2012



DESARROLLOS RECIENTES EN METALURGIA, MATERIALES Y MEDIO AMBIENTE

CAPÍTULO 27

CARACTERIZACIÓN Y ESTUDIO DE SEPARACIÓN GRAVIMÉTRICA DE ARENAS DE ARCILLAS CAOLINÍTICAS PROCEDENTES DE AGUA BLANCA DE ITURBIDE, HIDALGO (MÉXICO)

Legorreta-García F.¹, Olvera-Venegas P.N.¹, Hernández-Cruz L.E.¹, Bolarín-Miró Ana M.¹ y Sánchez De Jesús F¹.

> ¹ UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO, INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA, ÁREA ACADÉMICA DE CIENCIAS DE LA TIERRA Y MATERIALES

> > ISBN 978-607-9023-17-1

Materiales

CAPÍTULO 27

Caracterización y Estudio de Separación Gravimétrica de Arenas de Arcillas Caoliníticas Procedentes de Agua Blanca de Iturbide, Hidalgo (México)

Legorreta-García F.¹, Olvera-Venegas P.N.¹, Hernández-Cruz L.E.¹, Bolarín-Miró Ana M.¹ y Sánchez De Jesús F¹.

¹ Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5, Mineral de la Reforma Hidalgo, México, 42184.

Resumen

En la presente investigación se realizó la caracterización de los desechos de caolín, arenas con partículas que oscilan entre 500 y 37 micrómetros, provenientes del municipio de Agua Blanca de Iturbide en el Estado de Hidalgo (México). Para efectuar su caracterización se utilizaron los métodos de Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Barrido, Análisis Químico con Plasma Acoplado (ICP) y Análisis de Distribución de Tamaños de Partícula con cribas. De igual manera se realizó una separación gravimétrica en mesa concentradora Wilfley, estudiando tres parámetros: el caudal del agua de dilución, la inclinación de la mesa y los golpes por minuto (RPM). Los productos obtenidos fueron analizados químicamente, determinándose distintos tipos de óxidos tales como: Fe, Ti y silicatos de aluminio.

Palabras clave: Caolín; Arenas; Separación gravimétrica.

1. Introducción

México es uno de los países que tiene una gran cantidad de recursos minerales, que le brindan un amplio potencial minero, y no sólo en el caso de los minerales metálicos, sino también en los no metálicos. Doce estados de la república mexicana tienen importantes yacimientos de caolín (Al₂O₃SiO₂'2H₂O), siendo Hidalgo, Zacatecas, Veracruz y Guanajuato, entidades que han figurado entre los primeros lugares en la producción de este mineral en los últimos años [1]. Dentro de los municipios

de mayor importancia con yacimientos de caolín en el Estado de Hidalgo se encuentra Agua Blanca de Iturbide, cuyo potencial geológico se extiende hasta el estado de Veracruz, mayoritariamente en el municipio de Huayacocotla, sin embargo, el valor económico de sus minerales es muy bajo debido a la gran cantidad de impurezas que contiene [1, 2].

En general los yacimientos de caolín en México son muy irregulares, se presentan en diversas calidades, tamaños muy heterogéneos y con impurezas diversas tales como, óxidos de fierro, titanio, cuarzo y sílice [3]. Una de sus principales impurezas son las arenas de SiO_2 la cual es un compuesto relativamente estable; es un subproducto que se crea durante la formación geológica del caolín (arcilla compuesta de partículas muy finas). Para su mejor aprovechamiento es necesario realizar una separación de tamaños cuyas partículas gruesas corresponden mayoritariamente a la sílice y por este motivo se considera importante procesarla y darle un uso porque a largo plazo estas arenas, consideradas como desecho, generan a las empresas una importante pérdida monetaria [4, 5].

Básicamente, su procesamiento se puede realizar siguiendo dos vías diferentes, de acuerdo a su calidad final: en seco y en húmedo. El primero es principalmente utilizado en caolines con un mayor contenido de sílice y el segundo en caolines con contenidos altos en alúmina [6-8]. En el procesamiento en seco sólo se remueve la arena, se clasifica el caolín por tamaños de partícula y se seca. En el segundo, se realizan además otros pasos, en donde el agua es utilizada para realizar el lavado obteniendo un producto más fino y de mayor calidad; este último se usa principalmente para la industria del papel [8].

En algunas plantas de purificación de caolín, después de la preparación mecánica existe una etapa que se le denomina desarenado; estas arenas contienen un alto porcentaje de sílice, alúmina y otras impurezas, las cuales representan un problema al medio ambiente [9-12]. Razón por la cual, en este trabajo se caracterizan física y químicamente las arenas de sílice obtenidas del procesamiento de un mineral de caolín proveniente del municipio de Agua Blanca de Iturbide, Hidalgo, determinando sus especies y separándolas mediante una mesa concentradora Wilfley con la finalidad de darles un valor agregado y buscarles alternativas de uso en lugar de desecharlas.

2. Procedimientos experimentales

Se utilizó como materia prima muestras de mineral de caolín obtenido directamente de las minas de Agua Blanca de Iturbide, Hidalgo. El material proveniente de mina se redujo de tamaño por medio de una quebradora de quijadas marca Allis Mineral Systems, modelo N184T17FB12C, hasta obtener 100% de trozos de material a - ¼ de pulgada. Posteriormente, el mineral quebrado se alimentó a una celda de flotación Marca Denver acondicionada con una propela de doble aspa, a la cual se le adicionó agua hasta obtener una pulpa homogénea y espesa, sin determinar el porciento de sólidos en peso. La pulpa se pasó por una serie de cribas marca Tyler, con ayuda de agua de grifo, con la finalidad de realizar el análisis de cribas.

El mineral de cabeza constituido por partículas de arena, cuyos tamaños se encontraban entre 500 y 37 µm, se muestreó y pulverizó en un mortero de ágata para después analizarlo químicamente con un espectrómetro de alta dispersión de plasma acoplado inductivamente (ICP), marca Perkin Elmer, modelo Optima 3000 XL. A dicho mineral se le efectuó un análisis cristalográfico en un difractómetro de rayos X marca Inel, modelo Equinox 2000, con un paso de 0.02° en el rango de 10-110° (2 θ) utilizando radiación de Cu-K α (λ = 1.5418 Å) y para determinar su morfología, se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca Jeol, modelo JSM-6300, se realizó también análisis químico semicuantitativo por espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS) para determinar la

composición química de los polvos para corroborar la concentración porcentual aproximada de óxidos de hierro, (Fe₂O₃), óxidos de titanio (TiO₂) sílice (SiO₂) y alúmina (Al₂O₃) en la muestra de arenas.

Dichas arenas se separaron por medio de una mesa concentradora de laboratorio Wilfley tipo 13 A estándar, y durante todas las pruebas se mantuvo constante una alimentación de pulpa con un flujo de 15 kilogramos de arenas por hora a 18% de sólidos en peso, estudiando tres parámetros: el caudal del agua de dilución, la inclinación de la mesa y los golpes por minuto proporcionado por el mecanismo de vaivén y que puede ser ajustado voluntariamente mediante una manivela (rpm). En todas las pruebas se obtuvieron dos productos: los pesados y los ligeros, los cuales fueron filtrados secados y pesados para realizar la caracterización correspondiente y obtener los porcentajes de recuperación en peso.

3. Resultados y discusiones

3.1 Caracterización

Se procesó el material en seco, proveniente de la mina, reduciéndolo de tamaño, cuarteándolo y atricionando su pulpa, para después efectuar un análisis de distribución de tamaños, así como el análisis químico para cada producto obtenido de cada malla. Los resultados obtenidos son mostrados en la Tabla 1.

El análisis de cribas que aparece en porcentajes retenidos en cada malla, indica que el 29.6 % del material son arenas, material objeto de este estudio. De tal forma que más del 70 % en peso de la muestra presenta tamaños inferiores a 37 μ m, debido al origen del material arcilloso. Nótese además que los porcentajes en peso de los rangos comprendidos de 297 a 210 μ m, y de 149 a 125 μ m presentan los valores más importantes (4.5 %). El tamaño promedio calculado de las arenas, corresponde a 68.6 μ m.

TAMAÑO		Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al_2O_3	
(µm)	% PESO	-			-	
Cabeza						
Analizada		0.802	0.512	31.36	58.39	
+595	0.00	-	-	-	-	
-595 +500	1.70	0.869	0.43	27.00	58.32	
-500 +297	3.90	0.875	0.457	24.48	58.71	
-297 +210	4.50	0.786	0.421	27.97	55.67	
-210 +149	2.80	0.873	0.446	28.00	57.51	
-149 +125	4.50	0.926	0.555	29.86	53.86	
-125 +105	1.70	0.943	0.519	24.25	58.16	
-105 +63	2.80	1.061	0.528	26.31	61.29	
-63 +53	3.90	0.895	0.406	28.77	60.43	
-53 +44	2.80	0.864	0.428	36.19	53.54	
-44 +37	1.10	0.866	0.472	30.26	57.33	
-37	70.40	0.788	0.557	35.33	57.21	
100						
Desviación estándar		0.075	0.051	2.203	1.432	

Tabla 1. Análisis de cribas del mineral de mina.

Con el objetivo de trabajar con un rango de tamaños estrecho y cuyo porcentaje retenido fuera importante, se trabajó con arenas caoliníferas con tamaños que oscilan entre 500 y 37 micrómetros. De tal manera que a partir de ahora los resultados sólo se estarán refiriendo al trabajo realizado con las arenas dentro de este rango de tamaños.

El estudio cristalográfico de la arenas caoliníferas, es mostrado en la figura 1, el análisis exhibe principalmente a dos especies minerales, a la caolinita y a la sílice; esta última se detecta como la fase mayoritaria, en forma de cuarzo, tridimita y cristobalita.

Este hecho pone en evidencia que existe caolín adherido a las arenas. Dentro de las demás impurezas detectadas se pueden observar señales de óxidos de hierro y titanio (Fe_2TiO_4) y la griegita (Fe_3S_4). Estos resultados sugieren la propuesta de realizar algún proceso a las arenas, con la finalidad de incrementar la recuperación en peso de las arcillas caoliníticas.

Adicionalmente a estas arenas se les realizó análisis químico semicuantitativo por espectroscopía por dispersión de energía (EDS) para determinar su composición química y corroborar la concentración porcentual aproximada de sílice y alúmina en la muestra, estos resultados se muestran en la Tabla 2 en donde se puede apreciar que se tiene 30.14 % de SiO₂ y 55.39 % de Al₂O₃.

En la Figura 2 se presenta una imagen de la morfología de las arenas caoliníticas, las cuales presentan una forma irregular, una menor proporción tiene forma alargada, algunas son superficies que se observan con una consistencia compacta y otras superficies son porosas. Las superficies compactas podrían corresponder a partículas de sílice y las partículas porosas a la mezcla de especies mineralógicas de sílice y arcilla caolinítica. La distribución de tamaños es coincidente con aquella obtenida y presentada en el análisis granulométrico.



Figura 1. Difractograma de las especies minerales de las arenas caoliníferas, cuyos tamaños oscilan entre 500 y 37µm.

MUESTRA	Análisis Químicos (%)					
	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃		
CABEZA CALCULADA	0.80	0.302	29.902	57.500		
ARENAS ANALIZADAS POR EDS (+/- 0.2%)	0.99	0.240	30.140	55.390		

Tabla 2. Análisis químico semicuantitativo por espectrometría de dispersión de energía (EDS), comparado con la cabeza calculada.

Una vez caracterizada la muestra de arenas, se hizo la separación gravimétrica sobre la base de la fórmula del criterio de concentración que para este caso se tomó como 4, y por lo tanto fue factible separar, por medio de la mesa concentradora, parte de las impurezas (óxidos de Fe y Ti) contenidas en las arcillas caoliníticas. El análisis de los resultados obtenidos en cada una de las pruebas, fue mayormente enfocado en las recuperaciones en peso obtenidas y en los análisis químicos de los productos ligeros, debido a que la disminución de las impurezas en estos productos, es un buen indicativo de la eficiencia de la separación.



Figura 2. Imagen de Microscopía Electrónica de Barrido de las arenas caoliníferas.

3.2 Estudio del efecto de la cantidad de agua de dilución.

Con la finalidad de estudiar el caudal del agua de dilución de la pulpa en la mesa concentradora, se aplicaron tres diferentes flujos de agua: 3, 6 y 9 Lmin⁻¹. Durante toda la prueba, se mantuvo una alimentación constante de 15 kg h⁻¹ con 18 % de sólidos en peso, un ángulo de inclinación de 8° y los golpes por minuto en 320 rpm. Los análisis químicos de los productos obtenidos, es decir de los pesados y de los ligeros, son mostrados en la tabla 3. Los resultados muestran un bajo porcentaje en

peso de los productos pesados; asociado con las bajas concentraciones de Fe y Ti. Nótese que para los productos ligeros, existe una disminución de los contenidos de Fe_2O_3 y TiO₂ para las tres pruebas realizadas a diferentes caudales de agua, sin embargo, se presenta un incremento para la sílice SiO₂, pero los contenidos de alúmina Al₂O₃ permanecen prácticamente estables. En la barra de la izquierda de la figura 3 se muestran los porcentajes de los análisis de la muestra de las arenas del mineral de cabeza, es decir, antes de ser separada y se compara con los resultados obtenidos en los materiales ligeros.

Agua de	Draduata	0/ Daga	Análisis Químico (%)				
$(L min^{-1})$	FIOUUCIO	70 FESO -	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al_2O_3	
	PESADOS	24.6	0.853	0.412	23.90	62.20	
3	LIGEROS	75.4	0.666	0.260	31.97	57.19	
	PESADOS	18.8	1.019	0.449	21.19	60.05	
6	LIGEROS	81.2	0.605	0.268	31.92	55.58	
	PESADOS	9.6	1.131	0.549	18.45	67.31	
9	LIGEROS	90.4	0.639	0.271	31.08	49.31	
	CABEZA CALCULADA	100	0.8	0.302	29.902	57.50	





Figura 3. Comparación de los contenidos de Fe_2O_3 y TiO_2 de los materiales ligeros, con respecto a las pruebas realizadas en la mesa Wilfley, variando el flujo de agua de arrastre.

Se observa una disminución máxima de óxidos de Fe y Ti para la prueba realizada a un caudal de 6 Lmin⁻¹, con una recuperación de ligeros de 81.2 %. Este flujo de agua, permite aplicar la fuerza óptima

para barrer el material ligero, sin llevarse las partículas pesadas. Por lo anterior se decide fijar un caudal de 6 Lmin^{-1} para las pruebas consecuentes, a fin de separar adecuadamente los minerales conteniendo Fe₂O₃ y TiO₂, obteniendo una recuperación aceptable en ligeros.

3.3 Estudio del efecto del ángulo de inclinación

Durante este estudio, se mantuvieron constantes una alimentación de 15 kg h⁻¹ a 18 % de sólidos en peso, un flujo de agua de dilución de 6 Lmin⁻¹ y los golpes por minuto en 320 rpm.

Se calcularon los ángulos de 4.5°, 8° y 11.5° de inclinación. Las pruebas preliminares realizadas con ángulos inferiores a 8°, demostraron que no hay fluidez de la pulpa, estancándose el mineral en los rifles de la mesa, de tal forma que se trabajó únicamente con 8° y 11.5°.

Los resultados de los análisis químicos son mostrados en la Tabla 4. Los resultados de obtenidos en este estudio presentan un porcentaje en peso de recuperación de mineral más bajo a un ángulo de 11.5° debido a que una importante parte del mineral es arrastrado a la zona de los materiales ligeros, llevándose a estos una proporción importante de los óxidos indeseables (ver Figura 4).

Ángulo de	Producto	% peso	Análisis Químico (%)				
mennacion			Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	
	PESADOS	15.2	1.3	0.8	11.1	64.3	
11.5 °	LIGEROS	84.8	0.7	0.4	21.7	57.5	
	PESADOS	18.8	1.019	0.449	21.19	60.05	
8 °	LIGEROS	81.2	0.605	0.268	31.92	55.58	
CABEZA CA	LCULADA	100	0.8	0.302	29.902	57.50	

Tabla 4. Análisis químicos de los productos de la mesa concentradora, al estudiar el efecto del ángulo de inclinación.

Mientras los análisis químicos de los productos ligeros demuestran disminución en las concentraciones de Fe_2O_3 y TiO_2 , para ambas inclinaciones, los resultados con mayor disminución de dichas concentraciones se presentan al utilizar un ángulo de inclinación de 8°.

La diferencia de porcentaje en peso entre una prueba y otra es sólo de 3.6 puntos porcentuales por lo que se decide utilizar en las pruebas 8° de inclinación de la mesa.



Figura 4. Comparación de los contenidos de Fe_2O_3 y TiO_2 de los materiales ligeros, con respecto a las pruebas realizadas en la mesa Wilfley, variando el ángulo de inclinación de la mesa.

3.4 Estudio del efecto de las revoluciones por minuto

Durante el estudio de este parámetro, se mantuvieron constantes una alimentación de 15 kg h⁻¹ con 18% de sólidos en peso, un flujo de agua de dilución de 6 L min⁻¹ y un ángulo de inclinación de 8°. Los resultados de los análisis químicos de cada especie son mostrados en la Tabla 5.

	Producto	% Peso	Análisis Químico (%)				
rpm		/01050	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	SiO ₂	Al_2O_3	
	PESADOS	21.2	0.906	0.649	14.802	59.96	
220	LIGEROS	73.9	0.781	0.475	24.174	49.59	
	PESADOS	16.8	0.979	0.834	11.677	57.35	
270	LIGEROS	83.2	0.778	0.441	26.485	50.73	
	PESADOS	18.8	1.019	0.449	21.19	60.05	
320	LIGEROS	81.2	0.605	0.268	31.92	55.58	
CABEZA CALCULADA		100	0.8	0.302	29.902	57.50	

Tabla 5. Análisis químico de los productos de la mesa concentradora, al estudiar el efecto del las revoluciones por minuto.

Al comparar las tres pruebas se puede observar en dicha tabla, que el empleo de 270 rpm muestra, en los análisis químicos, la más alta recuperación en peso de mineral, sin embargo los contenidos de TiO_2 en los productos ligeros, incrementa. Al utilizar 320 rpm, las concentraciones de las impurezas evaluadas disminuyen y la recuperación en peso es aceptable. Los contenidos de sílice y alúmina no difieren a los de la cabeza. Por consiguiente se ha considerado que una buena separación se obtiene empleando 320 rpm (ver Figura 5).



Figura 5. Comparación de los contenidos de Fe_2O_3 y Ti O_2 de los materiales ligeros, con respecto a las pruebas realizadas en la mesa Wilfley, variando el ángulo de inclinación de la mesa.

4. Conclusiones

En este trabajo se caracterizó y realizó el estudio de la separación gravimétrica de arenas de caolín procedente de Agua Blanca de Iturbide, del Estado de Hidalgo (México). Una caracterización física y química de las muestras de partida exhibió principalmente a dos especies minerales, a la caolinita y a la sílice; esta última se detectó como la fase mayoritaria, en forma de cuarzo, tridimita y cristobalita. Dentro de las demás impurezas detectadas se pudieron observar señales de óxidos de hierro y titanio (Fe₂TiO₄) y a la griegita (Fe₃S₄). El estudio sugirió que es importante realizar una disminución del tamaño de las partículas a fin de liberar a la sílice de los silicatos de aluminio. Los análisis químicos en los productos obtenidos pusieron en evidencia la separación de partículas de sílice. El estudio de separación gravimétrica en la mesa Wilfley, realizado en este trabajo arrojó que los parámetros de operación empleados desde el inicio fueron los más apropiados, bajo las condiciones de alimentación de la pulpa, 15 kg h⁻¹ y 18% de sólidos en peso.

En todos los casos el uso de la mesa resultó apropiado para la separación de los compuestos de Ti y Fe que fueron encontrados al caracterizar por difracción de rayos X y por análisis químico. Es importante remarcar que se debe usar suficiente agua para arrastrar el material y hacer la función de separación, sin embargo el uso de grandes caudales de agua impide el trabajo de los rifles de la mesa arrastrando prácticamente todo el material al depósito de los productos ligeros, encontrando que el caudal del agua de dilución óptimo fue el de 6 Lmin⁻¹. En cuanto a la inclinación de la mesa concentradora se pudo evidenciar que no es apropiado trabajar con inclinaciones de 0 a 7° debido a que esto genera que el material sólido quede estancado y el trabajar con inclinaciones de 9° en adelante ocasiona que la mayor parte del mineral se vaya al depósito de los productos ligeros, encontrando que el ángulo de inclinación óptimo es el de 8°. Finalmente las rpm más adecuadas se encontraron al trabajar a 320 rpm ya que se obtuvieron mejores recuperaciones.

Agradecimientos

Los autores agradecen al COCyTEH a través del proyecto FOMIX No. 97367 por los recursos otorgados para la realización de este trabajo.

Referencias

1. E. García, "Inventario físico de los recursos minerales de Agua Blanca, Hidalgo", *FIFOMI*, (2004) pp.4-5.

2. Dirección General de Minería (2007), Perfiles de Mercado del Caolín, Coordinación General de Promoción Minera de México, pp.7-12

3 S. E. Coordinación General de Minería.(2010), *Anuario Estadístico de la Minería Mexicana Ampliada 2009*. Coordinación General de Minería No. 39, ISBN 970-9897-14-4, México.

4. G. Kulbicki&G. Millot, "L'évolution de la fraction argileuse des grès petroliers cambro-ordoviciens du Sahara central", *Bull. Serv. Carte Géol. Als-Lor*, Vol. 13, (1969) pp.147-156.

5. K. Shah, "What is Silica?", EBS 425 – Mineral Perindustrian, (2004) pp. 1-7.

6. S. Kahraman, M. Onal, Y.Sarıkaya, I.Bozdogan, "Characterization of silica polymorphs in kaolins by X-ray diffractionbefore and after phosphoric acid digestion and thermal treatment", *AnalyticaChimicaActa*, Vol. *552* (2005) 201–206

7. D.R. Nagaraj, "Non-sulfide mineral flotation: An overview", *Proceedings of Symp. Honoring M. C. Fuerstenau*, Society of Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc., Littleton, CO, (1999) pp. 2000.

8. G.Mercier, J.Duchesne, D. Blackburn, "Removal of metals from contaminated soils by mineral processing techniques followed by chemical leaching", *Water, Air, & Soil Pollution*, Vol. 135, No. 1, (2002) pp.105–30.

9. E. Hansen, V. Williams, "Physical properties of kaolin/sand slurry used during sumersible mixer pump test at TNX", *Savannah River National Laboratory*, (2004) pp.1-33.

10. F. de M. Harp, "Metalurgia de minerales ferro-titaníferos", XXVIII Convención Minera Internacional, AIMMGM AC, Veracruz, Ver., México, Octubre 28-31(2009) pp. 239-246.

11. T. Toya, Y. Kameshima, A. Nakajima, K. Okada, "Preparation and properties of glass-ceramics from kaolinclay refining waste (Kira) and paper sludge ash", *Ceramics International, Vol.* 32 (2006) pp. 789–796.

12. T. Toya, Y.Kameshimaa, A. Yasumori, K. Okada, "Preparation and properties of glass-ceramics from wastes (Kira) of silica sand and kaolin clay refining", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 24 (2004) 2367–2372.