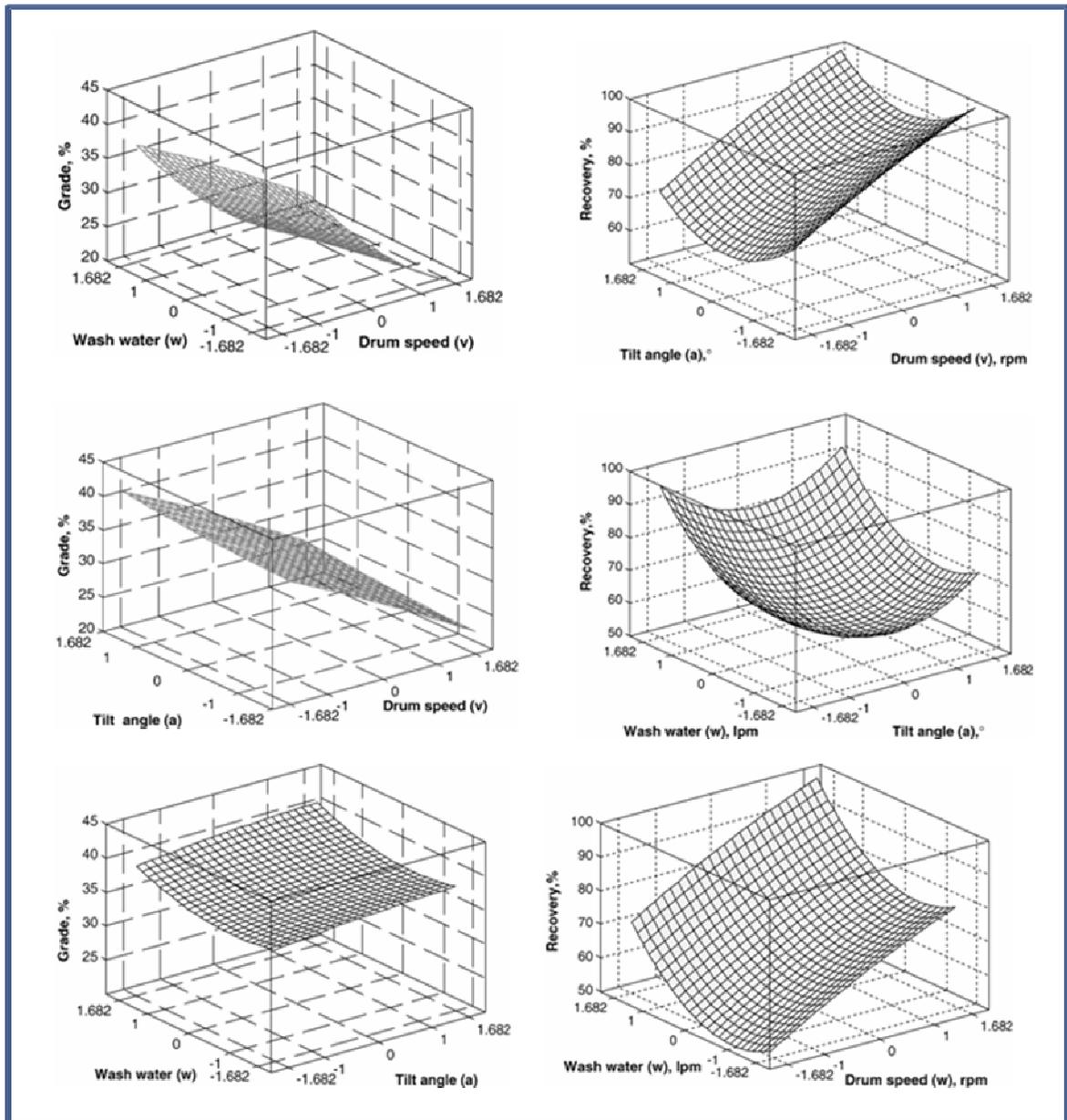


Figura 19. Superficies de respuesta correspondientes al grado de concentración y a la recuperación de cromita. Fuente: Tomado de Aslan (2008).

Los autores de los dos trabajos de investigación descritos anteriormente concuerdan en que la metodología de superficie de respuesta (MSR) y el diseño central compuesto rotatable (DCCR) son muy útiles para la modelación y la optimización del grado de concentración y la recuperación de minerales mediante flotación, incluyendo el grafito.

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN

3.1 Tipo de investigación

El presente trabajo de investigación es del tipo exploratorio y correccional. Exploratorio porque la optimización de la recuperación de grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes, mediante el método de flotación en columna, constituye un tema o tópico muy poco estudiado, sobre todo en Venezuela. Y correlacional porque el estudio involucra la determinación de la relación que existe entre tres factores de proceso (granulometría de mineral, dosis de colector y dosis de espumante) y dos variables de respuesta (grado de concentración y recuperación de grafito).

3.2 Diseño de investigación

En el trabajo de investigación se manipularon tres factores de proceso o variables independientes (granulometría de mineral, dosis de colector y dosis de espumante) para analizar los efectos que dichos factores producen sobre dos variables dependientes o de respuesta (grado de concentración y recuperación de grafito). Por lo tanto, el trabajo se llevó a cabo mediante un diseño de investigación del tipo experimental puro.

3.3 Población y muestra

La población tomada en cuenta para llevar a cabo el trabajo de investigación está conformada por el gneis cuarzo-feldespático-grafitoso presente en el depósito mineral del cerro Osumita, estado Cojedes. La muestra representativa de esta población está constituida por 2,5 ton de suelo y roca grafitosa extraídas en diferentes puntos de la zona mineralizada.

3.4 Muestreo

Las muestras representativas de roca grafitosa utilizadas en las corridas experimentales fueron tomadas en el cerro Osumita, estado Cojedes, por la Corporación de Desarrollo de la Región Central (CORPOCENTRO). El muestreo se llevó a cabo en una superficie de 1 Km² de área, aproximadamente. Para acceder a esta área se construyeron picas y se utilizaron vehículos rústicos. Para ejecutar la toma de muestra se excavó la roca in situ y se fragmentaron algunos cantos rodados presentes en la zona, usando una excavadora y varias herramientas de trabajo tales como piquetas, picos y palas. Finalmente, se recolectaron alrededor de 2,5 ton de muestra de roca grafitosa y se introdujeron en sacos de nylon para ser transportadas hasta el laboratorio de Preparación y Concentración de Minerales de la Escuela de Metalurgia de la FI-UCV.

CAPÍTULO IV

DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 Preparación de la muestra

En el laboratorio de Preparación y Concentración de Minerales, del Departamento de Minas, se recibieron 3 toneladas de muestra de suelo grafitoso proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes. Esta muestra fue preparada mediante el siguiente procedimiento:

4.1.1 Secado de la muestra

La muestra de suelo grafitoso estaba muy húmeda y presentó problemas para ser cuarteada, analizada y reducida de tamaño, por esto, fue sometida a una operación de secado previo. Esta operación se llevó a cabo calentando una plancha metálica sobre la cual se colocó el material húmedo, tal como se aprecia en la figura 20. El material se secó (figura 21 y 22) durante un tiempo comprendido entre 40 y 50 min.



Figura 20. Muestra de suelo grafitoso húmedo proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.



Figura 21. Secado de la muestra de suelo grafitoso sobre una plancha metálica.



Figura 22. Muestra de suelo grafitoso secada.

4.1.2 Cuarteo de la muestra

Una vez secada y enfriada a temperatura ambiente, la muestra de suelo grafitoso fue cuarteada para obtener 200 Kg de material representativo. Este material, a su vez, se cuarteó para obtener sólo 30 Kg de muestra necesarios para realizar el trabajo experimental. El cuarteo se llevó a cabo mediante la técnica manual, cono y cuarteo, y se ejecutó en los siguientes pasos (figura 23):

- 1) El material se apiló, formando un cono (figura 23a).
- 2) El cono se aplanó, formando una torta (figura 23b).
- 3) La torta se dividió en cuatro partes iguales (figura 23c).
- 4) Se tomaron dos partes opuestas de la torta y se descartaron las otras dos (figura 23d).
- 5) Los pasos 1), 2), 3) y 4) se repitieron hasta obtener la cantidad de muestra necesaria.



Figura 23. Muestreo manual, cono y cuarteo, del material mineralizado.

4.2 Caracterización de la muestra antes de la preparación mecánica

Antes de someter la muestra de suelo grafitoso a los procesos de preparación y concentración de minerales, se procedió a caracterizarla mediante la siguiente descripción y análisis:

4.2.1 Descripción macroscópica

Esta descripción se basó en la observación directa de una muestra representativa del suelo grafitoso recibido en el laboratorio. De acuerdo con lo observado, la muestra era de color gris claro y generalmente estaba meteorizada, tornándose rojiza debido a la presencia de óxidos de hierro (ver figura 24). Su tamaño y forma de grano eran de fino a medio y amorfa, respectivamente. Era una roca muy blanda con abundante foliación esquistosa. Además, en ella se identificaron algunos minerales tales como micas, cuarzo, plagioclasa y grafito amorfo (figura 24).



Figura 24. Muestra de suelo grafitoso (roca blanda) proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.

4.2.2 Análisis granulométrico

Para conocer el tamaño de los granos y su distribución dentro de la muestra de suelo grafitoso, antes de prepararla mecánicamente, se midieron las dimensiones de

los fragmentos de roca blanda contenidos en ella y se tamizaron 2,56 Kg de muestra representativa. Para esto se utilizaron siete tamices circulares de la serie A.S.T.M. con mallas: 1 $\frac{3}{4}$ "², $\frac{3}{4}$ "², #8, #16, #40, #80 y #100. Estos tamices fueron colocados en un Ro-Tap durante 5 minutos, tal como se muestra en la figura 25.



Figura 25. Tamizaje de una muestra representativa del suelo grafitoso proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes.

4.3 Trituración primaria

Una vez caracterizada, la muestra de suelo grafitoso fue reducida de tamaño, usando dos trituradoras de mandíbulas. Las dimensiones de la boca de admisión de la primera trituradora empleada (figura 26a) eran 20cmx25cm y las dimensiones de salida o descarga eran 2cmx3cm. Mientras que para la segunda trituradora usada (figura 26b) eran 8cmx12cm y 1cmx2cm, respectivamente. Estos equipos se pueden observar en la figura 26.

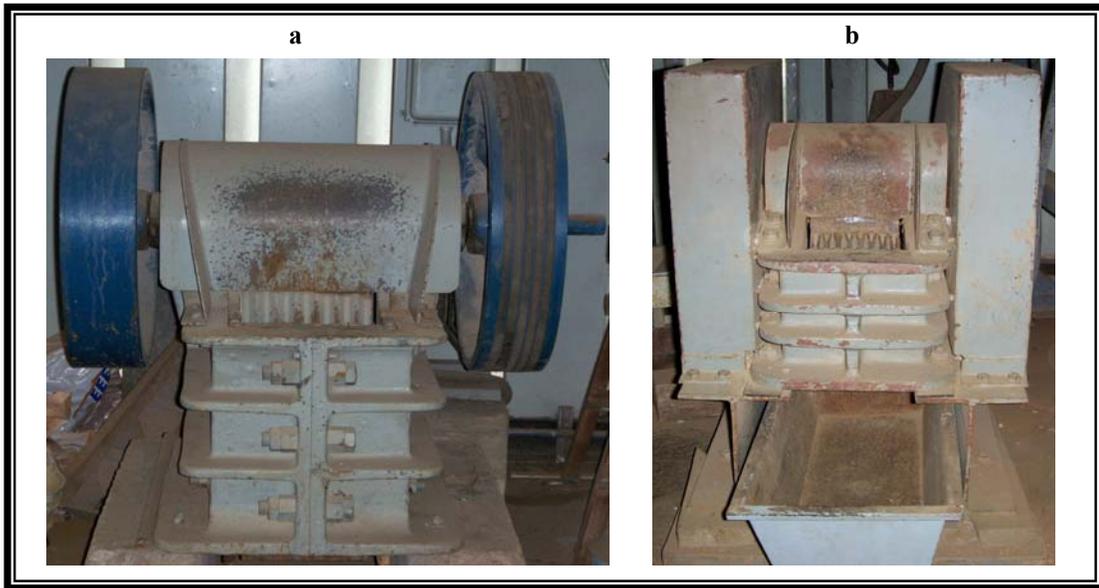


Figura 26. Trituradoras de mandíbulas utilizadas en el laboratorio: a) Dimensión de entrada de 20cmx25cm y b) Dimensión de entrada de 8cmx12cm.

4.4 Trituración secundaria

Para continuar con la operación de reducción de tamaño, el mineral quebrantado se hizo pasar por una trituradora de rodillos con una separación de 3 mm entre rodillos. Luego, se realizó una segunda pasada del mineral a través de la misma trituradora, pero esta vez con una separación de 1 mm entre rodillos. En la figura 27 se muestra la trituradora de rodillos utilizada en el laboratorio.

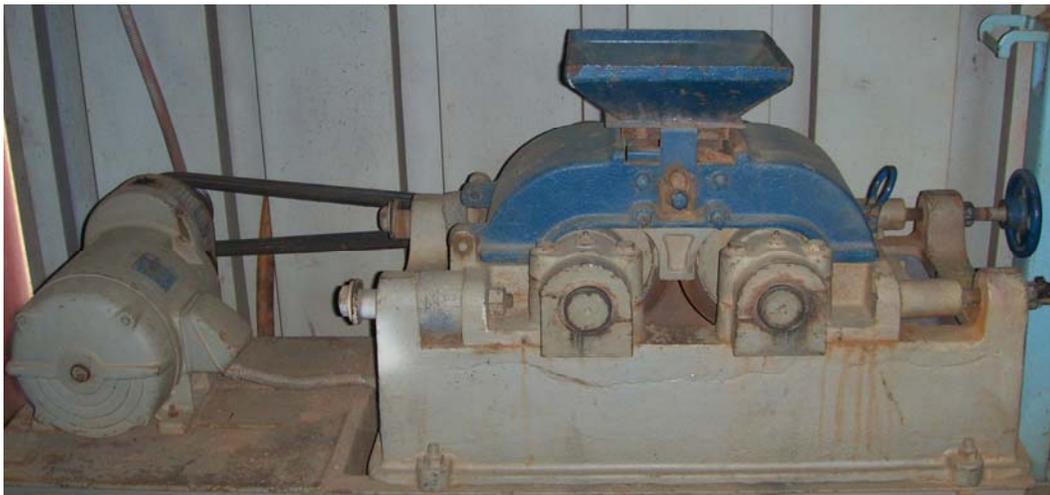


Figura 27. Trituradora de rodillos utilizada en el laboratorio.

4.5 Molienda

Mediante esta operación mecánica, el producto descargado por la trituradora de rodillos fue molido durante 10 min, usando un molino de barras y una bancada Galigher sobre la cual se puso a gira el molino. En la figura 28 se muestra el molino y la bancada utilizados en el laboratorio.



Figura 28. Molino de barras y bancada Galigher utilizados en el laboratorio.

4.6 Caracterización de la muestra después de su preparación mecánica

Luego de someter la muestra de suelo grafitoso, proveniente del cerro Osumita, al proceso de fragmentación o preparación mecánica, se procedió a caracterizarla nuevamente mediante los siguientes análisis:

4.6.1 Análisis granulométrico

Este análisis se ejecutó nuevamente sobre la muestra de suelo grafitoso con el fin de conocer su distribución granulométrica, una vez triturada y molida. Esta operación se efectuó de forma análoga al análisis granulométrico practicado sobre la muestra antes de su preparación mecánica.

4.6.2 Análisis químico de carbono

Este análisis se llevó a cabo para determinar el porcentaje de carbono (%C) presente en la muestra cabeza, en el concentrado y en las colas. En cada caso, el mineral se homogenizó y se tomó 0,200 gr para el análisis, el cual se ejecutó utilizando un equipo analizador de carbono, marca Leco CS-200. Este equipo era semejante al mostrado en la figura 29.



Figura 29. Ejemplo de un equipo Analizador de Carbono Leco CS-200.

4.7 Estudios previos

Algunos datos sobre la muestra cabeza fueron tomados, tal cual, de estudios previos (antecedentes) realizados por otros profesionales (Briceño y Salazar, 1999, Di Yorio y otros, 1998, Sánchez, 1999). Los datos utilizados en este trabajo se indican a continuación:

4.7.1 Análisis petrográfico

La roca grafitosa foliada, parcialmente replegada y meteorizada estaba compuesta por abundante cuarzo, de grano fino a medio, muy deformado; abundante

plagioclasa, sericita, micas y grafito diseminado en forma de escamas orientadas, (CORPOCENTRO, 2003).

4.7.2 Análisis de liberación

Di Yorio y otros (1998), sugieren que la muestra cabeza debe estar molida a tamaños inferiores a 0,5 mm (malla 40) para obtener una mejor calidad del concentrado de grafito producido en la flotación. En base a este dato, se decidió tomar la malla 100 como corte granulométrico ya que en este trabajo interesa estudiar la recuperación del grafito, considerando el tamaño de grano más grueso posible y de esta forma disminuir el costo de la preparación mecánica (trititación y molienda).

4.7.3 Análisis químico

De acuerdo con el estudio realizado por CORPOCENTRO (2003), la composición mineralógica de la roca grafitosa era principalmente cuarzo, entre 47 y 63%, plagioclasa, entre 20 y 50%, sericita y micas, entre 10 y 15%, y grafito diseminado, entre 5 y 18%.

4.7.4 Difracción de rayos X

Según el estudio hecho por Martínez y otros (2003), la roca mineralizada contiene un grafito altamente estructurado y organizado: perfecta definición de los picos y alta resolución del pico de difracción 002 del grafito, a un ángulo 2θ de $26,3^\circ$ (ver figura 30). Este valor corresponde a una distancia interatómica de 3,36 Å. Por tanto, la roca grafitosa del cerro Osumita corresponde a un grafito bien cristalizado.

4.7.5 Estudio de moliendabilidad

Inicialmente, se iba a calcular el tiempo de molienda necesario para obtener entre 90 y 100% de mineral pasante acumulado de la malla 40, aplicando el método de Gaudin-Schuman. Para esto se iban a realizar tres ensayos de molienda con 10, 15 y 20 min (a 102 rpm). Pero, con el primer ensayo de molienda (de 10 min) se obtuvo la granulometría deseada.

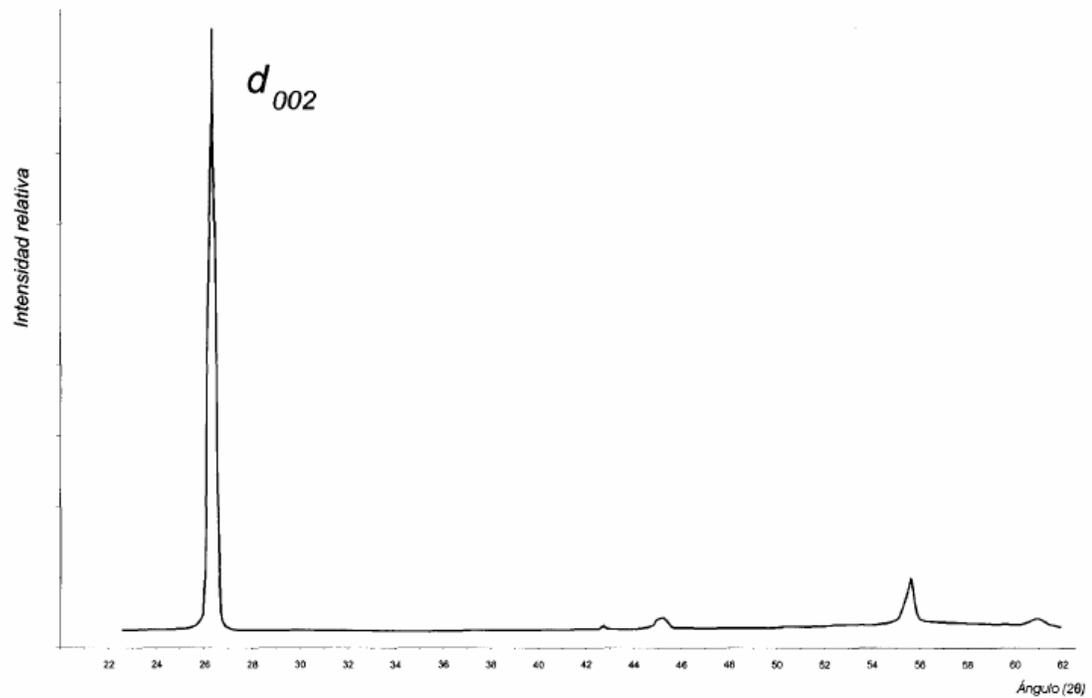


Figura 30. Diffractograma del grafito del cerro Osumita. Fuente: Tomado de Martínez y otros (2003).

4.8 Diseño experimental

(a) Variable de respuesta de interés en las corridas experimentales:

- ❖ Recuperación de grafito (%).

(b) Variables de proceso que se van a mantener constantes en las corridas:

- ❖ pH.
- ❖ Tiempo de flotación (min).
- ❖ Flujo de aire (lts/seg).
- ❖ Densidad de pulpa mineral (gr/cm^3).
- ❖ Tiempo de acondicionamiento (min).
- ❖ Porcentaje de sólidos en la pulpa mineral (%).

(c) Variables de proceso que se van a variar en las corridas experimentales:

- ❖ Dosis de keroseno (gr/ton mineral).
- ❖ Dosis de flotanol D25 (gr/ton mineral).
- ❖ Granulometría del mineral (% de partículas < malla 100).

(d) En la tabla 6 se muestran los niveles y los rangos de valores reales para las variables de proceso que se van a variar en las corridas experimentales:

Tabla 6. Niveles y rangos de valores reales para las variables de proceso.			
Variable de proceso real	Nivel real		Rango de valores real
	Bajo	Alto	
V _{r1} (dosis de kerosen)	100	200	100 – 200
V _{r2} (dosis de flotanol)	100	150	100 – 150
V _{r3} (% partículas < malla 100)	60	80	60 – 80

(e) En la tabla 7 se muestran los niveles y los rangos de valores codificados para las mismas variables de proceso:

Tabla 7. Niveles y rangos de valores codificados para las variables de proceso.			
Variable de proceso codificado	Nivel codificado		Rango de valores codificado
	Bajo	Alto	
X ₁	-1	1	[-1,1]
X ₂	-1	1	[-1,1]
X ₃	-1	1	[-1,1]

Las variables reales (V_{ri}) y codificadas (X_i) se relacionan entre mediante las siguientes expresiones matemáticas:

$$X_1 = \frac{V_{r1} - 150}{50} \quad X_2 = \frac{V_{r2} - 125}{25} \quad X_3 = \frac{V_{r3} - 70}{10}$$

(f) La flotación en columna del grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes, se rediseñó en este trabajo, por ende, es muy probable que el punto óptimo de operación del proceso de flotación se encuentre fuera de la región experimental inicial. Por esta razón, el trabajo debe comenzar con un experimento de tamizado o selección de factores, ajustando un modelo de primer orden como una primera aproximación a la verdadera superficie de respuesta. Luego, mediante el método del ascenso más pronunciado hay que acercarse a la vecindad general del punto óptimo para finalmente localizarlo, ajustando un modelo de segundo orden.

Desafortunadamente, la columna de flotación de laboratorio que se construyó para ser usada en este estudio presentó limitaciones en cuanto a la manipulación de los factores de proceso que influyen sobre la recuperación del grafito. Esto hizo imposible iniciar el trabajo con un experimento de tamizado. Por consiguiente, se seleccionó y se aplicó directamente el diseño central compuesto rotatable (DCCR) ya que éste es el más utilizado y recomendado por muchos autores experimentados. Además, el DCCR permite estudiar los efectos lineales, de interacción y cuadráticos.

(g) En la tabla 8 se muestra la matriz de diseño con el orden de corridas completamente aleatorizado con el software estadístico. Todas las corridas se llevaron a cabo en un solo bloque para disminuir el error.

Tabla 8. Matriz de diseño: corridas experimentales en orden completamente aleatorio.

Bloque N°	Corrida N°	Variable codificada			Variable real		
		X ₁	X ₂	X ₃	Vr ₁	Vr ₂	Vr ₃
1	1	0	0	0	150	125	70
	2	1	-1	1	200	100	80
	3	0	0	0	150	125	70
	4	0	1,7	0	150	167,0	70
	5	0	0	0	150	125	70
	6	0	0	1,7	150	125	86,8
	7	-1	-1	-1	100	100	60
	8	1,7	0	0	234,1	125	70
	9	1	1	-1	200	150	60
	10	-1	-1	1	100	100	80
	11	1	-1	-1	200	100	60
	12	0	0	0	150	125	70
	13	-1	1	-1	100	150	60
	14	0	-1,7	0	150	83,0	70
	15	0	0	0	150	125	70
	16	1	1	1	200	150	80
	17	-1	1	1	100	150	80
	18	0	0	0	150	125	70
	19	-1,7	0	0	65,9	125	70
	20	0	0	-1,7	150	125	53,2

4.9 Construcción de la columna y flotación del grafito

En el laboratorio se realizaron veinte (20) ensayos de flotación del grafito contenido en el suelo grafitoso traído del cerro Osumita, utilizando una columna de flotación para pruebas de laboratorio (figura 31). Este equipo de flotación se construyó principalmente para ser empleado en el presente trabajo de investigación.

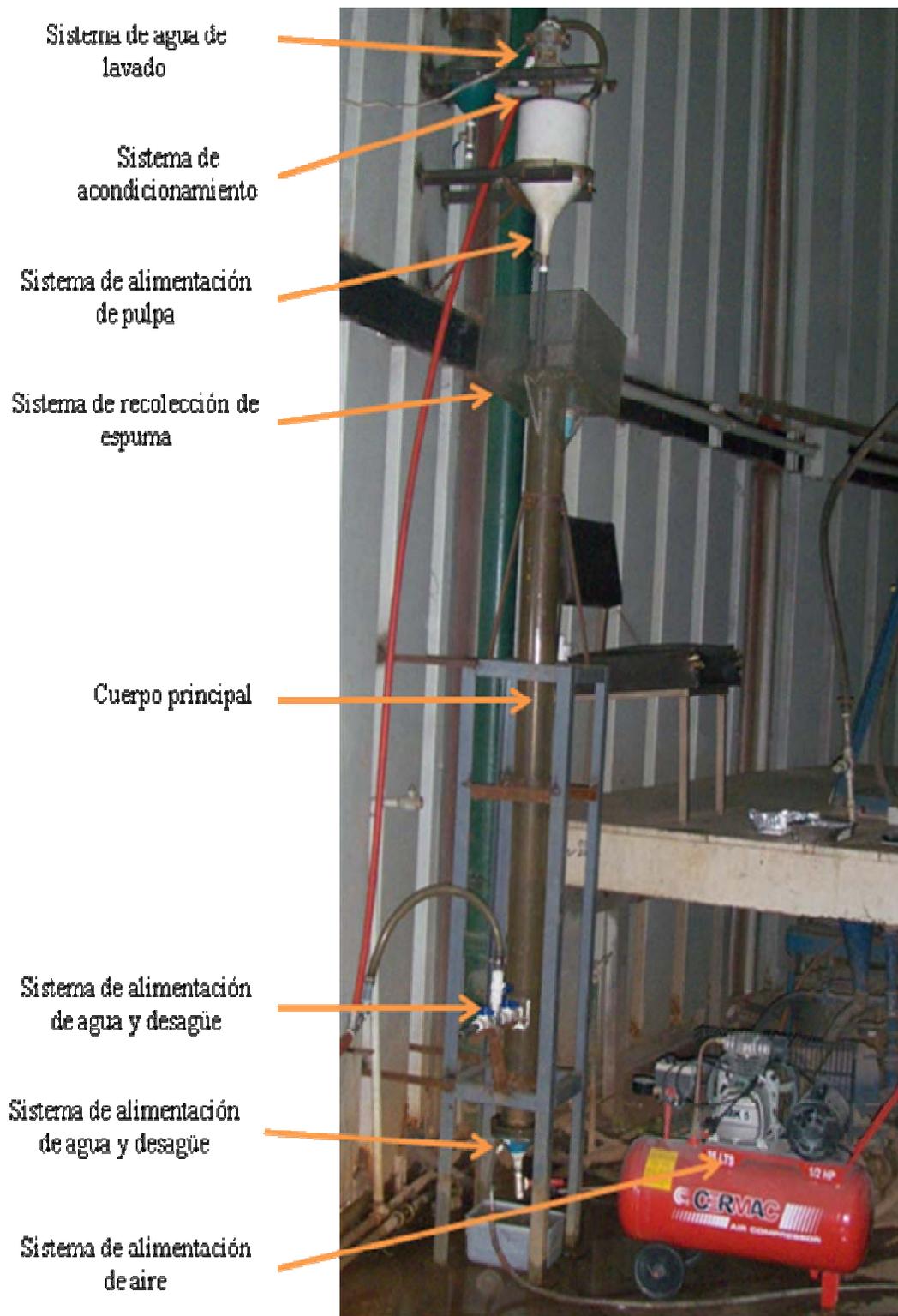


Figura 31. Columna de flotación para pruebas de laboratorio, construida para realizar este estudio.

Cada uno de los veinte ensayos se ejecutó bajo una condición de operación diferente de acuerdo a los resultados del diseño elaborado con el programa estadístico. A continuación se indican los valores de los factores que se mantuvieron fijos en las corridas experimentales:

- ❖ pH = 5,8
- ❖ Tiempo de flotación = 10 min
- ❖ Cantidad de aire en la columna = 4 lts
- ❖ Densidad de pulpa mineral = 1,06 gr/cm³
- ❖ Tiempo de acondicionamiento = 3 min
- ❖ Porcentaje de sólidos en la pulpa mineral = 10 %

4.10 Etapas sucesivas de flotación del grafito

Aunque estas operaciones no estaban contempladas en este trabajo de investigación, vale la pena mencionar que se ejecutaron tres etapas sucesivas de flotación del concentrado producido en el ensayo (flotación N° 16) cuyas condiciones dieron la mayor recuperación de grafito (27,4%).

Las tres etapas sucesivas de flotación se llevaron a cabo usando las mismas dosis de keroseno (200 ml/ton) y flotanol D25 (150 ml/ton) utilizadas en el ensayo de flotación N° 16. Dichas etapas de flotación se efectuaron con la finalidad de observar qué tanto puede incrementarse la recuperación del grafito cuando éste es sometido a operaciones de desbaste y apure.

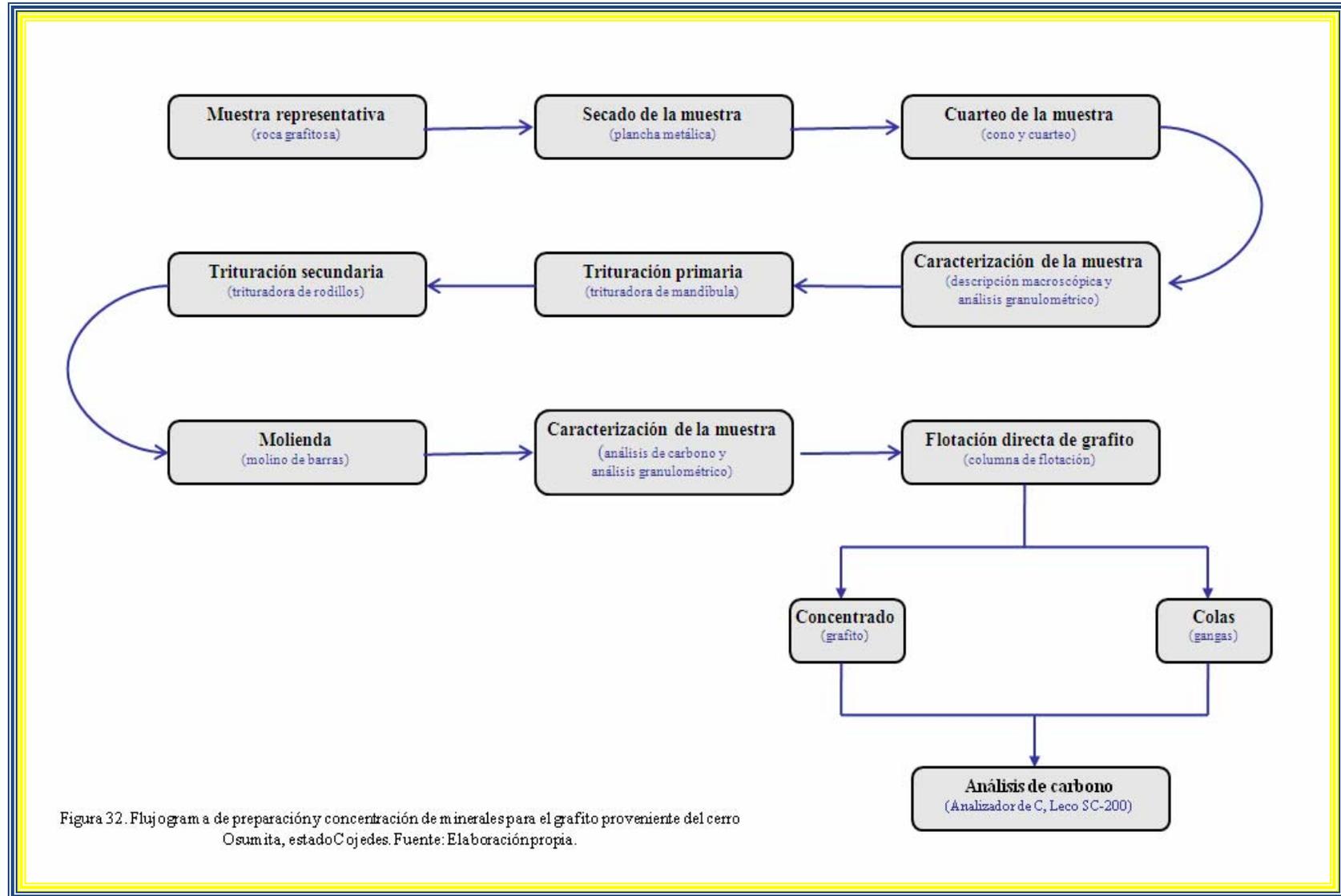
4.11 Equipos y materiales utilizados

- Muestra de suelo grafitoso.
- Keroseno.
- Flotanol D25.
- Pipetas.
- Propipetas.

- Cilindros graduados.
- Beakers.
- Pissetas.
- Espátulas.
- Balanza analítica AC-2KD.
- Estufa, marca The Grive Corporation, modelo MT550.
- Bandejas de aluminio.
- Recipientes de plástico con tapa.
- Molino de barras de 550 lts de volumen y carga moledora de 125,28 Kg.
- Trituradoras de mandíbulas con dimensiones de boca de admisión de 20cmx25cm y 8cmx12m.
- Trituradora de rodillos.
- Cuarteador jone.
- Sacos.
- Bolsas plásticas.
- Tamices de la serie A.S.T.M.
- Ro-tap.
- Analizador de carbono,marca Leco, modelo CS-200.
- Columna de flotación para pruebas de laboratorio.
- Compresor de aire portátil.

4.12 Flujograma

En la figura 32 se muestra el flujograma de preparación y concentración de minerales para el grafito proveniente del cerro Osumita, estado Cojedes. Vale la pena recalcar que la muestra cabeza será caracterizada mediante antes y después de su preparación mecánica (trituración y molienda).



CAPÍTULO V

RESULTADOS Y ANÁLISIS

Este capítulo constituye el núcleo central del trabajo de investigación, donde se presentan todos los resultados obtenidos en el estudio y sus correspondientes análisis o discusiones.

5.1 Análisis granulométrico

En la tabla 9 se muestran las dimensiones promedio de los fragmentos de roca blanda grafitosa, que estaban presentes en la muestra cabeza. En esta tabla se puede observar que los fragmentos de roca de mayor tamaño corresponden al grupo A, con una dimensión mayor de 36 cm, en promedio.

Tomando en cuenta que el tamaño máximo de la alimentación de una trituradora de mandíbulas viene dado por el 85% del ancho de su boca de admisión (ver marco teórico), entonces, la trituradora de mandíbulas necesaria para fragmentar las rocas de mayor tamaño contenidas en la muestra cabeza deberá tener 43 cm de ancho de boca, como mínimo.

Tabla 9. Dimensiones promedio de los fragmentos de roca blanda grafitosa, contenidos en la muestra cabeza		
Grupo	Dimensión mayor (cm)	Dimensión menor (cm)
A	36	19
B	26	15
C	17	11
D	15	9
E	21	13
F	13	10
G	31	24

Como se mencionó en el capítulo anterior, en este trabajo se desea estudiar la recuperación del grafito considerando el tamaño de grano más grueso posible pero sin sacrificar la ley del concentrado debido a la presencia de granos gruesos mixtos. En este sentido, se seleccionó la malla 40 como corte granulométrico (recomendado por Di Yorio y otros, 1998) y se trabajó con minerales pasantes y retenidos de la malla 100.

En la tabla 10 se presenta el análisis granulométrico de la muestra cabeza y en la figura 33 se muestra la curva granulométrica correspondiente. En la tabla se puede ver que el pasante de la malla 40 es un 14,45% del total del mineral, mientras que el pasante de la malla 100 es un 6,25%. Para aumentar la cantidad de material que pasa a través de la malla 40 es necesario triturar la muestra cabeza. Esta necesidad también se manifiesta en el gráfico de la figura 33 ya que el punto correspondiente al pasante de la malla 40 (0,420; 14,45), señalado en rojo, se halla muy por debajo del 100% requerido para flotar el grafito. Dicho punto debe trasladarse más hacia arriba lo cual se consigue reduciendo de tamaño a la muestra cabeza.

Tabla 10. Análisis granulométrico de la muestra cabeza.						
Tamiz		Retenido o rechazo			Cernido o pasante	
Malla (N°)	Abertura (mm)	(gr)	(%)	(Σ%)	(gr)	Acumulado (%)
1 ^{3/4} "	44,450	470,00	18,36	18,36	2090,00	81,64
¾"	19,050	310,00	12,11	30,47	1780,00	69,53
8	2,380	700,00	27,34	57,81	1080,00	42,19
16	1,190	320,00	12,50	70,31	760,00	29,69
40	0,420	390,00	15,23	85,55	370,00	14,45
80	0,212	190,00	7,42	92,97	180,00	7,03
100	0,149	20,00	0,78	93,75	160,00	6,25
<100	<0,149	160,00	6,25	100,00	0,00	0,00
Total		2560,00	100,00			

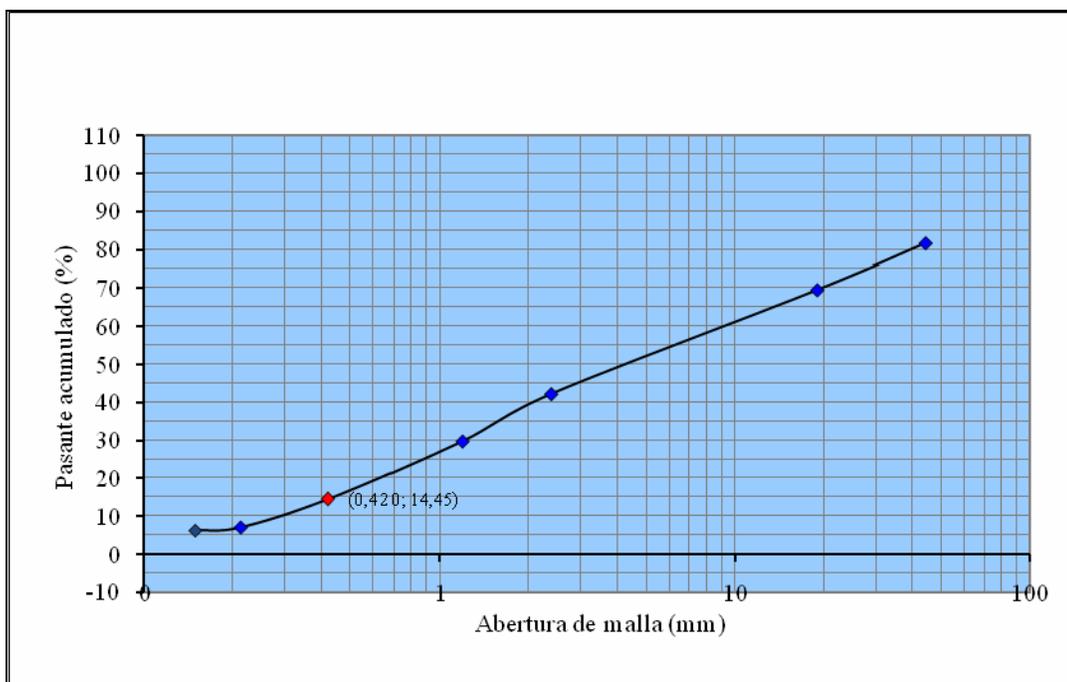


Figura 33. Curva granulométrica correspondiente a la muestra cabeza.

En la tabla 11 se presenta el análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de mandíbulas con boca de admisión de 8cmx12cm y en la figura 34 se muestra la curva granulométrica correspondiente. En la tabla se puede apreciar que el mineral pasante de la malla 40 aumentó hasta un 20,36% mientras que el pasante de la malla 100 creció ligeramente hasta un 8,43%, siendo estos valores todavía muy bajos para flotar el grafito con una granulometría adecuada.

En el gráfico de la figura 34 se puede notar que la curva granulométrica completa se ha trasladado verticalmente hacia arriba con respecto a la anterior (ver figura 33) y que el punto señalado en rojo (pasante de la malla 40) se ha desplazado en un 5,91%, manteniéndose todavía muy por debajo del 100%. Otra característica que diferencia esta curva de la anterior es la forma de sus extremos, pues estas son más suaves, indicando que una cantidad similar del mineral ha pasado a través de los primeros dos tamices (mallas 1³/₄" y 3/4") y de los últimos dos (mallas 80 y 100).

Tabla 11. Análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de mandíbulas con boca de admisión de 8cmx12cm.						
Tamiz		Retenido o rechazo			Cernido o pasante	
Malla (N°)	Abertura (mm)	(gr)	(%)	(Σ%)	(gr)	Acumulado (%)
1 ^{3/4"}	44,450	0,00	0,00	0,00	2156,28	100,00
3/4"	19,050	17,67	0,82	0,82	2138,61	99,18
8	2,380	864,66	40,10	40,92	1273,95	59,08
16	1,190	360,51	16,72	57,64	913,44	42,36
40	0,420	474,35	22,00	79,64	439,09	20,36
80	0,212	245,40	11,38	91,02	193,69	8,98
100	0,149	11,94	0,55	91,57	181,75	8,43
<100	<0,149	181,75	8,43	100,00	0,00	0,00
Total		2156,28	100,00			

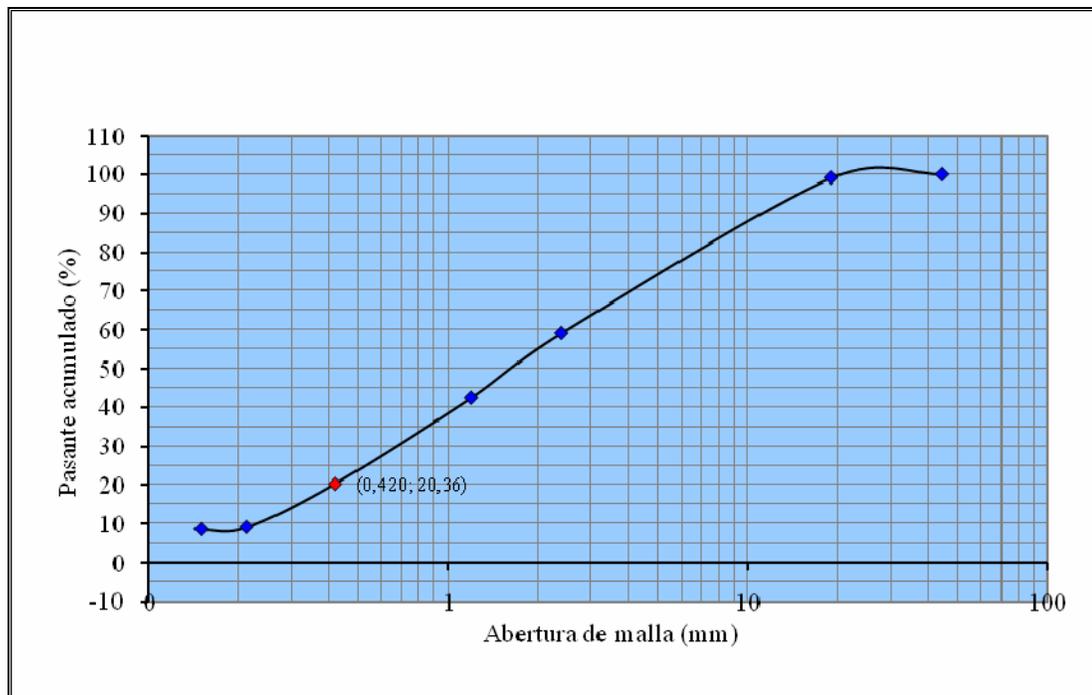


Figura 34. Curva granulométrica del género descargado de la trituradora de mandíbulas con boca de admisión de 8cmx12cm.

En la tabla 12 se presenta el análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de rodillos, con una separación de 1 mm entre rodillos, y en la figura 35 se muestra la curva granulométrica correspondiente. En dicha tabla se puede apreciar que el mineral pasante de la malla 40 volvió a incrementarse hasta un 37,03% mientras que el pasante de la malla 100 aumentó en menor grado hasta un 15,29%, sin embargo, es necesario seguir la operación de reducción de tamaño de la muestra cabeza para alcanzar la granulometría apropiada para flotar el grafito.

En el gráfico de la figura 35 se puede apreciar que la curva granulométrica se desplazó hacia arriba y que el punto correspondiente al pasante de la malla 40 subió en un 16,67%. Esto indica que el pasante de la malla 40 se está acercando por lo menos al 50%, pero ahora se requiere moler el mineral para continuar con la reducción de tamaño.

Tabla 12. Análisis granulométrico del género descargado de la trituradora de rodillos, con una separación de 1 mm entre rodillos.						
Tamiz		Retenido o rechazo			Cernido o pasante	
Malla (N°)	Abertura (mm)	(gr)	(%)	(Σ%)	(gr)	Acumulado (%)
1 ^{3/4"}	44,450	0,00	0,00	0,00	1432,86	100,00
3/4"	19,050	0,00	0,00	0,00	1432,86	100,00
8	2,380	5,80	0,40	0,40	1427,06	99,60
16	1,190	222,90	15,56	15,96	1204,16	84,04
40	0,420	673,56	47,01	62,97	530,60	37,03
80	0,212	297,07	20,73	83,70	233,53	16,30
100	0,149	14,43	1,01	84,71	219,10	15,29
<100	<0,149	219,10	15,29	100,00	0,00	0,00
Total		1432,86	100,00			

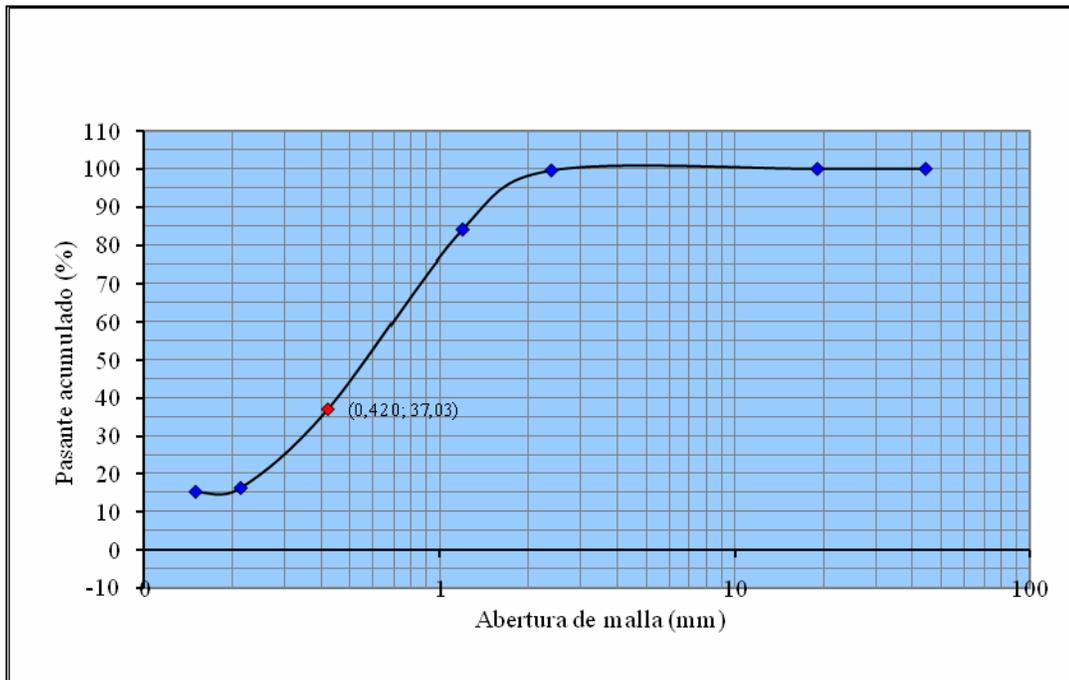


Figura 35. Curva granulométrica del género proveniente de la trituradora de rodillos, con una separación de 1 mm entre rodillos.

La trituración del género no fue suficiente para conseguir la distribución granulométrica deseada, es decir, que la curva granulométrica se mantenga cerca del 100%, por consiguiente, fue necesario continuar la reducción de tamaño con la operación de molienda.

En la tabla 13 se muestra el análisis granulométrico del género descargado del molino de barras (con 10 min de molienda y 10 min de tamizaje) y en la figura 36 se presenta la curva granulométrica correspondiente. En la tabla se puede observar que el mineral pasante de la malla 40 se disparó hasta un 99,83% y el pasante de la malla 100 también aumentó en gran medida hasta un 84,62%. Estos valores indican que la primera etapa de molienda realizada fue suficiente para conseguir la granulometría deseada por lo cual se detuvo la operación de reducción de tamaño de la muestra cabeza.

En el gráfico de la figura 36 se puede ver que la curva granulométrica se suavizó completamente, manteniéndose casi horizontal y muy cerca del 100%. Esto indica que no es necesario someter el género a una segunda etapa de molienda.

Tabla 13. Análisis granulométrico del género descargado del molino de barras Con 10 min de molienda y 10 min de tamizaje.						
Tamiz		Retenido o rechazo			Cernido o pasante	
Malla (Nº)	Abertura (mm)	(gr)	(%)	($\Sigma\%$)	(gr)	Acumulado (%)
1 ^{3/4"}	44,450	0,00	0,00	0,00	400,00	100,00
3/4"	19,050	0,00	0,00	0,00	400,00	100,00
8	2,380	0,00	0,00	0,00	400,00	100,00
16	1,190	0,00	0,00	0,00	400,00	100,00
40	0,420	0,68	0,17	0,17	399,32	99,83
80	0,212	28,90	7,23	7,40	370,42	92,61
100	0,149	31,95	7,99	15,38	338,47	84,62
<100	<0,149	338,47	84,62	100,00	0,00	0,00
Total		400,00	100,00			

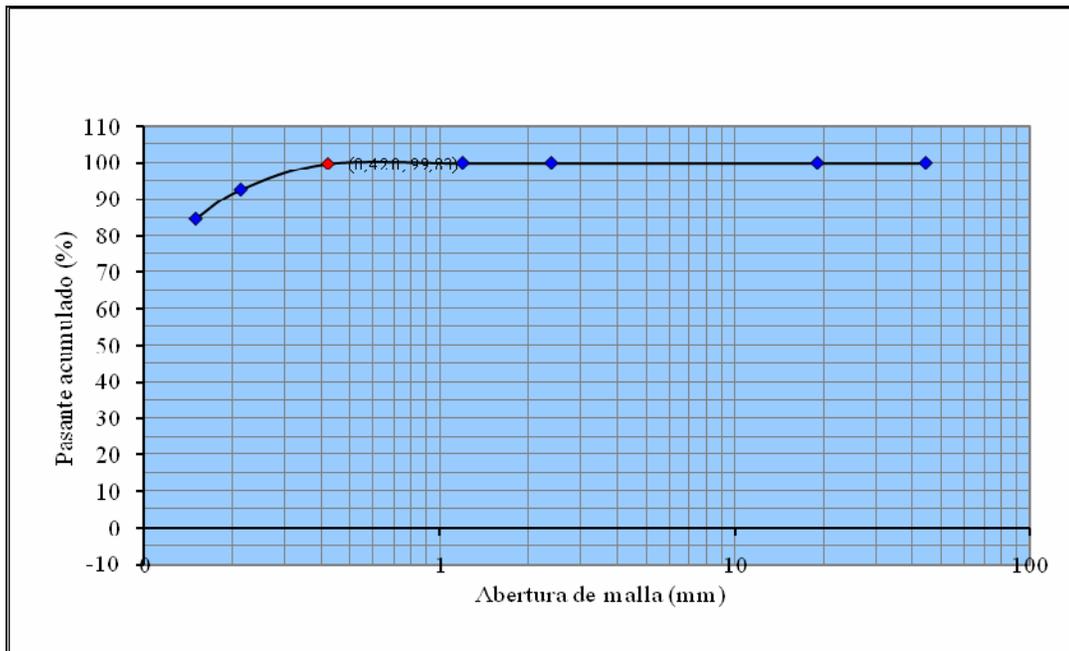


Figura 36. Curva granulométrica del género proveniente del molino de barras, con 10 min de molienda y 10 min de tamizaje.

5.2 Análisis de carbono y recuperaciones obtenidas

En la tabla 14 se presentan los resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas, productos de los veinte ensayos de flotación en columna. Las seis filas de color azul (ensayos N° 1, 3, 6, 12, 15 y 18) mostradas en la tabla corresponden a los puntos centrales, es decir, ensayos experimentales que se ejecutaron bajo las mismas condiciones de operación (dosis de keroseno = 150 gr/ton, dosis de flotanol D25 = 125 gr/ton y % de partículas menores a la malla 100 = 70%). Sin embargo, en la corrida N° 5 se observa un porcentaje de carbono muy bajo (%C = 15,76) con respecto a los otros valores, mientras que en la corrida N° 3 se obtuvo un porcentaje de carbono alto (%C = 28,51). Posiblemente, estas variaciones se debieron a la difícil tarea de mantener constante el resto de los factores que no pudieron variarse en los ensayos, por ejemplo, el flujo de aire.

En la tabla 14 también se puede apreciar que las leyes obtenidas (%C) de los concentrados son bajas (entre 14,41 y 28,51%). Esto se debió a varias causas: i) durante las flotaciones se observó que gran cantidad de partículas de ganga fueron arrastradas por las burbujas de aire a la zona de espuma mineralizada, ii) a través de un microscopio se observaron los concentrados y estos contenían partículas de ganga que estaban cubiertas de grafito que, probablemente, hizo que la ganga flotara como si presentara propiedades hidrofóbicas.

En la misma tabla los valores de porcentaje de carbono (%C) en las colas no presentan una desviación estándar significativa (0,28%). Además, se puede notar que dichos valores son mayores que 3% y no son tan pequeños comparados con el contenido de carbono original de la muestra cabeza (5,87%). Esto se debió, en parte, a la presencia de muchas partículas de grafito presentes en las colas y que estaban cubiertas por ganga muy fina (lamas) que, probablemente, hizo que el mineral útil tuviera propiedades hidrofílicas en la pulpa.

Tabla 14. Resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas, productos de las flotaciones en columna.		
Ensayo	Concentrado	Colas
N°	% C	% C
1	25,99	2,99
2	23,71	3,34
3	28,51	3,51
4	17,59	4,12
5	15,76	3,42
6	14,41	3,31
7	20,42	3,34
8	19,69	3,50
9	24,76	3,43
10	21,03	3,18
11	24,37	3,17
12	22,21	3,85
13	21,08	3,90
14	22,65	3,44
15	20,35	3,57
16	23,78	3,12
17	20,92	3,63
18	19,86	3,13
19	24,35	3,36
20	23,80	3,47

En la tabla 15 se muestran las pérdidas y las recuperaciones de grafito calculadas para las veinte flotaciones realizadas en la columna. En dicha tabla se puede ver que la cantidad de grafito puro contenido en las colas llega a duplicar la cantidad de grafito puro presente en los concentrados obtenidos. Esto se explica con las mismas razones mencionadas para la tabla anterior. Además, se puede notar claramente que las pérdidas también superan la cantidad de grafito contenido en los mismos concentrados.

Una explicación para las pérdidas del mineral útil es que el grafito está compuesto por láminas de átomos de carbono que están unidas mediante enlaces químicos muy débiles (enlaces Van der Waals). Debido a esto, sumado al posible exceso de dosis de keroseno usado en las flotaciones, gran parte del grafito se adhería en las paredes de la columna de flotación, de la tolva de alimentación y demás recipientes, originándose las pérdidas en cuestión. En consecuencia, se puede decir que las recuperaciones obtenidas fueron pobres (entre 15,89 y 27,39%).

Tabla 15. Pérdidas y recuperaciones de grafito calculadas para las flotaciones en columna.

Ensayo N°	Grafito en la muestra cabeza (gr)	Grafito en el concentrado (gr)	Grafito en las colas (gr)	Pérdida de grafito (gr)	Recuperación de grafito (%)
1	58,47	13,60	26,01	18,87	23,25
2	58,47	11,96	28,48	18,03	20,46
3	58,47	14,08	27,39	16,99	24,09
4	58,47	13,13	36,54	8,81	22,45
5	58,47	14,93	30,74	12,80	25,53
6	58,47	13,97	27,65	16,85	23,89
7	58,47	12,37	29,42	16,68	21,15
8	58,47	9,76	28,82	19,88	16,70
9	58,47	14,11	30,06	14,30	24,13
10	58,47	9,29	29,41	19,76	15,89
11	58,47	14,70	25,98	17,80	25,14
12	58,47	13,64	34,57	10,25	23,33
13	58,47	10,85	36,30	11,32	18,56
14	58,47	12,88	29,70	15,89	22,03
15	58,47	14,23	32,00	12,23	24,34
16	58,47	16,01	26,61	15,84	27,39
17	58,47	11,29	32,72	14,46	19,31
18	58,47	14,41	28,12	15,94	24,64
19	58,47	12,55	28,72	17,20	21,47
20	58,47	15,04	31,62	11,81	25,73

5.3 Análisis estadístico

En la tabla 16 se muestran los mismos valores de recuperación presentados en la tabla anterior pero indicando las condiciones de operación bajo las cuales se obtuvieron. Por lo tanto, las mismas discusiones o análisis realizadas para la tabla 15 son válidas para esta tabla.

Tabla 16. Valores observados de la recuperación de grafito en las corridas experimentales.								
Bloque N°	Corrida N°	Variable codificada			Variable real			Variable de respuesta (Y) Recuperación (%)
		X ₁	X ₂	X ₃	Vr ₁	Vr ₂	Vr ₃	
1	1	0	0	0	150	125	70	23,3
	2	1	-1	1	200	100	80	20,5
	3	0	0	0	150	125	70	24,1
	4	0	1,7	0	150	167,0	70	22,4
	5	0	0	0	150	125	70	25,5
	6	0	0	1,7	150	125	86,8	23,9
	7	-1	-1	-1	100	100	60	21,1
	8	1,7	0	0	234,1	125	70	16,7
	9	1	1	-1	200	150	60	24,1
	10	-1	-1	1	100	100	80	15,9
	11	1	-1	-1	200	100	60	25,1
	12	0	0	0	150	125	70	23,3
	13	-1	1	-1	100	150	60	18,6
	14	0	-1,7	0	150	83,0	70	22,0
	15	0	0	0	150	125	70	24,3
	16	1	1	1	200	150	80	26,4
	17	-1	1	1	100	150	80	19,3
	18	0	0	0	150	125	70	24,6
	19	-1,7	0	0	65,9	125	70	21,5
	20	0	0	-1,7	150	125	53,2	25,7

La tabla 17 es una salida del programa estadístico en la cual se muestran las estimaciones de los efectos principales, efectos de interacción y efectos cuadráticos de los factores de proceso (X_1 : dosis de keroseno, X_2 : dosis de flotanol D25 y X_3 : % de partículas menores a la malla 100) sobre la variable de respuesta (recuperación de grafito). También se muestra la desviación estándar correspondiente a cada uno de los efectos estimados y el valor de la constante que representa el promedio de la variable de respuesta.

En la misma tabla se puede apreciar que el efecto de interacción entre la dosis de keroseno y la granulometría del mineral (AC) es muy pequeño, en magnitud, comparado con el resto de los efectos. De igual manera sucede con el efecto cuadrático de la granulometría (CC). También se puede observar que la desviación estándar de cada efecto es relativamente grande, excepto para la constante (24,21%) que representa el promedio de la recuperación de grafito.

Tabla 17. Efectos estimados para la recuperación de grafito.

Constante =	24,21	+/-	2,31
A: X_1	= 2,07777	+/-	3,07
B: X_2	= 1,09196	+/-	3,07
C: X_3	= -1,32161	+/-	3,07
AA: X_1^2	= -3,78785	+/-	2,99
AB: X_1X_2	= 1,2725	+/-	4,01
AC: X_1X_3	= 0,7725	+/-	4,01
BB: X_2^2	= -1,55692	+/-	2,99
BC: X_2X_3	= 3,4875	+/-	4,01
CC: X_3^2	= 0,260348	+/-	2,99

La tabla 17 en conjunto con el gráfico de probabilidad normal de Daniel (figura 37) y el diagrama de Pareto (figura 38) permiten identificar los efectos más importantes y descartar los que no lo son. En el gráfico de Daniel se puede apreciar

que el efecto cuadrático de la dosis de keroseno (AA) y el efecto de interacción dosis de flotanol D25 - granulometría del mineral (BC) se alejan del centro y de la línea de normalidad, indicando que ellos afectan significativamente a la recuperación del grafito.

Por otra parte, resulta difícil determinar visualmente la importancia relativa de cada uno de los otros efectos ya que ellos son intermedios, es decir, ni son efectos significativos ni son efectos despreciables. Sin embargo, este problema se solventa con el diagrama de Pareto. De acuerdo con este diagrama, sólo hay dos efectos estadísticamente no significativos (menores a 1): el efecto cuadrático de la dosis de keroseno (AA) y el efecto de interacción dosis de flotanol D25 - granulometría del mineral (BC).

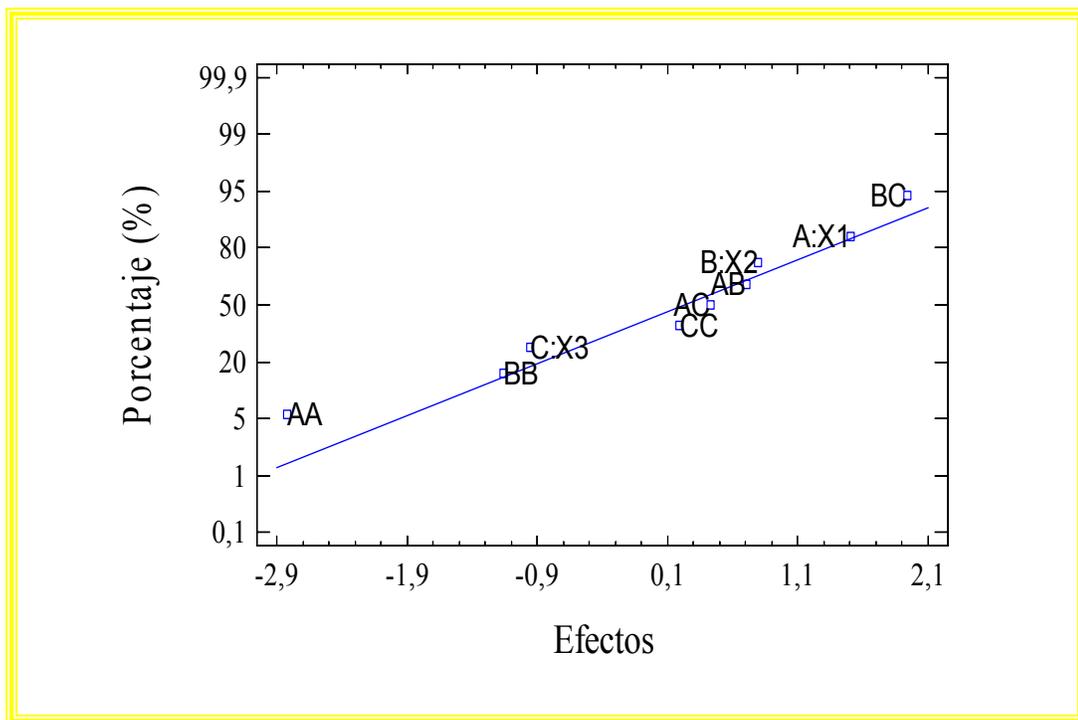


Figura 37. Gráfico de probabilidad normal de Daniel para los efectos, principales, de interacción y cuadráticos, estimados.

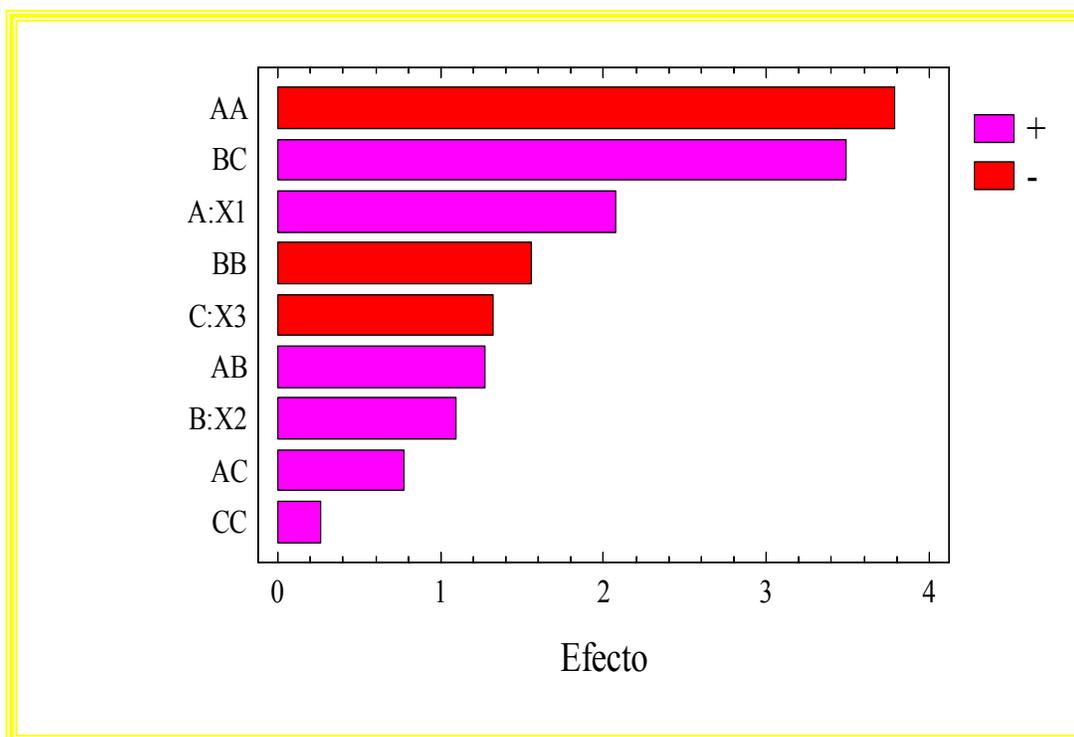


Figura 38. Diagrama de Pareto para los efectos, principales, de interacción y cuadráticos, estimados.

Las interpretaciones de la gráfica de Daniel y el diagrama de Pareto se realizan visualmente, por lo tanto, pueden resultar subjetivas. Para contrarrestar este posible problema se recurre al análisis de varianza (Anova) de la recuperación del grafito, el cual debe confirmar las interpretaciones gráficas anteriores. En la tabla 18 se presenta el Anova de la variable de respuesta.

En la misma tabla se observa que la variación producida en la recuperación se debe a los efectos de los factores de proceso y al error aleatorio. Además, se ve que el efecto cuadrático de la dosis de keroseno (AA) tiene un *Valor-P* menor que 0,05, lo cual indica que es un efecto estadísticamente significativo para un nivel de confianza del 95%. Mientras que el resto de los efectos tienen un *Valor-P* mucho mayores que 0,05, indicando que no son estadísticamente significativos para el mismo nivel de confianza. El estadístico R^2 indica que el modelo ajustado puede explicar el 63,42%

de la variación producida en la recuperación. Mientras que el estadístico R^2_{aj} , el cual resulta más confiable que el R^2 , indica que dicho modelo solo puede explicar el 30,50% de la variación. La desviación estándar de los residuales es de 2,55 y la media del error absoluto es de 1,39, por consiguiente, los errores cometidos durante los ensayos son pequeños. Para el estadístico de prueba Durbin-Watson se tiene $P=0,34$ (mayor que 0,05), por lo tanto, no hay señales de correlación o dependencia entre las corridas experimentales realizadas.

Tabla 18. Análisis de varianza para la recuperación de grafito.

Efecto	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	F	Valor-P
A: X_1	14,74	1	14,74	2,27	0,16
B: X_2	4,07	1	4,07	0,63	0,45
C: X_3	5,96	1	5,96	0,92	0,36
AA: X_1^2	51,70	1	51,70	7,98	0,02
AB: X_1X_2	3,24	1	3,24	0,50	0,50
AC: X_1X_3	1,19	1	1,19	0,18	0,68
BB: X_2^2	8,73	1	8,73	1,35	0,27
BC: X_2X_3	24,33	1	24,33	3,75	0,08
CC: X_3^2	0,24	1	0,24	0,04	0,85
Total error	64,48	10	6,48		
Total	177,12	19			

$$R^2 = 63,42\%$$

$$R^2_{aj} = 30,50\%$$

$$\text{Desviación estándar} = 2,55$$

$$\text{Media del error absoluto} = 1,39$$

$$\text{Durbin-Watson} = 2,30 \text{ (} P=0,34 \text{)}$$

El Anova de la tabla 18 ha corroborado y complementado las interpretaciones visuales de la gráfica de Daniel y el diagrama de Pareto. Luego, se debe eliminar el efecto cuadrático de la dosis de keroseno (AA) y el efecto de interacción dosis de

flotanol D25 - granulometría del mineral (BC), ya que los mismos no contribuyen significativamente a la explicación de la variación presente en la recuperación del grafito. Seguidamente, se presenta otra salida tabular del mismo programa (tabla 19) donde se muestran nuevamente los efectos estimados de los factores sobre la recuperación del grafito, pero con AC y CC suprimidos.

Como se puede ver en la tabla 19, los valores de los efectos y de la constante no cambiaron pero los valores de desviación estándar se hicieron más pequeños que los obtenidos en la tabla 18. Esto es un indicativo de una mejor estimación de los efectos al suprimir el efecto cuadrático de la dosis de keroseno y el efecto de interacción dosis de flotanol D25 - granulometría del mineral.

Tabla 19. Efectos estimados para la recuperación del grafito, con AC y CC suprimidos.

Constante =	24,32	+/-	1,77
A: X ₁	=	2,08	+/- 2,77
B: X ₂	=	1,09	+/- 2,77
C: X ₃	=	-1,32	+/- 2,77
AA: X ₁ ²	=	-3,81	+/- 2,68
AB: X ₁ X ₂	=	1,27	+/- 3,62
BB: X ₂ ²	=	-1,58	+/- 2,68
BC: X ₂ X ₃	=	3,49	+/- 3,62

Ahora se muestran las dos salidas gráficas del programa: gráfico de probabilidad normal de Daniel (figura 39) y el diagrama de Pareto (figura 40), con el efecto cuadrático de la dosis de keroseno (AA) y el efecto de interacción dosis de flotanol D25 - granulometría del mineral (AC) suprimidos. De acuerdo con las dos gráficas, todos los efectos son estadísticamente significativos ya que son mayores que la unidad.

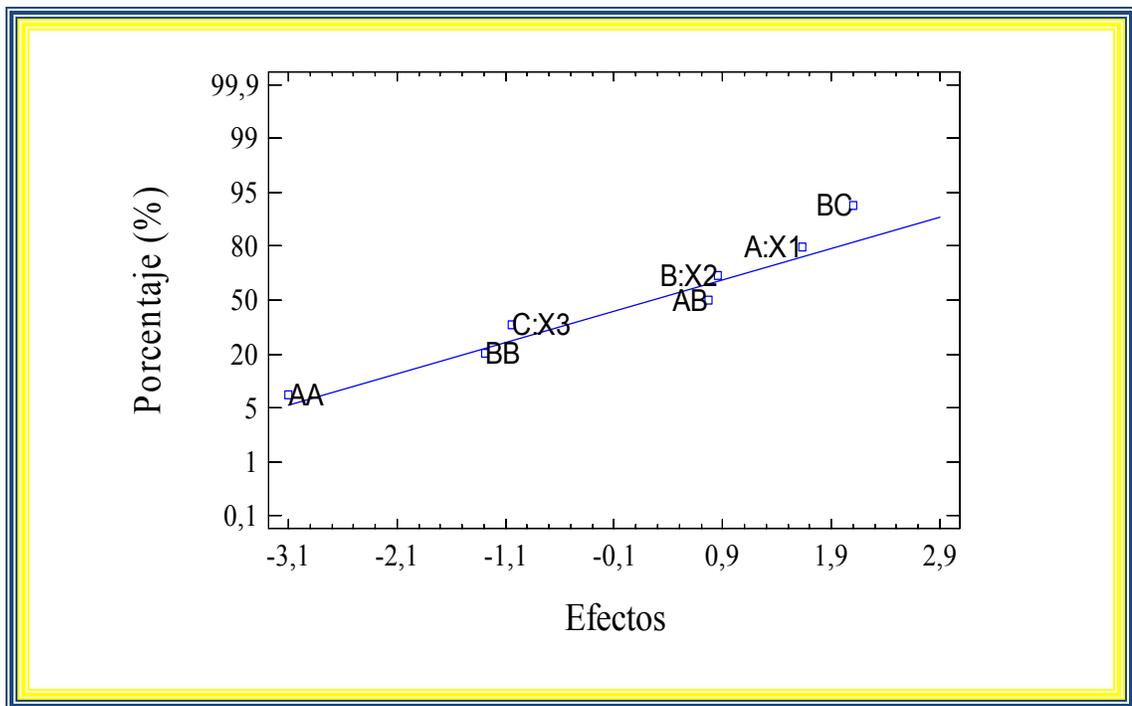


Figura 39. Gráfico de Daniel para los efectos estimados, con AC y CC suprimidos.

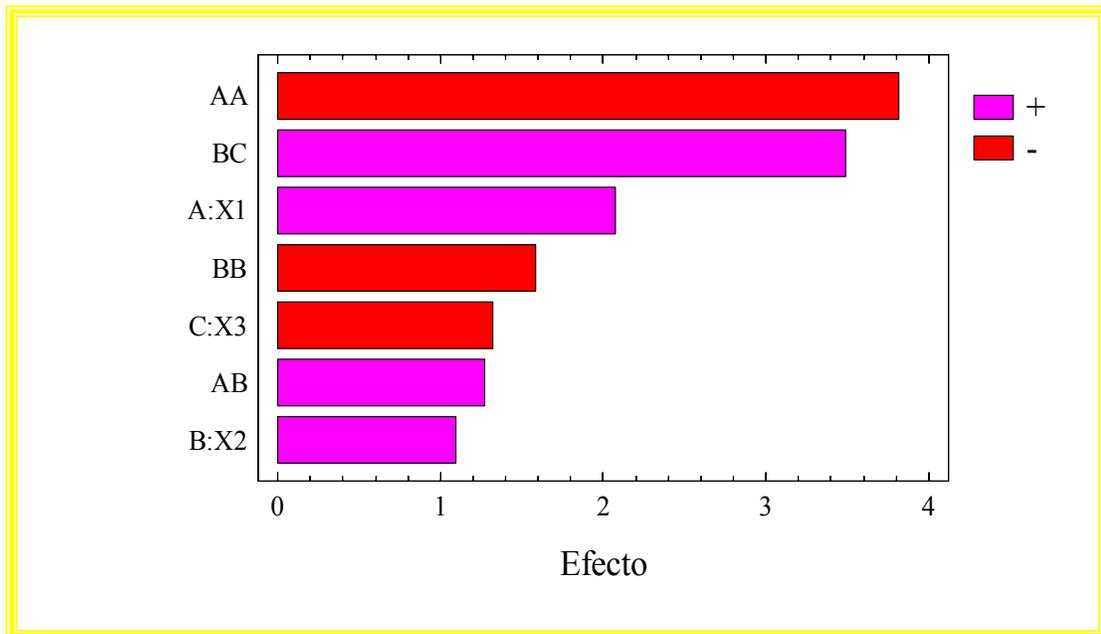


Figura 40. Diagrama de Pareto para los efectos estimados, con AC y CC suprimidos.

En la tabla 20 se presenta el Anova para la recuperación de grafito, con los efectos CC y AC eliminados. En esta tabla se aprecia que el *Valor-P* para los efectos ha disminuido, indicando que son estadísticamente significativos para un nivel de confianza del 95%, o menor. El estadístico R^2 también ha disminuido, indicando que el modelo ajustado ahora puede explicar el 62,61% de la variación producida en la recuperación. El caso contrario ocurrió con el estadístico R^2_{aj} que ahora es de 40,80%. Esto señala que los efectos eliminados no aportaban nada a la explicación de la variación en la recuperación. La desviación estándar disminuyó ligeramente, siendo su valor ahora de 2,35. Consecuentemente, la calidad de ajuste del modelo es mejor que el que se obtuvo en la tabla 18. La media del error absoluto ha aumentado suavemente a 1,42. El estadístico de prueba Durbin-Watson ahora tiene un $P=0,31$, el cual sigue siendo mayor que 0,05, por tanto, no hay señales de dependencia entre las corridas realizadas.

Tabla 20. Análisis de varianza para la recuperación del grafito, con AC y CC suprimidos.

Efecto	Suma de cuadrados	GL	Cuadrado medio	F	Valor-P
A: X_1	14,74	1	14,74	2,67	0,13
B: X_2	4,07	1	4,07	0,74	0,41
C: X_3	5,96	1	5,96	1,08	0,32
AA: X_1^2	52,92	1	52,92	9,59	0,01
AB: X_1X_2	3,24	1	3,24	0,59	0,46
BB: X_2^2	9,12	1	9,12	1,65	0,22
BC: X_2X_3	24,33	1	24,33	4,41	0,06
Total error	66,23	12	5,52		
Total	177,12	19			
$R^2 = 62,61\%$					
$R^2_{aj} = 40,79\%$					
Desviación estándar = 2,35					
Media del error absoluto = 1,42					
Durbin-Watson = 2,33 ($P=0,31$)					

De acuerdo con el análisis anterior, se puede decir que se ha encontrado un mejor Anova (tabla 20) para la recuperación de grafito, y por consiguiente, una mejor calidad de ajuste del modelo de segundo orden dado en la tabla 21. En esta tabla se presentan las estimaciones de los coeficientes de regresión lineal y el modelo de segundo orden ajustado para la recuperación.

Tabla 21. Coeficientes de regresión para el modelo generado.

Constante = 24,32

A: $X_1 = 1,04$

B: $X_2 = 0,55$

C: $X_3 = -0,66$

AA: $X_1^2 = -1,91$

AB: $X_1X_2 = 0,64$

BB: $X_2^2 = -0,79$

BC: $X_2X_3 = 1,74$

$$Y = 24,32 + 1,04*X_1 + 0,55*X_2 - 0,66*X_3 - 1,91*X_1^2 + 0,64*X_1*X_2 - 0,79*X_2^2 + 1,74*X_2*X_3$$

En la tabla 22 se indican los valores observados y los valores predichos por el modelo ajustado para la recuperación del grafito. También se indican los límites, inferior y superior, del intervalo de confianza del 95%. En esta salida tabular del programa estadísticos se puede ver que los valores observados o calculados para la recuperación no difieren en gran medida de los valores predichos por el modelo ajustado de segundo orden. Con base en esto, se puede decir que el modelo describe de forma aceptable el comportamiento de la recuperación del grafito en función de los tres parámetros de proceso considerados: dosis de keroseno, dosis de flotanol D25 y granulometría del mineral (% de partículas menores a la malla 100).

Tabla 22. Estimación de resultados para la recuperación del grafito.

Corrida	Valor observado	Valor ajustado	LC inferior (95%)	LC superior (95%)
1	23,25	24,32	22,54	26,09
2	20,46	19,07	15,33	22,81
3	24,09	24,32	22,54	26,09
4	22,45	22,10	19,07	26,92
5	25,53	24,32	22,54	26,09
6	23,89	23,21	20,28	26,13
7	21,15	23,07	19,33	26,82
8	16,70	20,67	16,75	24,59
9	24,13	22,76	19,01	26,49
10	15,89	18,27	14,52	22,01
11	25,14	23,88	20,14	27,62
12	23,33	24,32	22,54	26,09
13	18,56	19,41	15,66	23,15
14	22,03	21,16	17,24	25,08
15	24,34	24,32	22,54	26,09
16	27,39	24,92	21,18	28,67
17	19,31	21,57	17,83	25,32
18	24,64	24,32	22,54	26,09
19	21,47	17,18	13,25	21,09
20	25,73	25,43	22,50	28,35

En la tabla 23 se muestra el valor óptimo encontrado para la recuperación del grafito y la combinación de niveles de los factores para la cual se obtiene dicho valor. En esta tabla se puede observar que el valor óptimo predicho por el modelo ajustado es de 27,40% y éste valor se alcanza bajo las condiciones: $X_1 = 0,6$, $X_2 = 1,7$ y $X_3 = 1,7$, equivalentes a 177,7 ml de keroseno por cada tonelada de mineral, 167,0 ml de flotanol D25 por cada tonelada de mineral y 86,8% de partículas pasantes de la malla 100 en la alimentación. Como se podrá notar, el punto óptimo se alcanza para los valores máximos de los tres factores de proceso considerados.

Tabla 23. Optimización de la recuperación de grafito.

Valor óptimo = 27,40%

Factor	Nivel bajo	Nivel alto	Punto óptimo (condiciones óptimas)
X ₁	-1,7	1,7	0,6
X ₂	-1,7	1,7	1,7
X ₃	-1,7	1,7	1,7

En las figuras 41, 45 y 49 se muestran las superficies de respuesta en 3D para la recuperación de grafito en función de los tres parámetros de proceso (X₁: dosis de keroseno, X₂: dosis de flotanol D25 y X₃: % de partículas menores a la malla 100) y en las figuras 42,46 y 50 se presentan las gráficas de contornos correspondientes en 2D. En las figuras 43, 47, 51 y 44, 48, 52 se muestran las mismas gráficas pero con otra perspectiva.

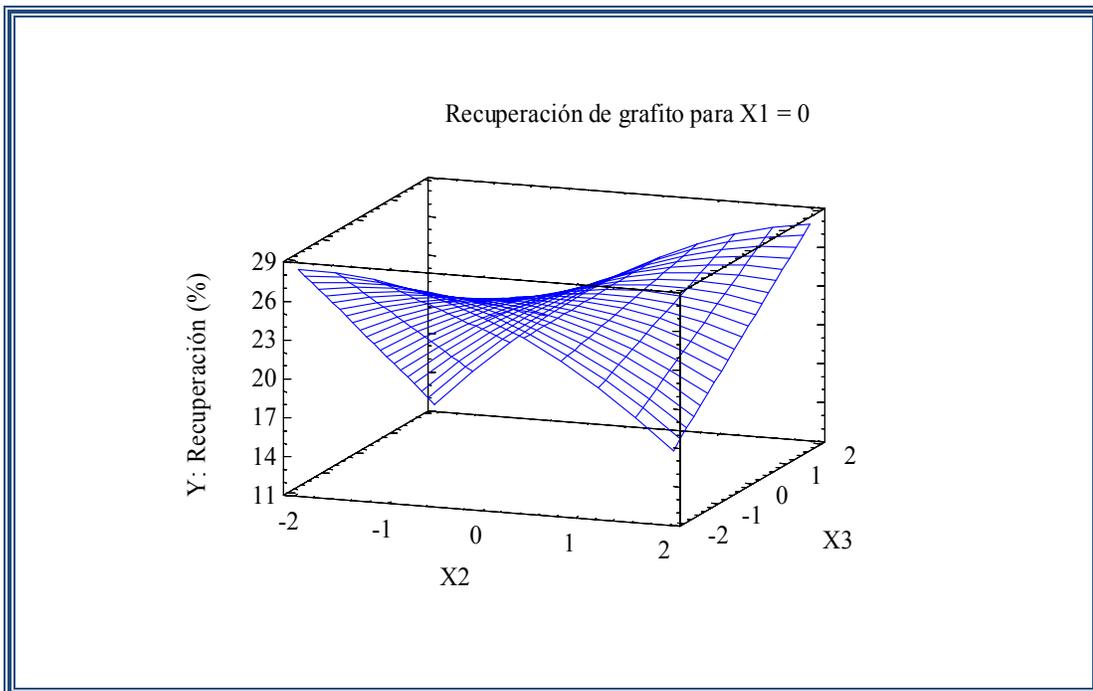


Figura 41. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.

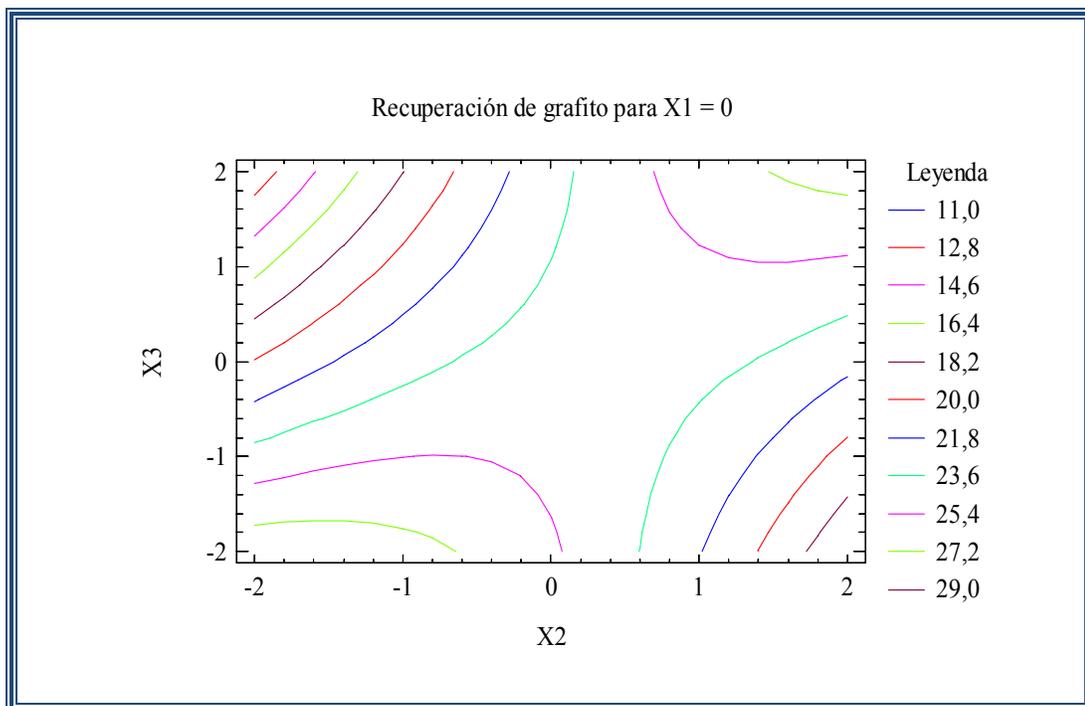


Figura 42. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.

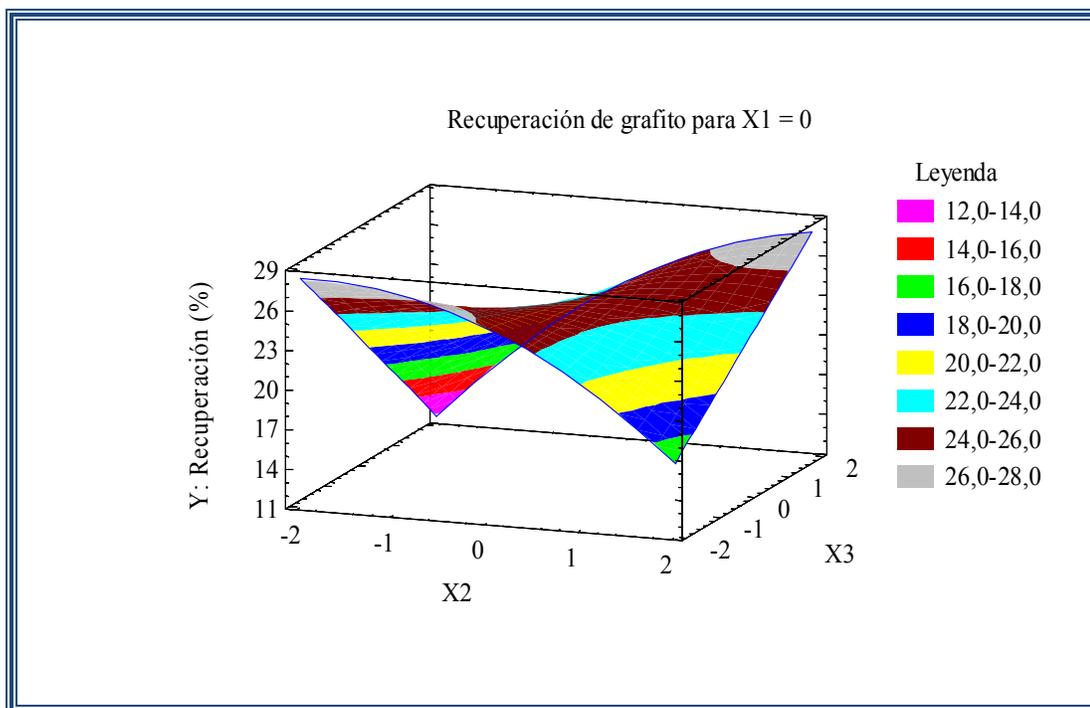


Figura 43. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.

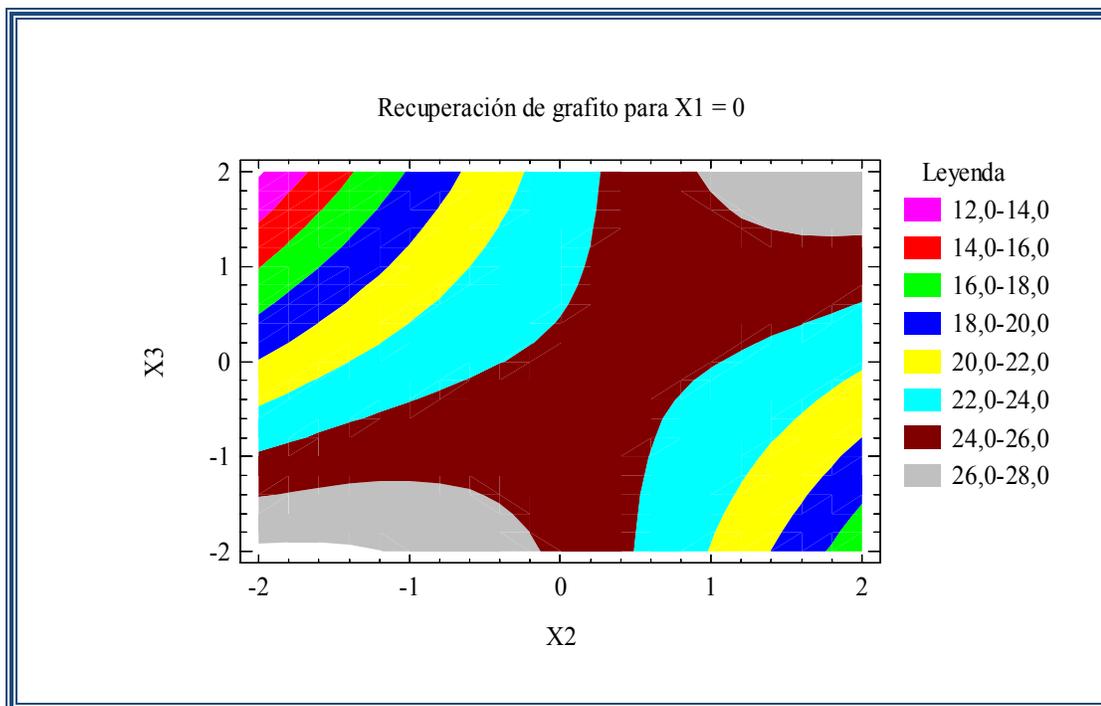


Figura 44. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.

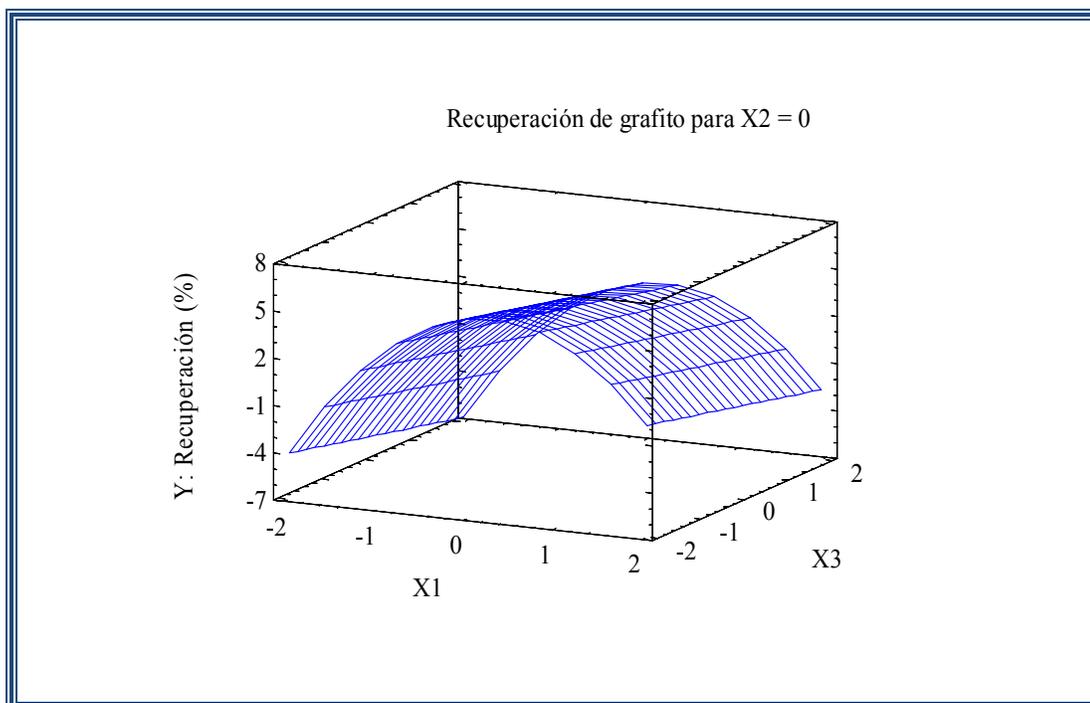


Figura 45. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.

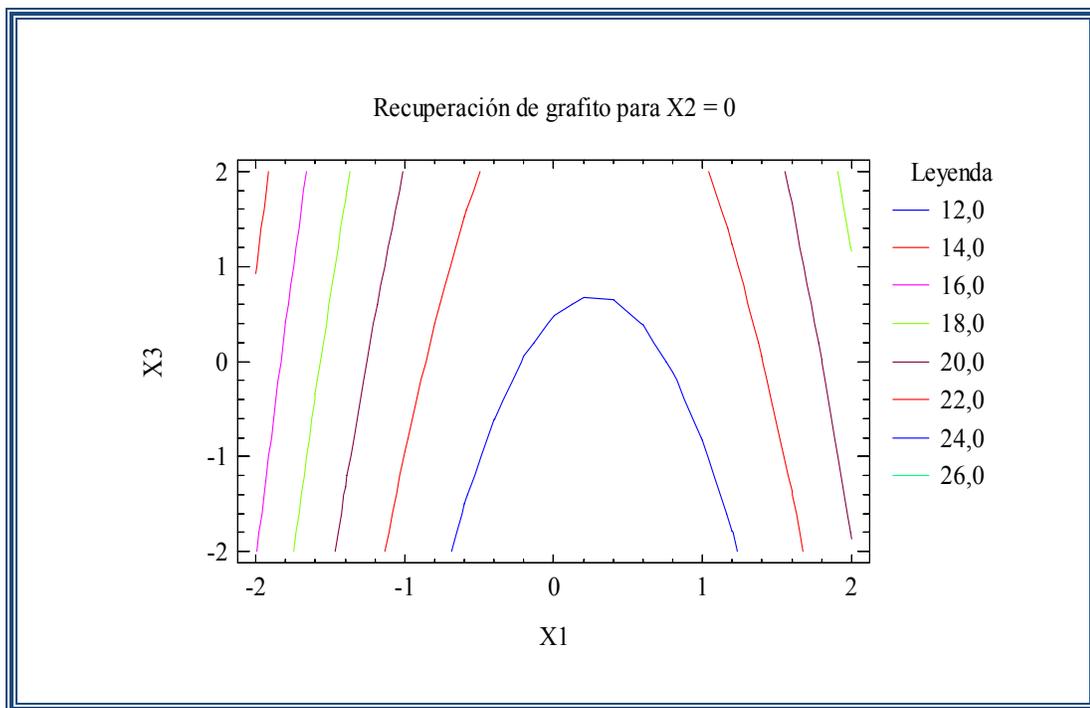


Figura 46. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.

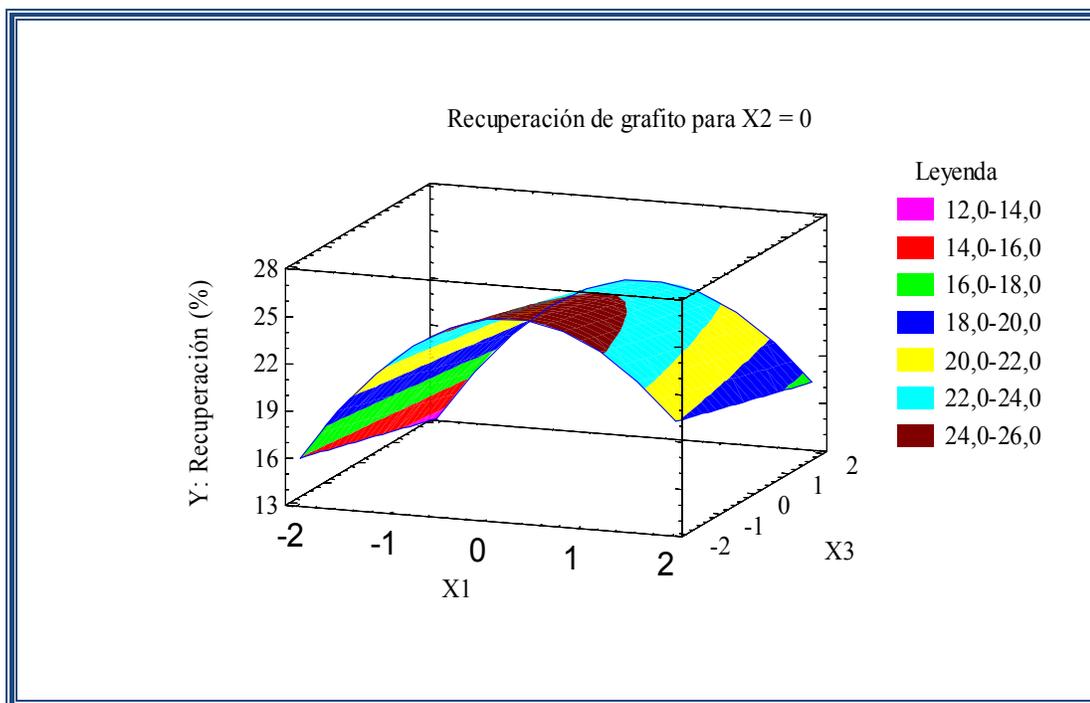


Figura 47. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.

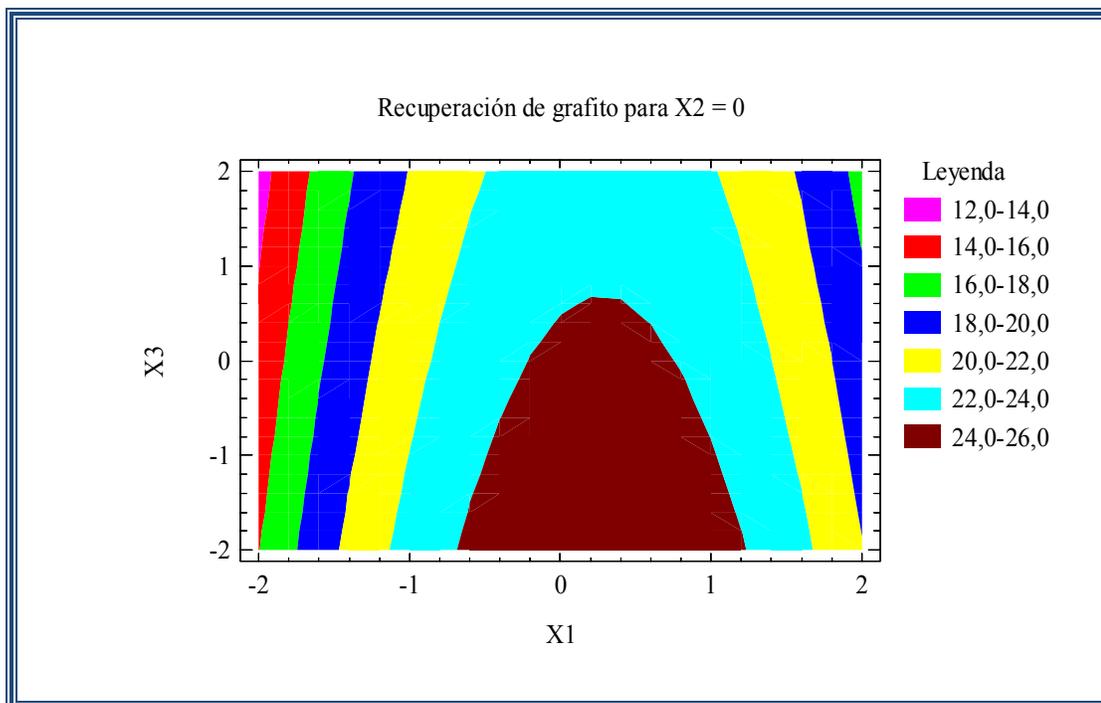


Figura 48. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.

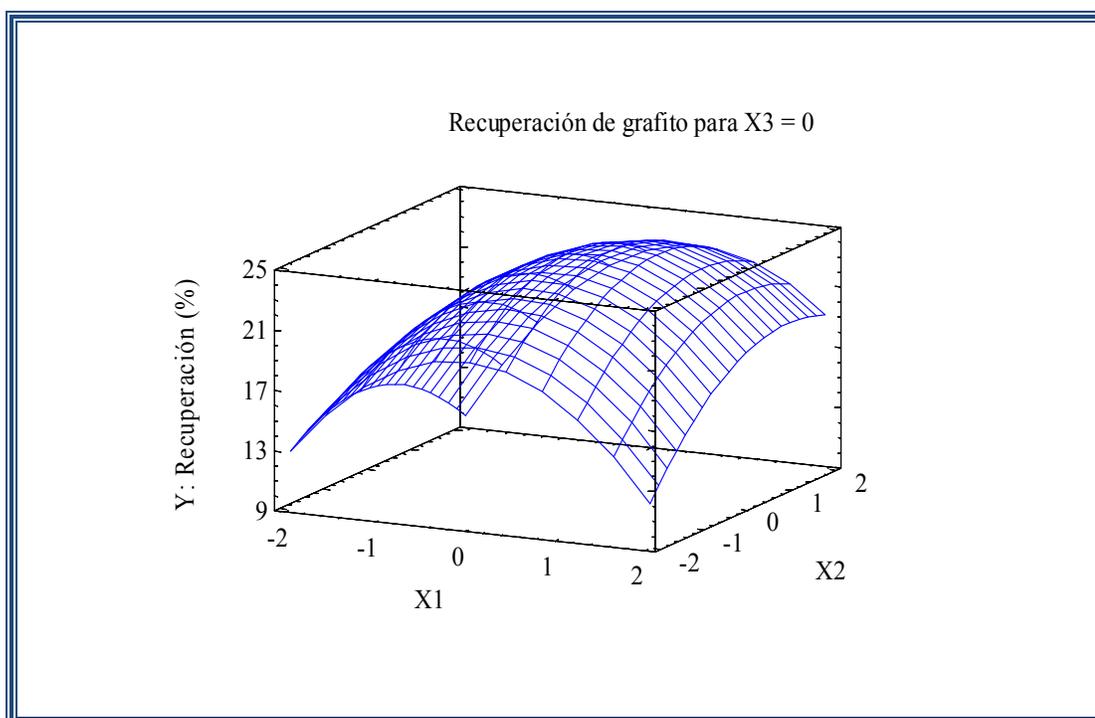


Figura 49. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito.

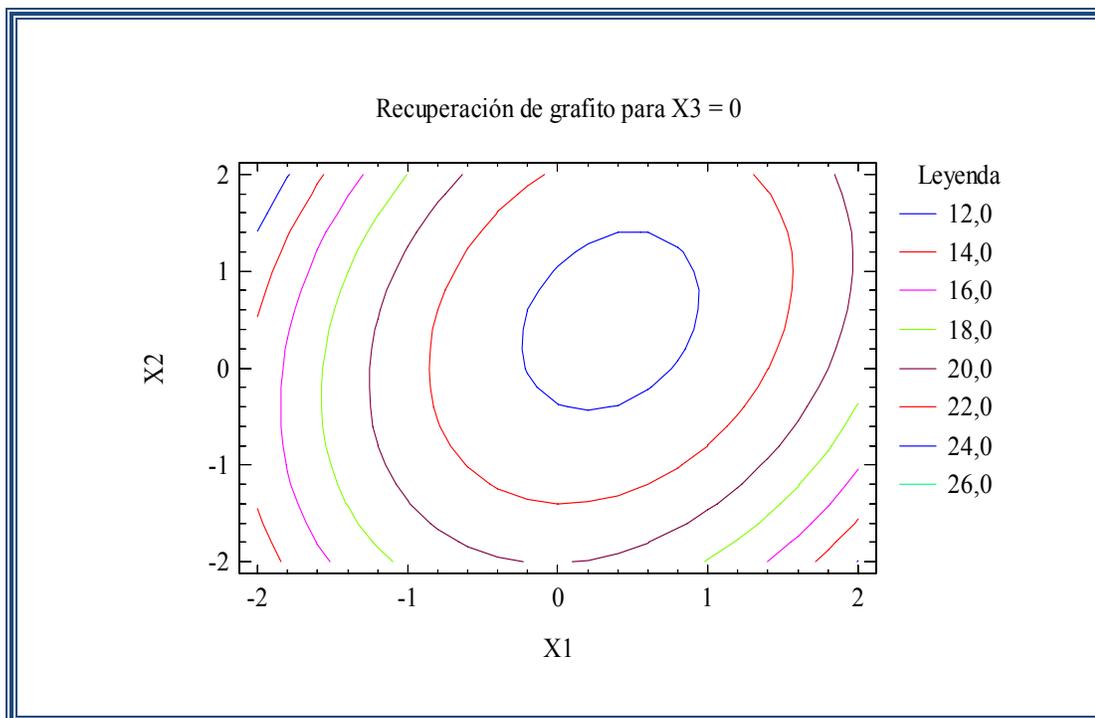


Figura 50. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta para la recuperación de grafito.

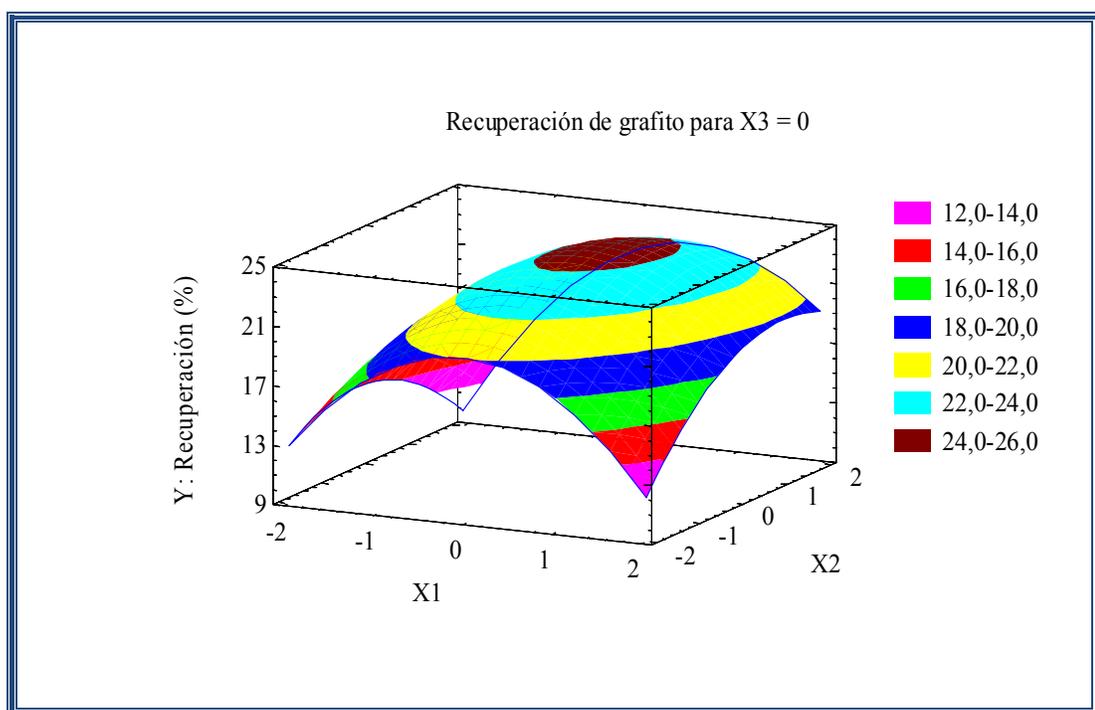


Figura 51. Superficie de respuesta en 3D para la recuperación de grafito, representa con regiones.

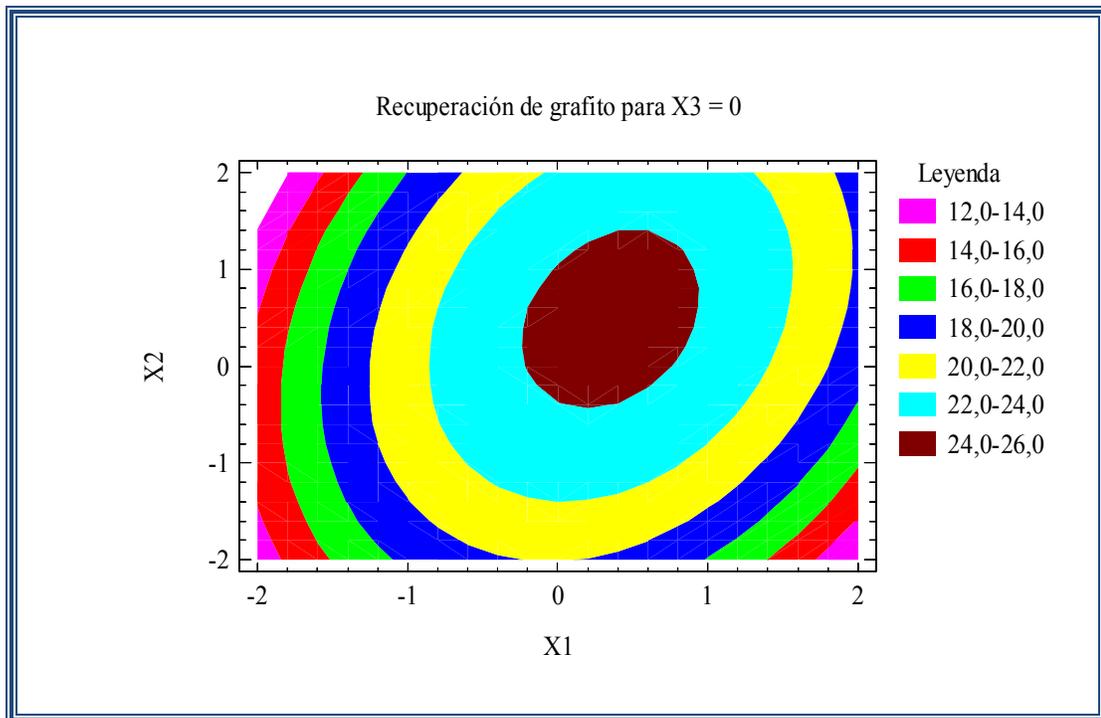


Figura 52. Gráfica de contornos de la superficie de respuesta, representada con isoregiones.

Según el modelo ajustado de segundo orden ($Y = 24,32 + 1,04*X_1 + 0,55*X_2 - 0,66*X_3 - 1,91*X_1^2 + 0,64*X_1*X_2 - 0,79*X_2^2 + 1,74*X_2*X_3$), se puede obtener un máximo de 27,40% de recuperación del grafito. Sin embargo, cuando en la práctica no es posible operar el proceso de flotación en el punto máximo obtenido, por ejemplo porque se incurriría a grandes pérdidas de tiempo y dinero, es necesario operar el proceso en una región que implique una menor pérdida de recursos, pero, sin sacrificar de forma considerable la recuperación del grafito.

La superficie de respuesta de la figura 41 se caracteriza por presentar un punto silla, es decir, sobre ella se pueden obtener dos puntos máximos y uno mínimo para la recuperación del grafito. En cambio, las gráficas de las figuras 45 y 49 presentan un solo punto máximo.

En la gráfica de contornos de la figura 48 se puede observar que la recuperación del grafito es más sensible a los valores negativos de la dosis de colector (X_1) que a los valores positivos. Esto indica que la recuperación del grafito, en principio, sufre un aumento considerable con el incremento de la dosis de keroseno, después solo crece levemente. Este razonamiento se refuerza al observar la figura 52 donde se evidencia el mismo comportamiento.

A continuación se presentan tres gráficas para el estudio de la adecuación del modelo ajustado y la verificación del cumplimiento de los tres supuestos del mismo: normalidad, varianza constante e independencia. La figura 53 corresponde a la gráfica de los residuos en papel probabilístico normal y se usa para verificar el supuesto de normalidad. La figura 54 corresponde a la gráfica de los residuos contra los valores predichos de la recuperación del grafito y se utiliza para verificar el supuesto de varianza constante. La figura 55 corresponde a la gráfica de los residuos contra el orden de corridas experimentales ejecutadas y se emplea para verificar el supuesto de independencia entre dichas corridas.

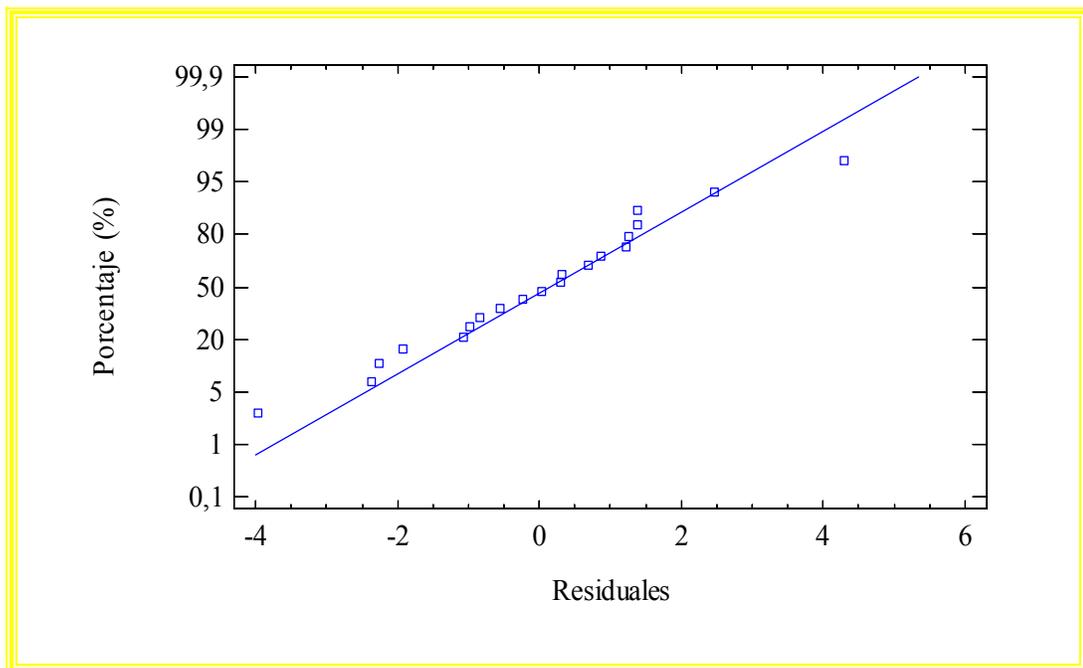


Figura 53. Gráfica de probabilidad normal de los residuos.

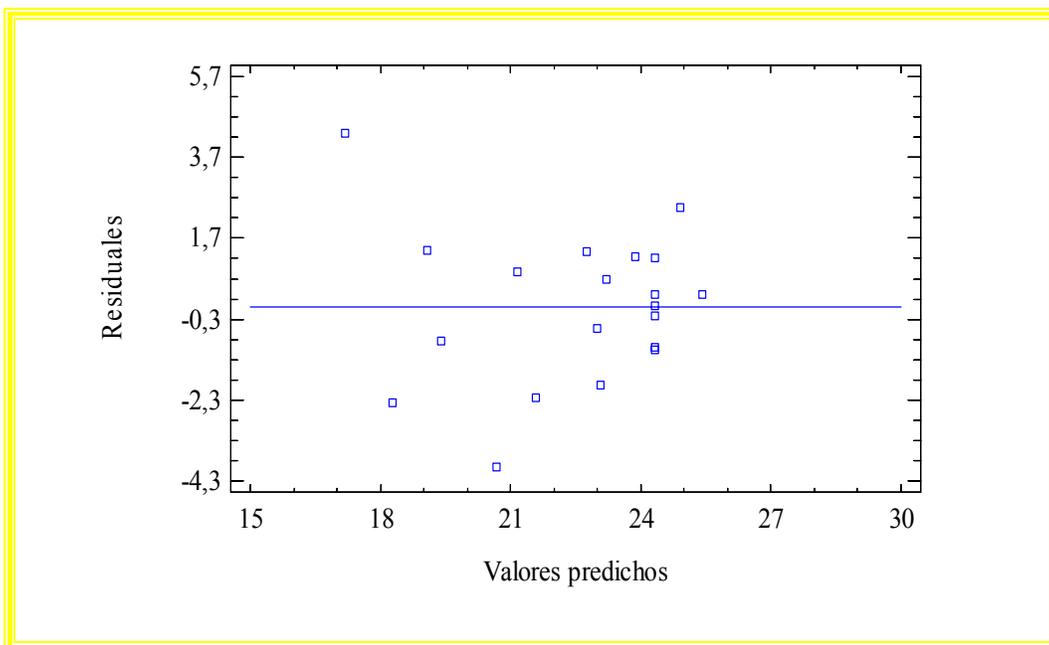


Figura 54. Gráfica de los residuales contra los valores predichos de la recuperación de grafito.

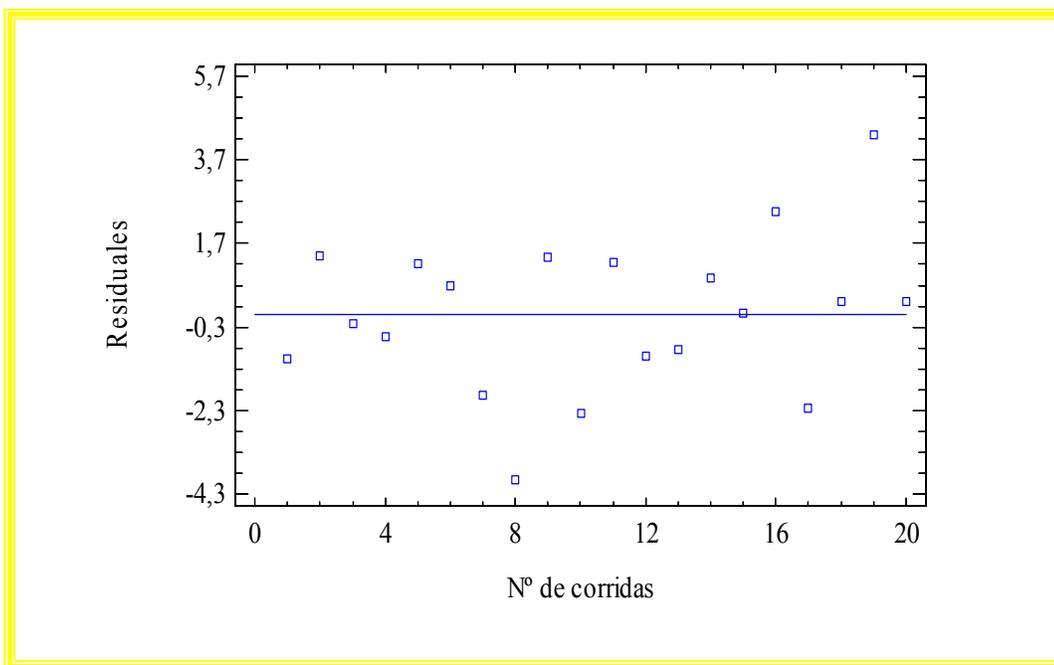


Figura 55. Gráfica de los residuales contra el orden de las corridas experimentales efectuadas.

En la gráfica de la figura 53 se puede ver claramente que los puntos tienden a ubicarse sobre una línea recta, por consiguiente, el supuesto de normalidad se satisface. Luego, la adecuación del modelo para describir el comportamiento de la recuperación de grafito en función de los tres parámetros de proceso seleccionados es aceptable.

Al observar la gráfica de la figura 54 se puede decir que el supuesto de varianza constante se cumple satisfactoriamente ya que los puntos no muestran un patrón específico o una tendencia. Pues aunque el primer punto corresponde a un residual atípico, éste no es suficiente para que ocurra una violación al cumplimiento del supuesto.

Al igual que en el caso anterior, en la figura 55 no se aprecia ninguna tendencia en los puntos graficados. Por lo tanto, se puede asegurar que no existe correlación alguna entre los residuales y el supuesto de independencia se satisface. Este hecho se debe a la aleatorización adecuada del experimento ya que la misma garantiza la independencia.

5.4 Etapas sucesivas de flotación del grafito

En la tabla 24 se presentan los resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas, productos de las tres etapas de flotaciones sucesivas del concentrado correspondiente al ensayo de flotación que dio la mayor recuperación (27,40%). Como se puede observar en esta tabla, el grado de concentración de grafito (%C) aumentó hasta 36,89% con la primera etapa de flotación. Mientras que con la segunda etapa se incrementó hasta un 45,77%. Pero luego de una tercera etapa de flotación, el grado de concentración solo se incrementa levemente en 1,64%, siendo su valor ahora de 47,41%. Este aumento no fue sustancial debido a la presencia de granos mixtos en los concentrados los cuales fueron observados por microscopio electrónico. También había granos libres de ganga impregnados de grafito que los hizo flotables.

En la tabla 24 también se puede apreciar que los porcentajes de grafito presentes en las colas son relativamente altos, sobre todo en las colas correspondientes a la tercera etapa de flotación (26,21%). Esto se debe a que en cada etapa de flotación posterior se incrementa la ley del concentrado, y por lo tanto, aumenta el porcentaje de grafito en las colas correspondientes. Este hecho constituye un motivo suficiente para efectuar flotaciones sucesivas también de las colas.

Tabla 24. Resultados de los análisis de carbono para el concentrado y las colas, productos de las etapas sucesivas de flotaciones en la columna.		
Reflotación N°	%C	
	Concentrado	Colas
1	36,89	12,92
2	45,77	20,42
3	47,41	26,21

En la tabla 25 se muestran las pérdidas y las recuperaciones de grafito calculadas para las tres etapas de flotaciones realizadas en la columna. En dicha tabla se puede ver que la cantidad de grafito contenido en las colas va disminuyendo a medida que aumenta las etapas de flotación, siendo muy pequeña en la última etapa (0,24 gr). Lo contrario sucede con la recuperación del grafito que se va incrementando con el número de etapas de flotación, siendo su valor de un 84,07% en la última etapa.

Tabla 26. Pérdidas y recuperaciones de grafito obtenidas en las etapas sucesivas de flotaciones en la columna.					
Reflotación N°	Grafito en la alimentación (gr)	Grafito en el concentrado (gr)	Grafito en las colas (gr)	Pérdida de grafito (gr)	Recuperación de grafito(%)
1	14,93	4,08	10,30	0,55	27,31
2	4,08	2,43	0,94	0,71	59,62
3	2,43	2,04	0,24	0,15	84,07

CONCLUSIONES

El diseño central compuesto rotatable (DCCR) resultó ser muy útil para modelar y optimizar la recuperación del grafito proveniente del cerro Osumita.

Las recuperaciones obtenidas en las corridas que se ejecutaron en el centro del diseño presentaron una desviación estándar pequeña (0,85), indicando una mayor precisión en los valores observados.

El máximo valor de la recuperación de grafito obtenido fue de 27,40% y se alcanzó bajo las condiciones: *dosis de keroseno = 177.7 ml/ton, dosis de flotanol D25 = 167.0 ml/ton y %partículas<mall = 86,8%*.

El porcentaje de material pasante de la malla 100 contenido en la muestra recibida en el laboratorio era del 6,25% y aumentó hasta un 84,62% después de la preparación mecánica.

Las recuperaciones de grafito obtenidas en los ensayos de flotación fueron relativamente bajas (entre 15,9 y 27,4%).

La ley del concentrado y la recuperación del grafito aumentaron con el número de etapas sucesivas de flotaciones aplicadas al concentrado producido en el ensayo que dio el mejor resultado, siendo sus valores de 47,41 y 84,07%, respectivamente, en la última flotación (tercera etapa).

El efecto de interacción dosis de keroseno-granulometría del mineral y el efecto de curvatura de la granulometría del mineral no aportaron nada para la explicación del comportamiento de la recuperación del grafito mediante el modelo matemático de segundo orden obtenido.

El efecto de curvatura de la dosis de colector y el efecto de interacción entre la dosis de flotanol D25 y la granulometría del mineral fueron los que más influyeron sobre la recuperación del grafito.

Durante los ensayos de flotación realizados en la columna se produjeron pérdidas apreciables de grafito (entre 8,81 y 19,88 gr).

Los tres supuestos del modelo (normalidad, varianza constante e independencia) se verificaron y se cumplieron satisfactoriamente.

RECOMENDACIONES

- Instalar dispositivos en la columna de flotación que permitan variar algunos parámetros de proceso que se mantuvieron constantes en las corridas experimentales.
- Realizar nuevos ensayos de flotación en la columna, variando otros factores de proceso, además de los tres factores estudiados en este trabajo.
- Realizar un experimento de tamizado para hacer un estudio general de todos los factores de proceso que pueden influir sobre la recuperación del grafito y seleccionar los factores que la afectan de manera significativa.
- Aplicar un diseño factorial completo (2^k) o fraccionado (2^{k-p}) con repeticiones al centro y ajustar un modelo de primer orden como una primera aproximación a la verdadera superficie de respuesta.
- Aplicar el método del ascenso más pronunciado si la adecuación del modelo de primer orden se satisface, en caso contrario, aplicar el diseño central compuesto rotatable (DCCR).
- Efectuar ensayos de flotación directa del grafito en celdas convencionales y en la columna de flotación para comparar los resultados que se obtengan. Luego, hacer estudios económicos para ver cuál de los dos equipos de flotación es más factible y rentable.
- Realizar etapas sucesivas de flotaciones del concentrado correspondiente al ensayo de flotación cuyas condiciones de operación den la máxima recuperación del grafito.

BIBLIOGRAFÍAS

Alcalá E., Flores A. y Beltrán A. (2005). Proyecto “Capacitación de mineros en Escuela Minera de Chiripujio”. Manual de entrenamiento en concentración de minerales. Servicio Nacional de Geología y Técnico de Minas (SERGEOTECMIN), Bolivia. Disponible: www.sergeomin.gov.bo/escminchi.htm. [Consulta: 2009, enero 15].

Aslan N., Cifci F. y Yan D. (2008). Optimization of process parameters for producing graphite concentrate using response surface methodology. *Separation and purification technology*, 59 (1), p. 9-16.

Aslan N. (2008). Application response surface methodology and central composite rotatable design for modeling and optimization of a multi-gravity separator for chromite concentration. *Powder Technology*, 185 (7), p. 80-86.

Aslan N. y Fidan R.(2008). Optimization of Pb flotation using statistical technique and quadratic programming. *Separation and purification technology*, 62(2), p.160-165.

Aslan N. y Cebeci Y. (2007). Application of Box–Behnken design and response surface methodology for modeling of some Turkish coals. *Fuel*, 86 (8), p. 90-97.

Azañero A., Núñez P., León E., Morales M., Jara J. y Rendón J. (2003). Avances en flotación columnar. *Revista del instituto de investigación*, 6 (11), p. 82-90. Disponible: http://www.scielo.org.pe/scielo.php?pid=S1561-08882003000100010&script=sci_abstract. [Consulta: 2009, enero 22].

Bergh L., Yianatos J. y Leon A.(2005). Multivariate projection methods applied to flotation columns, *Minerals Engineering*, 18 (7), p. 721–723.

Briceño Clara y Salazar Jaime (1999). Estudios semi-industriales para la recuperación, por flotación, del grafito proveniente del yacimiento de Osumita, estado Cojedes. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Chirinos, José (2001). Estudio exploratorio para la recuperación de la cianita proveniente de cerro Gordo, estado Cojedes. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Colorado B., Luis G., Millán D. y Natacha C. (2003). Estudio para la concentración de carbonatos provenientes de una mena de magnesita de Tinaquillo, estado Cojedes. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Corporación de Desarrollo de la Región Central (CORPOCENTRO). Oficina Técnica de Geología y Minería, (1993). Estudio geoeconómico integral detallado de depósitos de grafito, área de Osumita, estado Cojedes. Caracas: Simón Rodríguez.

Corporación de Desarrollo de la Región Central (CORPOCENTRO). Oficina Técnica de Geología y Minería, (2003). Estudio Geológico, estructural, cuantitativo, minero y financiero del depósito de grafito diseminado, área de Osumita municipio El Pao de San Juan Bautista, Estado Cojedes. Valencia.

Di Yorio C., García F., Hernández A., Ayala N. y Cornejo N. (1998). Enriquecimiento de menas grafiticas venezolanas mediante separación electrostática y flotación directa. *Revista de Metalurgia*, 34 (número extraordinario), p. 409-412.

Dowling E., Klimpel R. y Aplan F. (1987). Use of kinetic model to analyze industrial flotation circuits, Proceedings of the International Symposium on Innovative Technology and Reactor Design in Extractive Metallurgy Warrendale, p. 533–552.

Drzymala J., Mielczarski E. y Mielczarski J. (2007). Adsorption and flotation of hydrophilic and hydrophobic materials in the presence of hydrocarbon polyethylene glycol ethers. Colloids and surfaces, 308 (5), p. 111.117.

Errol, K. y Spottiswood, D. (1982). Introduction to mineral processing. Tomos 1 y 2. New York, John Wiley. 475 p.

Falutsu M. (1994). Column flotation froth characteristics—stability of the bubble–particle system, International Journal of Mineral Processing, 40 (3), p. 225–243.

Finch J. y Dobby G. (1990). Column Flotation, Pergamon Press, Oxford.

Fueyo L. (1999). Equipos de trituración, molienda y clasificación. Tecnología, diseño y aplicación, 1era ed. Madrid, Rocas y Minerales. 360 p.

Ghodke S., Ananthanarayan L. y Rodríguez L. (2009). Use of response surface methodology to investigate the effects of milling conditions of damaged starch, dough stickness and chapatti quality. Food Chemistry, 112 (2), p. 1010-1015.

Gutiérrez, H. y De la Vara, R. (2004). Análisis y diseño de experimentos, 2da ed. México, Mc Graw-Hill. 591 p.

Harborts G., Jackson B. y Manlapig E. (1994). Recent advances in Jameson flotation cell technology, Minerals Engineering, 7 (2), p. 319–332.

Harris C. y Rimmer H. (1996). Study of a two phase model of the flotation process, *Inst. Min. Metall.*, p. 153–161.10.

Hay M. y Rule C. (2003). SUPASIM: a flotation plant design and analysis methodology. *Minerals Engineering*, 16 (4), p. 1103-1109.

Hernández F. y Calero M.(2001). Froth flotation: kinetic models based on chemical analogy, *Chemical Engineering and Processing*, 40 (3), p. 269–275.

Lu X. y Forssberg E. (2001). Technical note flotation selectivity and upgrading of woyna fine graphite concentrate. *Minerals Engineering*, 14 (11), p. 1541-1543.

Lynch A., Johnson N., Manlapig E. y Thorne C. (1981). Mineral and coal flotation circuits, Chapter 3: mathematical models of flotation. In: D.W. Fuerstenau, Editor, *Development in Mineral Processing*, Elsevier, Amsterdam.

Martínez M., Vivas M., Marrero S., Meléndez W., Garbán G. y Benavides A. (2003). Características morfológicas y cristalográficas del grafito de Osumita, Venezuela, y su uso como geotermómetro. *Estudios Geológicos*, 59, p. 267-276.

Méndez R. y Servin J. (1991). Beneficio de grafito amorfo en columna de flotación. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad de Sonora, México. Disponible: https://altar.uson.mx/cgi-bin/biblio.sh/dig_tesiswebdet.htm?crit1=&busq1=&crit2=&busq2=&h_Opcion=INDICE&h_Valor=B. [Consulta: 2009, febrero 4].

Montgomery, D. (2007). *Diseño y análisis de experimentos*. 2da ed. México, Limusa Wiley. 700 p.

Naik P., Reddy P. y Misra V. (2005). Interpretation of interaction effects and optimization of reagent dosages for fine coal flotation. *International Journal of Mineral Processing*, 75 (1), p. 83–90.

Nelly E. y Spottiswood D. (1990). *Introducción al procesamiento de minerales*, 1era ed. México, Limusa. 526 p.

Páez D. y César A. (2001). Modelación y simulación matemática de una columna de flotación en condiciones estacionarias en la recuperación de pirita aurífera del material proveniente de las colas de Minerven, El Callao, estado Bolívar. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Pazanin, M. (2002). Obtención de concentrados de óxido de magnesio, a partir de magnesita proveniente del área Cerrito Blanco en Tinaquillo, estado Cojedes. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Peláez, E. (1986). Preparación y concentración de minerales. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Ravikumar K., Pakshirajan K., Swaminathan T. y Balu K. (2005). Optimization of batch process parameters using response surface methodology for dye removal by a novel adsorbent. *Chemical Engineering Journal*, 105 (6), p. 131-138.

Sánchez, Carmelo (1999). Estudio de la flotabilidad del grafito de la mena de Osumita, estado Cojedes, mediante el uso de una columna de flotación. Trabajo Especial de Grado. Inédito. Universidad Central de Venezuela, Caracas.

Sripriya R., Rao P. y Choudhury R. (2003). Optimization of operating variables of fine coal flotation using a combination of modified flotation parameters and statistical techniques, *International Journal of Mineral Processing*, 68 (7), p. 109–127.

Terblanche A. Grobler W., Önal G. y Güney A. (1998). Turbo Flotation Column with Enhanced Flotation Performance, Balkema, Rotterdam ISBN: 90 5809 0132.

Uçuruma M.y Bayat O.(2007).Effects of operating variables on modified flotation parameters in the mineral separation. Separation and Purification Technology, 55 (2), p. 173-181.

Uribe A., Vazquez V. Perez R. y Nava F. (1999). A statistical model for the concentrate water in flotation columns, Minerals Engineering, 12 (8), p. 937–948.

Wissler M. (2006). Graphite and carbon powders for electrochemical applications. Journal of Power Sources, 156 (3), p. 142-150.

Wakamatsu T. y Numata Y. (1991). Flotation of graphite. Minerals Engineering, 4 (7), p. 975-982.

Yuan X., Palsson B. y Forsberg K.(1996). Statistical interpretation of flotation kinetics for a complex sulphide ore, Minerals Engineering 9 (4), p. 429–442.

<http://www.pdvsa.com/lexico/e551w.htm>

<http://www.pdvsa.com/lexico/l201w.htm>

<http://www.pdvsa.com/lexico/t341w.htm>

GLOSARIO DE TÉRMINOS

Coefficiente de determinación (R^2)

Es uno de los estadísticos más útiles para medir la calidad global de un modelo de regresión lineal múltiple y está dado por: $R^2 = ((SC_T - SC_E) / SC_T) * 100\%$.

Coefficiente de determinación ajustado (R^2_{aj})

Es otro de los estadísticos más útiles para medir la calidad global de un modelo de regresión múltiple y está dado por: $R^2_{aj} = ((CM_T - CM_E) / CM_T) * 100\%$.

Cuadrados medios (CM)

Es la suma de cuadrados divididos entre sus respectivos grados de libertad. Por lo tanto, se pueden obtener el cuadrado medio total (CM_T), el cuadrado medio del modelo (CM_M) y el cuadrado medio del error (CM_E).

Diseño o matriz de diseño

Es el arreglo formado por los diferentes tratamientos que serán corridos, incluyendo sus réplicas o repeticiones.

Efectos principales o lineales

Son los cambios que se producen en la media de la variable de respuesta debido a la acción individual de cada uno de los factores de proceso.

Efectos de interacción

Son los cambios que se producen en la media de la variable de respuesta debido a la interacción de los factores de proceso entre sí. En este caso, el efecto de un factor sobre la variable de respuesta depende del nivel en que se encuentra el otro.

Efectos cuadráticos o de curvatura pura

Son los cambios que se producen en la media de la variable de respuesta debido a la acción del término cuadrático de cada uno de los factores de proceso.

Error aleatorio

Es la variación natural que se produce en las variables de respuesta de un proceso y que se debe a causas aleatorias que no se pueden explicar ni controlar.

Error experimental

Es el error que el experimentador comete por equivocación durante la planificación y/o ejecución del experimento.

Error estándar de estimación (σ)

Es una estimación de la desviación estándar del error y se utiliza para medir la calidad del ajuste de un modelo, y está dado por: $\sigma = (SC_E/(n-k-1))^{1/2}$. Este será menor si la SC_E es menor, en consecuencia, la calidad del ajuste del modelo será mejor.

Estadístico de prueba F

Es un estadístico que permite medir la significancia del modelo de regresión lineal múltiple y está dado por: $F_o = CM_M/CM_E$. Mientras más grande sea el valor de F mayor es la significancia del modelo o efectos de las variables de proceso.

Estadístico de prueba Durbin-Watson

Este estadístico permite diagnosticar la presencia de correlación entre residuos consecutivos (ordenados en el tiempo), lo cual constituye una posible manifestación de falta de independencia entre las corridas realizadas.

Experimento

Es un cambio que se realiza en las condiciones de operación de un sistema o proceso con el fin de medir el efecto que produce dicho cambio sobre una o varias propiedades del producto del proceso.

Factor de proceso real

Es la variable que se investiga en el experimento para saber cómo afecta a la variable de respuesta. Un factor de proceso puede ser controlable o no controlable durante la operación normal del proceso.

Factor de proceso codificado

Es una variable de proceso real que se codifica en el intervalo $[-1, 1]$ con la finalidad de facilitar o simplificar los cálculos matemáticos.

Género

Es el mineral sometido a las operaciones de preparación y concentración de minerales.

Grado de libertad

Es un estimador del número de categorías independientes en un experimento estadístico y su valor es $n-r$, donde n es el número de muestras y r es el número de categorías dependientes.

Intervalo de confianza

Es un rango de valores donde se estima que está el valor de un parámetro con cierto nivel de seguridad o confianza.

Media del error absoluto (mea)

Es otra medida de la calidad del ajuste de un modelo y está dada por la suma de los valores absolutos de los residuales. Mientras más pequeños sean los residuos,

la media del error absoluto será más pequeña y la calidad del ajuste del modelo será mejor.

Mejor tratamiento

Es la mejor combinación de niveles de los factores de proceso y generalmente es uno de los tratamientos que se corrieron en el experimento.

Muestra cabeza

Es la muestra representativa de mineral tomada en campo.

Niveles

Son los diferentes valores que se asignan a cada uno de los factores de proceso en un diseño experimental.

Punto óptimo

Es el mejor tratamiento posible en toda la región de operabilidad.

Recuperación

Es la relación entre la cantidad de uno de los componentes del concentrado y la cantidad del mismo componente que estaba presente en la alimentación.

Región experimental

Es el espacio delimitado por los rangos de valores de los factores de proceso que se investigan en un diseño experimental.

Región de operabilidad

Es el espacio delimitado por el conjunto de todos los puntos donde el sistema o proceso puede ser operado.

Significancia observada o calculada (*p-value*)

Es el área bajo la distribución de referencia más allá del valor del estadístico de prueba. De manera específica, en una tabla de Anova, si *p-value* es menor que el valor de α predefinido (normalmente 0,05), entonces el efecto de un factor o el modelo es significativo.

Significancia predefinida (α)

Es la probabilidad de que ocurra el error tipo I (se rechaza la hipótesis nula siendo que es verdadera) en la prueba de una hipótesis estadística. A α también se le llama significancia de la prueba y es predefinida por el investigador o experimentador. Generalmente se utilizan los valores 0,05 ó 0,01, dependiendo del riesgo máximo que el experimentador esté dispuesto a correr (rechazar la hipótesis nula cuando ésta es verdadera).

Suma de cuadrados del error (SC_E)

Es una medida de la variación presente en las observaciones experimentales y que son causadas por el error aleatorio. El grado de libertad de la SC_E es $N-k$.

Suma de cuadrados del modelo (SC_M)

Es una medida de la variabilidad presente en las observaciones experimentales y que puede ser explicada por el modelo de regresión lineal múltiple. El grado de libertad de la SC_M es $k-1$, donde k es el número total de factores de proceso.

Suma de cuadrados totales (SC_T)

Es una medida de la variabilidad o variación total presente en las observaciones experimentales. El grado de libertad de la SC_T es $N-1$, donde N es el número total de observaciones experimentales.

Tratamiento

También denominado punto de diseño, es una de las combinaciones posibles de los niveles de los factores de proceso que se estudian en un diseño experimental.

Unidad experimental

Es la muestra representativa de un conjunto global sobre la cual se experimenta.

Variable de respuesta

Es la variable de salida o característica de calidad del producto de un proceso y que se desea mejorar u optimizar en un diseño experimental.

Varianza

Es una medida de la dispersión de una variable aleatoria con respecto a su valor esperado.