

# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

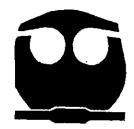
FACULTAD DE QUIMIG



**EXAMENES PROPESIONALES** FAC. DE QUIMICA

CARACTERIZACION DEL POLITUNGSTATO DE SODIO PARA LA SEPARACION DE FELDESPATOS

T E S I S QUE PARA OBTENER EL TITULO DE INGENIERA QUIMICA RESENTA: MA. DOLORES VAZQUEZ VITAL



MEXICO, D. F.

Tusia con FALLA DE ORIGEN





UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

# DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# JURADO ASIGNADO

PRESIDENTE Prof. Blanca Guerrero Gutiérrez.

VOCAL Prof. Rosa Magda Unda Rodríguez

SECRETARIO Prof. Faustino Juárez Sánchez

1er. SUPLENTE Prof. Luis F. Farrera Gamboa

2do. SUPLENTE Prof. Juana Judith Chávez Espín

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA : Laboratorio de Geoquímica Isotópica, Instituto de Geofisica, U.N.A.M.

ASESOR:

M. en C. Faustino Juárez Sánchez

SUSTENTANTE: María Dolores Várquez Vital

Maria Dolores Vázquez Vital

A veces la impaciencia produce mejores fruto que los cáculos más profundos OCTAVIO PAZ

El arte del progreso es preservar el orden en el cambio e impulsar el cambio perturbando el orden lo menos posible. PATRICIO HYLWIN

## **DEDICATORIA**

# A mis padres:

Por su apoyo y confianza en todo momento, y durante toda mi vida. Y sobre todo por su ejemplo.

#### A mis hermanos:

Isaac, Jorge e Hilda por ayudarme a terminar esta etapa de mi vida.

# A mis abuelos

En especial a Concepción Vital por su ejemplo de fortaleza y ganas de vivir, a pesar de todo, de seguir luchando y trabajando por lo que se quiere.

# A mis tías:

Dolores Heriberta Pastora Rosario

# **AGRADECIMIENTOS**

Quiero dar las gracias a los Institutos de Geofísica y Geología de la U.N.A.M. por las facilidadesprestadas para la realización de este trabajo.

En forma muy especial al M. en C. Faustino Júarez por su asesoria apoyo y paciencia.

Al Dr. Peter Schaaf por su ayuda.

A la Ing. Consuelo Macías y a la Mtra. Barbara Martiny por el adiestramiento previo y la ayuda durante la realizacón de este trabajo, así como por facilitar las muestras y parte del equipo que se utilizaron.

A Leticia Servín por su ayuda para entregar los engargolados.

A la Sra. Raquel Hernandez, a Lupita y Aure Maturano por su tiempo, amistad y apoyo.

Al M. en C. Misael Cruz, por los comentarios hechos con respecto a esta tesis, y por su amistad.

A la I.Q. Lidia Ortíz , por su ayuda a la realización de esta tesis en la parte de infrarrojo, así como su asesoría, comentarios y sobre todo por su amistad.

A los amigos, que durante toda la carrera fueron apoyo y ayuda: Margarita Ortíz, Angélica Sánchez, Marco Villalobos, Ariadna Gastelum, Javier Avella, Andrea Rámirez, Rafael Ruíz, Cliserio Galvan, Jaime Chávez. Y a todos aquellos que de una forma u otra contribuyeron a concluir este ciclo.

Finalmente mi agradecimiento a la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México por todo lo que aprendí en ella.

# ÍNDICE

Introducción	1
I. Fundamentos	
I.1 Feldespatos	
I.1 Feldespatos	8
I.1a Propiedades de los feldespatos	10
1.1a Propiedades de los leidespaces	14
LO 4. Tayloidad da los compuestos de IUNOSTERIO	
LOGO ILIA-Kisis de log politiportifico	
I.2.3 Velocidad de filtración	17
II. Aspectos Teóricos	20
II.1 Métodos de separación	20
II.1 Metodos de separación	22
II.2.1 Ley de Stokes	22
II.2.2 Viscosidad	26
II.2.2 Viscosidad	28
II.3 Solubilidad	28
II.3.1 Solubilidad	28
II.3.2 Fracción	20
III. Desarrollo Experimental	29
III.1 Material, equipo y reactivos	29
ULO Droporoción de la muestra	
III.3 Preparación del colector	31
III.3.1 Recuperación	31
III.3.1 RecuperaciónIII.3.2 Disolución del politungstato de sodio	32
III.3.2 Disolucion del politungstato de sodio	32
III.4 Comportamiento del colector	33
III.5 Separación de minerales	34
III.6 Modificación de la separación	35
III.7 Comprobación de la separación	33
IV. Resultados	36
V. Discusión	
VI. Conclusiones	
VIII Dibliografia	. 73

# **ÍNDICE DE FIGURAS**

igura 1. Estructura de los silicatos minerales	4
rigura 2. Feldespatos (minerales que se agrupan bajo el nombre de.). Representación esquemática	
Figura 3. Distribución de feldespatos de acuerdo con la temperatura de enfriamiento	
Figura 4. Estructura de los poliedros de los hetero e	11
Figura 5. Estructuras de los politungstatos conocidas	12
r: e. Clasificación esquemática de los metodos de	
separación en procesamiento de minerales  Figura 7. Clasificación esquemática de los métodos de	
separación fisicoquímicos	
Figura 9. Coeficiente de arrastre para esferas y discos circulares	
Figura 10. Coeficientes de arrastre típicos para cilindros y	23
Figura 11. Fluidos newtonianos y no newtonianos	21
minerales por medio del politungstato de sodio	აა

# ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1. Comportamiento de pH en la solución de politurigistato	50
de sodio con respecto la densidad	50
Gráfica 2. Comportamiento de la masa total de	<b>E</b> 1
politungstato de sodio utilizada contra la densidad	31
Gráfica 3. Masa total de politungstato de sodio utilizada	<b>E</b> 2
contra logaritmo de la densidad	52
Gráfica 4, pH contra logaritmo de la densidad	53
Cráfico E. Digarama de composición en peso de la solución	
do politurastato de sodio en agua (X -Y)	54
Gráfica 6 nH inicial contra pH en las fases en separación	55
Gráfica 7, pH contra porcentaje de masa separada en la fracción	
de ligeros	55
Gráfica 8, pH contra porcentaje de masa separada en la fracción	
de nesados	56
Gráfica 9. Algunas muestras contra la diferencia de pH de las	
fases separadas	57
Gráfica 10 Concentración de H* contra porcentaje de feldespatos	
senarados en la fase ligera	58
Gráfica 11 Concentración de H <sup>+</sup> contra porcentaje de feldespatos	
separados en la fase pesada	58
Gráfica 12 pH inicial contra pH en las fases de separación	. 59
Cráfica 13 Concentración de HT contra porcentaje de feldespatos	
ligaros senarados	60
Gráfica 14. Concentración de H <sup>+</sup> contra porcentaje de feldespatos	
pesados separados	. 60
Gráfica 15. Comportamiento de la velocidad terminal con respecto	
a la densidad de la solución y la mezcla de minerales	61
Espectros de Infrarrojo	
Gráfica 16. Espectro infrarrojo intervalo de 4000-400.	
Minerales ligeros malla 60	. 63
Gráfica 16a. Espectro infrarrojo intervalo de 1400-320.	
Minerales ligeros malla 60	. 64
Gráfica 17. Espectro infrarrojo intervalo de 4000-310.	
Precipitado resultado de la saturación	65
Gráfica 18. Espectro infrarrojo intervalo de 4000-310.	
Minerales pesados malla 80	. 66
Gráfica 18a. Espectro infrarrojo intervalo de 2000-380.	
Minerales pesados malla 80	6
Gráfica 19. Espectro infrarrojo intervalo de 4000-310.	
Minerales ligeros malla 80	6
Gráfica 19a Espectro infrarrojo intervalo de 2000-380	
Minerales ligeros malla 80	70
Williciales ligores mails of the	

## INTRODUCCIÓN

Con la instalación del Laboratorio de Geoquímica Isotópica en los Institutos de Geología y Geofísica se necesitó, además de los equipos de isotopía, desarrollar los procesos de concentración de minerales; para llevar a cabo fechamientos isotópicos en material geológico.

Entre los minerales que se utiliza para este tipo de estudios están los feldespatos. Se ha observado que este tipo de mineral, se encuentra en las rocas, las cuales contiene gran cantidad de ganga (material que contamina al mineral o que no es de interés), el feldespato esta en una cantidad minima respecto al total de muestra, por lo que es necesario separarlo de la misma. Los procedimientos, hasta ahora utilizados, para la separación de minerales son: separación magnética, flotación y líquidos pesados, teniendo bajas recuperaciones en los primeros, en el caso de los líquidos pesados, además existe un alto riesgo de trabajo debido a la toxicidad de los reactivos utilizados.

Por lo anterior, se estudió un compuesto para producir un líquido pesado que ayudase en la separación, y además, que reuniera una serie de ventajas, tanto para el usuario, como para el mineral a separarse, entre estas se requiere fácil manejo y almacenaje, otro punto importante es que no sea tóxico para el usuario, y que no contamine el mineral a separarse. El compuesto seleccionado fue el politungstato de sodio que reunió la mayoría de las condiciones necesarias para este propósito.

El politungstato de sodio como colector (modificador de las propiedades superficiales del mineral) se empezó a utilizar en la separación, a partir de aproximadamente mediados de los años 80's (7. 8. 14. 15), en donde se hace referencia a su uso para la separación de minerales pesados y conodontes en fósiles. Pero no se hace un estudio en relación a las propiedades químicas y fisicoquímicas de él con respecto a otros minerales.

Este trabajo se enfoca al estudio del comportamiento del politungstato de sodio con el feldespato, además de determinar las condiciones óptimas de trabajo y obtener de esta forma, las mejores recuperaciones del feldespato.

#### **OBJETIVO:**

Siendo el politungstato de sodio un compuesto relativamente nuevo, que se aplica como colector en México, por lo cual es necesario establecer la metodología adecuada para aplicar este compuesto a la separación de feldespatos y otros minerales.

Teniendo en cuenta los artículos relacionados con la separación de minerales, empleando el politungstato de sodio como colector, no es considerada su naturaleza química.

Por lo que se pretende en este trabajo establecer una metodología de trabajo adecuada y las condiciones óptimas de trabajo para así mejorar la separación de los feldespatos, logrando con esto, abrir la posibilidad de mejorar el proceso para determinar la edad (fechamiento) del material geológico.

#### I. FUNDAMENTOS

#### 1.1. FELDESPATOS

Los feldespatos son silico - aluminatos de sodio, potasio y calcio. También pueden formarse con otros cationes alcalinos o alcalino térreos, siendo minerales raros.

Los feldespatos constituyen casi el 60% de las rocas ígneas y por ello han sido tema de interés y estudio por los geólogos. Están formados de tetraedros de dos tipos, [SiO<sub>4</sub>]<sup>4-</sup> y [AlO<sub>4</sub>]<sup>5</sup>, unidos uno con otros por medio de sus oxígenos activos formando estructuras tridimensionales, la red tridimensional de tetraedros de oxígeno - silicio que comparten cuatro vértices es representada por la Figura 1.<sup>(3)</sup>

Cada tetraedro [AlO<sub>4</sub>]<sup>5-</sup> supone una carga negativa en exceso, proporcionando así la posibilidad de introducir en estas estructuras cationes monovalentes (K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, raras veces Rb<sup>+</sup> y Cs<sup>+</sup>). Por cada dos sustituciones de este tetraedros pueden también incorporarse cationes bivalentes (Ca<sup>2+</sup>, Ba<sup>2+</sup>) que se encajan en los huecos, sin embargo, como los radios iónicos de K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup> y Ca<sup>2+</sup> son 1.33Å, 0.98Å y 1.06Å respectivamente, la estructura varía según el catión. El K<sup>+</sup> es bastante más grande y sólo puede formar, un número limitado de soluciones sólidas con los demás. Figura 2.<sup>(1)</sup>

Otros cationes pequeños ( ${\rm Mg}^{2^+}$ ,  ${\rm Fe}^{2^+}$ , etc.) están prácticamente excluidos de los feldespatos.

Los feldespatos presentan dos estructuras:

- a) Triclínicos: con cationes menores (Na $^+$ , Ca $^{2+}$ ): Por ejemplo, plagioclasas que tienen series isomorfas, cuyos extremos son: Albita (Ab), Na[AlSi $_3$ O $_4$ ] y Anortita (An), Ca[Al $_2$ Si $_2$ O $_8$ ].
- b) Monoclínicos: con cationes mayores (K $^+$ , Ba $^{2+}$ ): Por ejemplo, ortoclasas que presentan series isomorfas, cuyos extremos son Ortosa (Or), K[AlSi $_3$ O $_8$ ] y Celsiana (Ce), Ba[Al $_2$ Si $_2$ O $_8$ ].

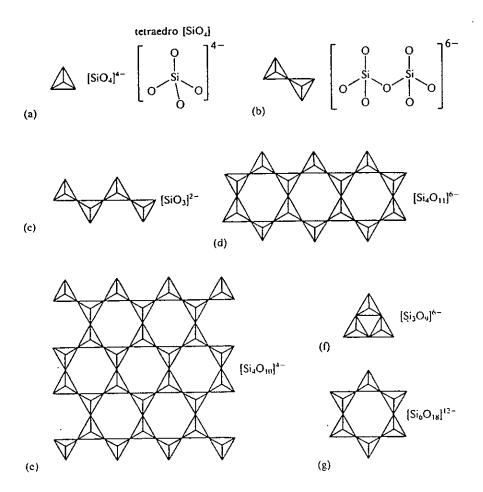


Figura 1. Estructura de los silicatos minerales

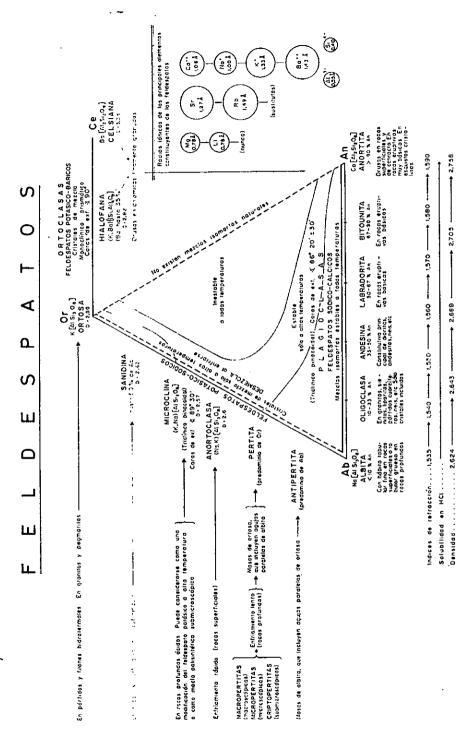


Figura 2. Feldespatos (minerales que se agrupan bajo el nombre de.). Representación esquemática

basicas 🛨

intermedias

deidas

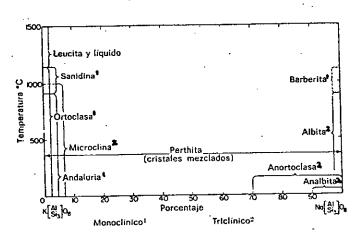


Figura 3. Distribución de feldespatos de acuerdo con la temperatura de enfriamiento

Los feldespatos de plagioclasas constituyen una serie continua entre la albita y la anortita. Aunque la solución sólida de estos minerales es completa a temperaturas altas, algunos autores opinan que hay una especie de descomposición en cristales mezclados, pequeñisimos, a bajas temperaturas.

La serie entre ortosa y albita engloba a los feldespatos cerámicos, además existe una completa serie isomorfa estable a altas temperaturas.

La serie entre ortosa y anortita no forman cantidades apreciables de solución sólida.

No se dan cristales de mezcla entre los términos ortosa y anortita, a no ser en concepto de impurezas.

El sodio puede sustituir al potasio en gran parte y al calcio en un grado limitado (del 6 al 7%).

En el enfriamiento rápido (rocas superficiales) se forma la ortoclasa, constituida por una mezcla más o menos homogénea de las fases monoclínicas y triclínicas. Figura 3.<sup>(2)</sup>

En el enfriamiento lento se produce una descomposición (llamada pertitización), en el que entran en juego intensas fuerzas de reestructuración, para colocar los cationes K<sup>+</sup> y Na<sup>+</sup> en configuraciones reticulares apropiadas a cada uno. Esta ordenación selectiva de los cationes podría favorecer la formación de laminillas o fibras de albita incluidas en la masa total de ortosa.

Estos minerales de descomposición se llaman pertitas, recibiendo el nombre particular de macro, micro o criptopertitas según el grado de dispersión y desarrollo de los cristales de albita.

Cuando la masa fundamental del mineral es la albita, en la que se hospedan los cristalitos orientados de ortosa, la descomposición recibe el nombre de antipertita.

Para la mejor compresión del conjunto de minerales que se agrupan bajo el nombre de feldespatos se incluye un diagrama sinóptico, en el que entran en juego los cuatro tipos de moléculas; Ortosa (Or), Albita (Ab), Anortita (An) y Celsiana (Ce). Figura 2.<sup>(1,2)</sup>

# I.1a PROPIEDADES FÍSICAS DE PLAGIOCLASAS (1)

Albita:

Formula química: Na[AlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>] (Ab)

Sistema: Triclínico

Color: Incolora (blanco, gris, rojizo, etc.) Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2 Peso específico: 2.605 a 2.62

Ortoclasa:

Formula química: Ab: 90-70%

An: 10-30% Or: hasta 10%

Sistema: Triclínico

Color: Incolora (blanco, gris verde, rosado) Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2 Peso específico: 2.63 a 2.66

Andesina:

Formula química: Ab: 70-50

An: 30-50% Or: hasta 10%

Sistema: Triclínico

Color: Incolora (blanco, gris verdoso, amarillento, carneó.)

Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2 Peso específico: 2.66 a 2.69

Labradorita:

Formula química: Ab: 50-30%

An: 50-70% Or: hasta 10%

Sistema: Triclínico

Color: Incolora (blanco, gris verdoso, con iriasiones vivas azules o

verdosas)

Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2 Peso específico: 2.69 a 2.71 Bitounita:

Formula química: Ab: 30-10%

An: 70-90%

Or: hasta 10%

Sistema: Triclínico

Color: Incolora (blanco, grisáceo, rojizo, verdoso)

Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2

Peso específico: 2.75 a 2.77

Ortosa:

Formula química: K[AlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>] (Or)

(Con frecuencia Na<sub>2</sub>O e impurezas de BaO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, etc.)

Sistema: Monoclínico prismático.

Color: Incolora (blanco, gris, amarillento, rojizo, etc.)

Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6

Peso específico: 2.53 a 2.56

Anortita:

Formula química: Ca[Al<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>8</sub>] (An)

Sistema: Triclinico

Color: Incolora (blanco, grisáceo, rojizo, verdoso)

Brillo: Vitrio (nacarado en cara exfoliación)

Dureza: 6-6 1/2 Peso específico: 2.75 a 2.77

Referencia (1)

## **1.2 POLITUNGSTATOS**

2.00

Una característica importante del ion tungstato es su habilidad para formar complejos condensados de isopolitungstatos en solución ácida. Si la acidez aumenta, el peso molecular de los polianiones se incrementa hasta precipitar en ácido tungstico.

Si los politungstatos son considerados como los formados por la adición de ácido a  $WO_4^{2^-}$ , entonces las series de isopolitungstatos aparecen y aumentan en la solución con la disminución del pH. La relación de las especies , se muestran en la tabla 1, en orden de incremento del radio de  $H_3O^+$ : $WO_4^{2^-}$ .

H <sub>2</sub> O <sup>+</sup> :WO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	POLITUNGSTATOS	Nombre Común		
H <sub>3</sub> O <sup>†</sup> :WO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 0.333	W <sub>12</sub> O <sub>46</sub> <sup>20</sup>	para Z		
0.667	W <sub>3</sub> O <sub>11</sub> <sup>4</sup>	tritungstato		
	H <sub>4</sub> W <sub>3</sub> O <sub>13</sub>			
1.167	H <sub>10</sub> W <sub>12</sub> O <sub>46</sub>	para B		
	HW <sub>6</sub> O <sub>21</sub> <sup>5-</sup>	para A		
1.33	W <sub>12</sub> O <sub>40</sub> 8			
1.50	H <sub>2</sub> W <sub>12</sub> O <sub>40</sub> <sup>6</sup>	meta		
	H <sub>3</sub> W <sub>6</sub> O <sub>21</sub> 3.	pseudo meta		

Tabla 1. Politungstatos en Orden de Incremento del Radio de H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>:WO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

En la literatura, los metatungstatos de alcalino térreos, tierras raras y metales de transición son reportados, o conocidos como politungstatos <sup>(6)</sup>.

WO3H2O(H2WO4)

ácido tungstíco

Mientras, la síntesis clásica raramente tiene altas producciones de los compuestos puros. Se consideran también a estos compuestos como sensibles al calor y deberían ser recuperados por secado - congelación. El metal alcalino y amonio metatungstatos,  $M_6(H_2W_{12}O_{40})\cdot xH_2O$ , pueden ser preparados por la digestión del trióxido de tungsteno hidratado con la correspondiente base. Estas sales son generalmente conocidas por su alta solubilidad en agua; el más importante es el metatungstato de amonio  $(NH_4)_6(H_2W_{12}O_{40})$ . (5)

A valores de pH cercanos a 3 se produce una formación casi cuantitativa de metatungstato alcalino. Acidificando (a pH < 1), el ácido molibdíco formar complejos catiónicos con el anión del ácido usado en la acidificación; el ion metatungstato por otro lado, se comporta como un ion estable, esto da incremento al ácido metatungstíco,  $H_6[H_2W_{12}O_{40}]$ , acuoso. Este ácido es el padre hipotético de

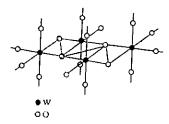


Figura 4. Estructura de los poliedros de los hetero e isopolitungstatos

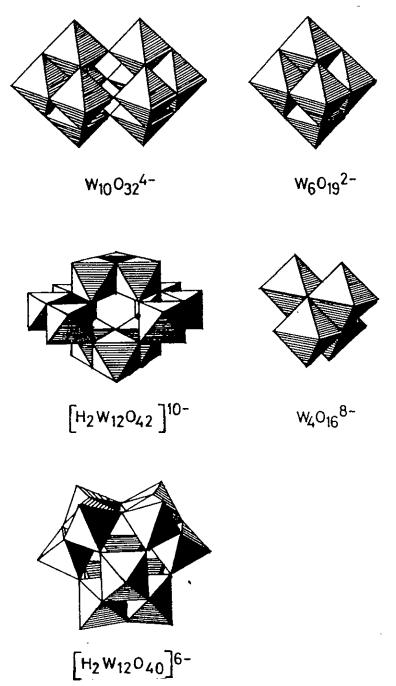


Figura 5. Estructuras de los politungstatos conocidas

todos los ácidos 12 - heteropolitungsticos, estos son derivados de él por el reemplazo del ion hidrógeno por otros aniones, o por cationes. Los heteropolicompuestos contienen entre 8 y 11 MoO<sub>3</sub> o WO<sub>3</sub> residuos cada uno del átomo central, cualquiera de los dos son derivados de ácidos 12 - heteropolitungsticos por hidrólisis, o representa el límite superior alcanzable de saturación consistente con la estabilidad.

El paratungstato por saturación de una solución hirviendo de la anterior con WO<sub>3</sub>, x H<sub>2</sub>O, el pH de la solución cae de 6.4 a entre 4 y 3.

La acidificación de la solución hirviente de tungstato o paratungstato de sodio, con ácido suficientemente fuerte ( como HNO<sub>3</sub>) llega a un pH final de entre 3 - 4, produciendo conversiones cuantitativas de metatungstato. (11)

Paratungstatos. El  $(NH_4)_{10}W_{12}O_{41}\cdot 11H_2O$  es conocido como el ligero formado del paratungstato de amonio, este y el comercial son insolubles en agua y en el ácido o álcali descompuesto.

Peroxitungstatos, son conocidos, pero tienden a ser inestables; la inestabilidad aumenta con el incremento del radio del oxígeno al tungsteno.

Los compuestos heteropolianiones de tungsteno muestran las siguientes características: alto peso molecular, usualmente > 3000, un alto grado de hidratación; rara vez presentan alta solubilidad en agua y varios solventes orgánicos; en solución acuosa fuerte acción oxidante, fuerte acidez en forma de ácido libre; descomposición en soluciones fuertemente básicas que dan normalmente el ion tungstato; y aniones muy coloridos o productos de reacción coloridos.

Heteropolitungstatos e isopolitungstatos, la estructura de los aniones son representadas por poliedros. Cada W es un centro de un octaedro, un átomo de O se localiza en cada vértice del octaedro. Figura 4. (4)

El átomo central se localiza en el centro de un WO<sub>4</sub> tetraédrico o WO<sub>6</sub> octaédrico. Cada poliedro de los que contiene el átomo central es generalmente rodeado por WO<sub>6</sub> octaedro que proporciona ángulos o bordes (o ambos) con este y con unos a otros; así el número correcto de átomo central a través de una proporción de átomo de oxígeno. Los oxígenos son esferas relativamente grandes y prácticamente todo el espacio dentro de la estructura del anión es tomado arriba por los voluminosos oxígenos que son empaquetados o casi. Figura 5.<sup>(4,5)</sup>

## 1.2.1 TOXICIDAD DEL POLITUNGSTATO

El tungstato de sodio soluble, (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O), inyectado subcutáneamente en ratas adultas a producido la muerte debida a la asfixia celular generalizada. En los puercos de Guinea tratados oral e intravenosamente con Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O sufrieron anorexia, movimientos de incoordinación, temblor. Oralmente en ratas, la toxicidad del tungstato de sodio fue grande, con trióxido de tungsteno fue intermedia, y con el tungstato de amonio mínima. En vista del grado de toxicidad sistemática de los compuestos de tungsteno un umbral límite de 5 mg de tungstato por m<sup>3</sup> de aire es recomendable para compuestos insolubles.

Una irritación menor de las membranas mucosas puede ocurrir por la inhalación del polvo sólido del politungstato de sodio, pero las molestias pasan en un momento, no se conocen enfermos por inhalación o contacto por la piel de la sal una vez en solución. (5) No es tóxico. (6)

La toxicidad del politungstato de sodio no es listado en el Registry of Toxic Effects of Chemicai Substances. (1983) (7)

#### 1.2.2 HIDRÓLISIS

Para la reacción general de la dilución del ion tungstato normal:

$$n WO_4^{2-} + m H_2O \leftrightarrow p B^{b-} + q OH \dots$$
 (1)

la constante de hidrólisis K' esta dada por:

$$K' = ([B^b]^p[OH]^q)/[WO_4^2]^n$$
 .... (2)

$$K' = ([C(p/n)\xi]^p[OH]^q) / ([C(1-\xi)]^n) \dots (3)$$

donde C es la concentración inicial de tungstato y  $\xi$  es el grado de hidrólisis.

Ahora como una primera aproximación:

$$[OH^{-}] = C(q/n) \xi$$
 .... (4)

$$K' = \{(p/q)^n [OH]^{p+q}\} / \{(C (1-\xi))^n\}$$
 .... (5)

$$K' = \{(p/q)^n \{OH^-\}^{p+q}\} / C^n$$
 .... (6)

si ξ es pequeña.

Tomando logaritmos y reordenando:

$$pH = K_W + (1/p+q) (log_{10} K' - p log_{10} p/q) + (n/p+q) log_{10} C.$$
 .... (7)

Kw= constante de ionización del agua.

Tabla 2. Reacciones de hidrólisis razonables para tungstato normal.

							n/(p+q)
WO <sub>4</sub> 2-	+	2 H <sub>2</sub> O	$\leftrightarrow$	H <sub>2</sub> WO <sub>4</sub>	+	2 OH	0.33
WO <sub>2</sub> 2-	+	H₂Ô	$\leftrightarrow$	HWO₄ <sup>2</sup>	+	OH.	0.50
3 WO <sub>4</sub> 2-	+	2 Ĥ,O	$\leftrightarrow$	$W_3O_{10}^{2}$	+	4 OH <sup>-</sup>	0.60
6 WO <sub>4</sub> 2-	+	2 H₂O	$\leftrightarrow$	$H_3W_6O_{21}^{3}$	+	9 OH <sup>-</sup>	0.60
12 WO <sub>4</sub> 2-	+	10 H <sub>2</sub> O	$\leftrightarrow$	$[H_6(W_3O_{10})_4]^{6-}$	+	18 OH	0.63
2 WO <sub>4</sub> 2-	+	H <sub>2</sub> O	$\leftrightarrow$	W <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>2.</sup>	+	2 OH <sup>-</sup>	0.67
6 WO <sub>4</sub> <sup>2</sup> -	+	4 Ĥ₂O	←→	HW <sub>6</sub> O <sub>21</sub> 5-	+	7 OH <sup>-</sup>	0.75
12 WO <sub>4</sub> 2-	+	12 H <sub>₂</sub> O	$\leftrightarrow$	H <sub>10</sub> W <sub>12</sub> O <sub>46</sub> <sup>10-</sup>	+	14 OH <sup>-</sup>	0.80
3 WO <sub>4</sub> 2-	+	H₂Ó	$\leftrightarrow$	W <sub>3</sub> O <sub>11</sub> <sup>4-</sup>	+	2 OH	1.00

Brintzinger y Ratanarat sostienen que la curva de diálisis entre pH 5 y pH 8 corresponde a la formación de un hexatungstato, mientras que el dodecatungstato se forma abajo de pH 5.

Jander mostró que el metatungstato era un dodecatungstato.  $[(\lambda_1/\lambda_2)^2 = 12]$ , pero a 0.1M y a equilibrio (30 días a pH 2.2 o 12 horas a pH 5) se tiene una reducción a hexatungstato  $[(\lambda_1/\lambda_2)^2 = 6]$ . A pH 3, el dodecatungstato fue estable solo por encima de 1M. La proporción de hidrólisis dentro de los dos iones hexatungstatos se incrementa con el aumento del pH y decrece con la concentración. (13)

$$p H^* + q (WO_4)^{2-} \leftrightarrow [H_{p-2r}W_qO_{4q-r}]^{(2q-p)} + r H_2O \dots (9)$$

$$18 H^* + 12 (WO_4)^{2-} \leftrightarrow [H_2W_{12}O_{4q}]^{8-} + 8 H_2O \dots (10)$$

La tendencia de adsorción para diferentes especies de  $W_{12}$  puede decrecer con la disminución del contenido de hidroxilo. Esto puede entonces contar para el incremento de la porción de  $W_{12}$  diluyente con el incremento de la edad de la solución.

La porción de solvente a K<sub>d</sub> = 1.2 pasa a través de una duración máxima de las 50 horas, la formación de materia adsorbida tiende a incrementar la

condensación de los productos  $W_{12}$  con el incremento del grupo hidroxilo contenido de las moléculas de isopolitungstato <sup>(12)</sup>. El ion politungstato también puede ser formulado como  $[H_2W_{12}O_{40}]^{6}$  (z<sup>+</sup>= 18/12= 1.50) en solución.

Constantes experimentos de acidificación y alcalinización muestran al ion politungstato como aprótico en un intervalo de pH de 3 a 10. (4)

# 1.2.3 VELOCIDAD DE FILTRACIÓN

Los estudios efectuados sobre la separación de minerales pesados, consistieron en la comparación de diferentes filtros utilizados por varios investigadores y técnicos especializados en la separación de minerales pesados. Esto fue realizado por Gregory y Johnston, en donde se tomo en cuenta las sugerencias de anteriores investigaciones, en espacial las de Callahan y Krukowski, entre otras. (7.8,14)

Lo anterior produjo los resultados que se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Comparación de velocidades de filtración a 20°C por volúmenes de 10 ml usando papel filtro estándar de laboratorio y papel filtro para café.

-	Sp Gr	μ	#1	#91	#4	Mel
Agua	1.0	1.0	<2	1	<1	10-15s
Politungstato de sodio	2.0		12	3	2	30s
Politungstato de sodio	2.4		15	4	3	<1s_
Politungstato de sodio	(2.5)	<15				
Politungstato de sodio	2.7		30-40	11	8	>1s
Politungstato de sodio	3.0	36	50	40	23	2-3s
Tetrabromoetano	2.96	10	15	4	5	45s

 $<sup>\</sup>mu$  = Viscosidad en centipoises (aprox.)

(Mel) bolsa de filtro para café.

Referencia (15)

<sup>#1,91,4</sup> categoria, Whatman filter.

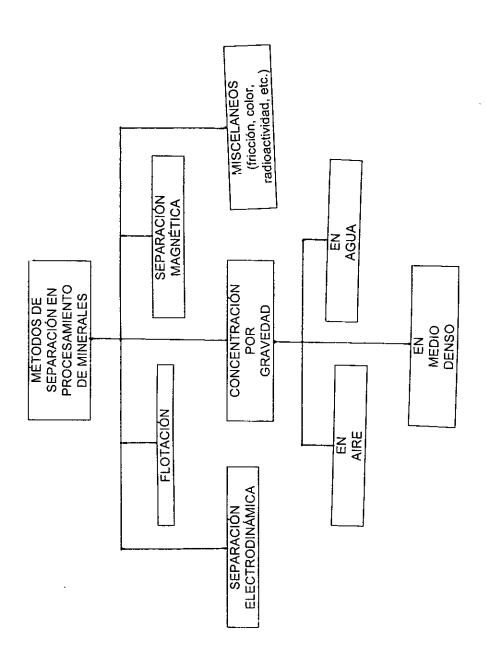
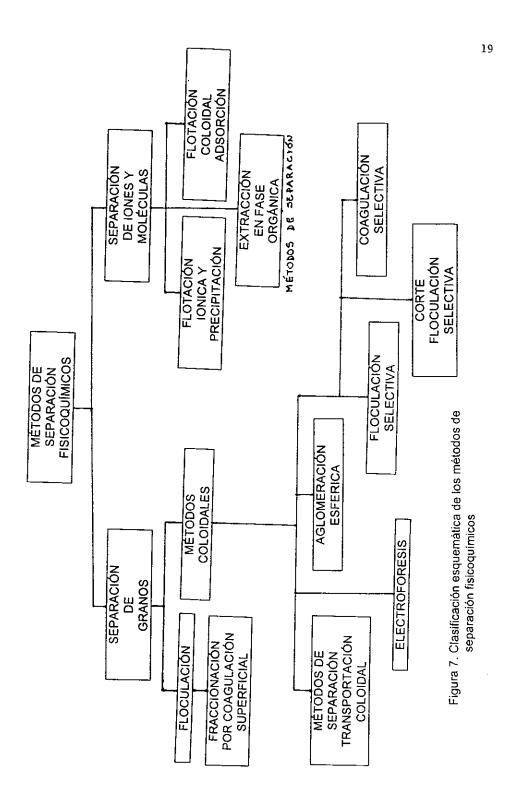


Figura 6. Clasificación esquemática de los métodos de separación en procesamiento de minerales



# II. ASPECTOS TEÓRICOS

## II.1. MÉTODOS DE SEPARACIÓN

Propiedades son tales como: densidad, susceptibilidad magnética, conductividad eléctrica y propiedades superficiales, son diferentes para las varias especies de minerales.

La generalización de una técnica de separación de minerales, es difícil, esto nos lleva a mostrar una clasificación esquemática. (Figura 6)

Los métodos más empleados son los de concentración por gravedad, estos son efectivos en el tratamiento con partículas (en tamaño entre  $10^3$  a  $10^5$   $\mu$ m). El tamaño de partícula que puede separarse con métodos magnéticos y electrodinámicos varia de  $10^2$  a  $10^3$   $\mu$ m. Con los métodos de flotación el tamaño de los granos del mineral separados son usualmente de  $10^1$  a  $10^2$   $\mu$ m.

Los métodos de separación de granos, iones y moléculas, están representados en la figura 7. Generalmente, la separación de iones se hace después de la lixiviación <sup>1</sup> en un proceso hidrometálurgico.

Los métodos fisicoquímicos para la separación de granos de un mineral son: los métodos coloidal y de flotación. Ambos se basan en las propiedades de superficie de los minerales; pero en el caso de la flotación, el aire es inyectado y dispersado dentro, para producir burbujas que se fijan a la superficie de estos (separación), es lo particular del mineral. En los métodos coloidales, la separación es lograda; por ejemplo, por la agregación selectiva de las partículas de una de las especies dentro del floculador, mientras deja a las otras especies dispersas. Los floculadores pueden ser entonces separados del material dispersado por técnicas de sedimentación. (9.8)

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> La extracción sólido - líquido recibe el nombre de lixiviación, nombre más empleado al disolver y extraer substancias inorgánicas.

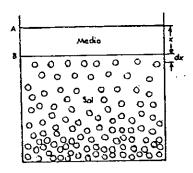


Figura 8. Fenómeno que se observa con partículas suspendidas. Sedimentación por gravedad

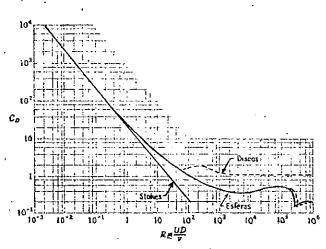


Figura 9. Coeficiente de arrastre para esferas y discos circulares

## **II.2 MÉTODO DE FLOTACIÓN**

#### **II.2.1 LEY DE STOKES**

El escurrimiento de un fluido viscoso incompresible alrededor de una esfera fue resuelto por Stokes para valores de Reynols ( $vd/\mu$ ) menores de la unidad. Los resultados son de gran utilidad en los problemas como la caída de partículas de polvo. Stokes encontró que el arrastre (es decir, la fuerza ejercida sobre la esfera por el fluido que escurría alrededor de ella) estaba dado por:

Arrastre = 
$$6\pi a\mu v$$
 .... (45)

donde a es el radio de la esfera y v es la velocidad de la esfera relativa al fluido que se encuentra a gran distancia (Figura 8). Para determinar la velocidad terminal de una esfera que cae a través de un fluido en reposo, la suma de la fuerza de flotación y la fuerza de arrastre deben ser iguales a su peso, es decir,

$$4/3\pi a^3 \gamma + 6\pi a\mu v = 4/3\pi a^3 \gamma_s$$
 .... (46)

donde  $\gamma$  es el peso específico del líquido, y  $\gamma_S$  es el peso específico de la esfera.

Al despejar a v, se encuentra que la velocidad terminal está dada por:

$$v_t = 2/9 (a^3/\mu) (\gamma_s - \gamma)$$
 .... (47)

La parte de la línea recta de la figura 9 corresponde a la Ley de Stokes.

Las relaciones para el arrastre sobre partículas, constituidas por la ley de Stokes y los resultados experimentales de la figura 9, son muy útiles en el diseño de tanques de reposo empleados para separar pequeñas partículas de sólidos existentes en los fluidos. (16)

Ahora, considérese un tubo que contienen una fase dispersa de densidad  $\rho$  suspendida en un medio de densidad  $\rho_{\text{m}}$ , la partícula se asentará; de otro modo la partícula de radio r que tiende a sedimentar por acción de la gravedad tendrá la oposición de la fuerza de fricción contra el medio. Cuando se establece un equilibrio entre las fuerzas, una partícula caerá según la ley de Stokes con una velocidad constante, v dada por:

$$v = (2r^2g(\rho - \rho_m)) / 9\mu$$
 .... (48)

donde g es la aceleración de la gravedad. Como v en un punto como el situado a la distancia x desde la parte superior A es obviamente dx/dt, la rapidez con la que el nivel B cambia con el tiempo, ecuación (48), se puede escribir como:

Forma del cuerpo		•	Co	Número de Reynolds
Cilindeo eircular	<u></u>	0	1.2	10° a 1.5 × 10°
Cilindro elíptico	→	2:1	0.6	4 × 10 <sup>4</sup> .
•		2:1	0.46	101
•	<b>→</b>	04:1 8:1	0.32	2.5 × 10 <sup>4</sup> a 10 <sup>5</sup>
	+	4:1	0.29	$2.5 \times 10^4$
		8:1	0.20	2 × 10 <sup>g</sup>
Prisma cuadrado			2.0	3.5 × 10 <sup>4</sup>
		💠	1.6	104 a 105
Prismas triangulares	<b>→</b>	120	2.0	10"
	-	(120°	1.72	104
		90" 7	2.15	101
	-+	, (∫90	1.60	10
	$\rightarrow$	€0, 🄯	2,20	101
		4 60°	1.39	104
	-	30,℃	3.1	10 <sup>5</sup>
	-	`.≯∏30°	1.0	1 Q5
Semicilinaro		) ,	2.3	4 × 10*
•	-	. (	1.12	4 × 10*

<sup>\*</sup> Resultados tomados de la obra de W. F. Lindsey, NACA Tech. Rep. 619, 1988.

Figura 10. Coeficientes de arrastre típicos para cilindros y prismas en flujo bidimensional

$$dx / dt = (2r^2g(\rho - \rho_m)) / 9\mu$$
 .... (49)

Integrando esta ecuación entre los límites x1 en t1 y x2 en t2, se obtiene:

$$(x_1-x_2) = (2r^2g(\rho - \rho_m)(t_1 - t_2)) / 9\mu$$
 .... (50)

Conociendo  $\mu$ ,  $\rho$  y  $\rho_m$  y midiendo las distancias  $x_2$  y  $x_1$  en los tiempos diferentes  $t_1$  y  $t_2$ , se puede obtener mediante la ecuación (50) el radio de las partículas en sedimentación. A partir de r, la masa de una partícula individual se determina por:

$$m = 4/3 \pi r^3 \rho$$
 .... (51)

y la masa molar de la fase dispersa como:

$$M = N_0 m$$
 .... (52)

En forma general, las pérdidas de presión causadas por un objeto sencillo sumergido en un fluido se calcula de una forma muy similar a la de las pérdidas de presión por fricción dentro de un tubo.

FD / 
$$S\rho = CD (v^2 / LD gc) = \Delta P / \rho = \Sigma F / M$$
 .... (53)

Donde:

FD = fuerza total del fluido

S = Área proyectada del cuerpo normal al fluido

v = velocidad del flujo

 $\rho$  = densidad del fluido

CD = Coeficiente de arrastre

LD = Longitud característica del cuerpo sumergido

Re = LD 
$$\nu \rho / \mu$$
 (Número de Reynols) .... (54)

La esfera comenzará a caer, pero será frenada en su caída por las fuerzas de fricción y de flotación.

$$FR = Fg - FD - FB$$
 .... (55)

donde:

FR = Fuerza resultante

Fg = Fuerza de gravedad

FD = Fuerza de fricción

FB = Fuerza de flotación

tomando en cuenta esto, se desarrolla cada uno de los términos

FR = mg - (CD 
$$v^2 \rho S / 2$$
) - ( m  $\rho g / \rho_S$ ) = m dv/dt .... (56)  

$$dv/dt = g - (\rho / \rho_S) g - (CD v^2 \rho S / 2m) =$$

$$= g (1 - \rho / \rho_S) - (CD v^2 \rho S / 2m) .... (57)$$

para una esfera:

$$S = \pi Dp^{3} / \rho; m = (\pi Dp^{3} / 6) \rho_{S} \qquad .... (58)$$

$$dv/dt = g (1 - \rho / \rho_{S}) - (3 CD v^{2} \rho / 4 Dp \rho S) \qquad .... (59)$$

Cuando se alcanza la velocidad constante:

$$dv/dt = 0$$

por lo cual;

$$(3 \text{ CD } v_t^2 \rho / 4 \text{ Dp } \rho \text{ S}) = g (1 - \rho / \rho_S)$$
 .... (60)

despejando v<sub>t</sub>:

vt = {
$$(4 (\rho_S - \rho) g Dp) / (3 CD \rho)}^{1/2}$$
 .... (61)

En donde,  $v_t$  es la velocidad terminal,  $\rho$  es la densidad del fluido,  $\rho_S$  es la densidad del sólido,  $D\rho$  es el diámetro de la partícula, g es la aceleración de la gravedad.

Otra consideración que podemos hacer es:

en caso de no cumplir con esta condición, se utilizan unas gráficas que relacionan CD con Re, figura 9. Además las que relacionan la geometría de la partícula con CD, figura 10.<sup>(16)</sup>

#### II.2.2 VISCOSIDAD

La propiedad física que caracteriza la resistencia al flujo de los fluidos sencillos es la 'viscosidad'. La viscosidad varía con la temperatura.

Para los gases a baja densidad, la viscosidad aumenta con la temperatura, mientras que en el caso de los líquidos, la viscosidad generalmente disminuye al aumentar la temperatura.

De acuerdo con la ley de la viscosidad de Newton,

$$\tau_{VX} = -\mu (dv_X / dy)$$
 .... (62),

al representar gráficamente  $\tau_{yX}$  frente a -(dv<sub>X</sub> / dy) para un fluido determinado, debe de obtenerse una línea recta que pasa por el origen de las coordenadas, y cuya pendiente es la viscosidad del fluido a una cierta temperatura y presión (figura 11). En la ecuación se representa el esfuerzo cortante que se ejerce en la dirección x sobre la superficie de un fluido, situada a una distancia constante y, por el fluido existente en la región donde y es menor, se designa por  $\tau_{yx}$ , y el componente x del vector de velocidad del fluido, por  $v_x$ .

En efecto, la experiencia demuestra que para todos los gases y los líquidos homogéneos no polimerizados  $\tau_{yx}$  es directamente proporcional a -(dv<sub>x</sub> / dy). Sin embargo, existen algunos materiales importantes que no se comportan de acuerdo con la ecuación (62), a estas substancias se les conoce con el nombre de fluidos 'no newtonianos'.

$$\tau_{yx} = - \eta \, dv_x / dy$$
 .... (63)

en la que  $\eta$  puede expresarse a su vez en función de  $dv_X$  o de  $\tau_{yX}$  indistintamente. En las regiones en que disminuye al aumentar el gradiente de velocidad (-  $dv_X$ /dy), el comportamiento se denomina *pseudoplástico*; y *dilatante* en las que  $\eta$  aumenta con dicho gradiente. Si  $\eta$  resulta independiente del gradiente de velocidad, el fluido se comporta como newtoniano, y entonces  $\eta = \mu$ . (21)

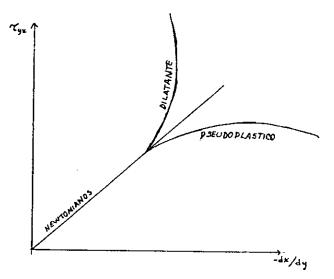


Figura 11. Fluidos newtonianos y no newtonianos

#### 11.3 SOLUBILIDAD

### II.3.1 SOLUBILIDAD

Cuando añadimos cantidades sucesivas de soluto a una cantidad determinada de disolvente, se alcanza un punto en el que ya no se disuelve más soluto. En este límite decimos que el disolvente está saturado de soluto. La concentración de soluto en una disolución saturada es su solubilidad. La disolución saturada en contacto con soluto puro se encuentra en equilibrio: el soluto se disuelve y cristaliza con la misma velocidad. (27)

## II.3.2 FRACCIÓN

La fracción es una forma de representar la proporción de cada uno de los componentes, que forman parte de una mezcla de compuestos en cualquiera de los estados físicos de la matería, con respecto al total.

Esta proporción puede ser en peso, mol, volumen, etc., y depende exclusivamente de los componentes presentes en la mezcla. Y se representa con generalmente con las letras x ó y.

$$x_A \circ y_A = Componente A / \Sigma Componentes .... (64)$$

## III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

## III.1 MATERIAL, EQUIPO Y REACTIVOS

## Material y equipo

- Cribas de diferentes aberturas de malla (mallas 60, 80 y 100), de aluminio, Zeiss
- Vibradora
- Recristalizador, pyrex
- Agitadores de vidrio (pyrex ) y de plástico
- Vasos de precipitados pyrex de 1000 ml
- Vasos de precipitados pyrex de 500 ml
- Vasos de precipitados pyrex de 250 ml
- Vasos de precipitados pyrex de 40 y 50 ml
- Vasos de precipitados teflón de 50 ml
- Vidrios de reloj pyrex de diferentes diámetros
- Pipetas volumétricas pyrex de 20, 10, 2 y 1 ml
- Pipetas graduadas pyrex de 10 y 5 ml
- Pipetas Pasteur
- pH-metro Coring 320
- Electrodo combinado Coring 476530 (Ag / AgCl KCl)
- Balanza analítica Ohaus Analytical Plus
- Parrilla eléctrica
- Foco de 150 watt
- Lámpara para foco
- Papel filtro Whatman y de café
- Microscopio binocular, alemán, Carl Zeiss
- Charolas para secado
- Pincel de pelo
- Frasco de plástico
- Matraces volumétricos pyrex de 100 ml
- Parafilm
- Bolsas de plástico
- Bolsas pequeñas de papel
- Espectrometro infrarrojo

#### Reactivos

- Politungstato de sodio, en solución (compuesto blanco en hojuelas delgadas y quebradizas, en estado sólido), estadounidense, diluido. También conocido como metatungstato de sodio.
- Aqua desmineralizada MQ
- Solución de amortiguadora (buffer) pH 7.00 ± 0.01 solución fosfatos de sodio y potasio (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> y KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>), Sigma, grado analítico
- Hidróxido de sodio, sólido blanco en hojuelas, Baker Anaíyzer, reactivo grado analítico
- Ácido clorhídrico, líquido amarillento concentrado, Baker Analyzer, reactivo grado analítico

# III.2 PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Una vez seleccionada una roca es clasificada por su tipo (granito, ignea, etc.), la ubicación.

Para el trabajo de separación de minerales es muy importante iniciar con el estudio petrográfico de la roca, este se hace con una lámina delgada de la roca (que se considera una muestra representativa de la misma), con esta lámina se identifican los minerales presentes.

Con los minerales que se encuentran en la roca, se seleccionan algunos que se pueden considerar para estudio (porque no presentan alteraciones, son los minerales que se pueden usar para determinados estudios, etc.); y con esto, seleccionar las mallas necesarias.

Lo siguiente es descostrar la roca, quitar todo lo ajeno a la roca (óxidos, polvo, lodo, moho, etc.) y partir en pedazos más pequeños de roca limpia. Estos son lavados y secados, para posteriormente ser molidos en varias etapas, pues cada etapa reseprenta la posibilidad de un estudio, la primera es un molido burdo para ser cuarteado (arriba de la malla 30) y después pasar un molido fino (abajo de la malla 50) para ser clasificados por tamaños (tamizar). Para posteriormente pasar a la fase de concentración de minerales.

La concentración de minerales es un trabajo relativamente fácil, durante todo el proceso se separan los minerales innecesarios (ya sean alterados o sin interés); tales como los magnéticos, para facilitar la separación se han desarrollado diversos métodos, como son: el separador magnético (el más conocido es el Frantz), mesa Wilfley, entre otros.

La separación con líquidos se trabaja, en forma general, de la siguiente manera:

- Se busca un líquido con la densidad cercana al mineral a separarse. (ligeramente inferior)
  - Se confirma que la muestra se encuentre limpia. (libre de polvo)
- Se realiza la separación, cuidando que no quede nada del líquido utilizado, y se deja secar de preferencia a temperatura ambiente para no alterar la naturaleza del mineral.
- Se verifica en el microscopio la separación (o por otros métodos, de ser necesario; por ejemplo en el caso de los feldespatos); y finalmente,
- Se limpian manualmente las impurezas y los minerales que no se lograron separar.

En el caso de la muestra que se analizó se llevó al cabo los siguientes pasos para su preparación:

Primero se tomó y lavó la roca.

Esta muestra fue analizada al microscopio y se determino que esta muestra estaba conformada por tres distintos tamaños de partícula (tres mallas) mayor 60, 60-80 y 80-100.

Una vez tamizada la muestra (separada por tamaños); se revisó que se encontrara limpia y seca, así como los minerales presentes. Para esto se utilizó un microscopio (Carl Zeiss alemán), haciendo un reconocimiento de los minerales presentes en cada fracción que conformaron la muestra.

# III.3 PREPARACIÓN DEL COLECTOR

## III.3.1 RECUPERACIÓN

El politungstato de sodio fue recuperado de una solución diluida existente en el laboratorio. Esta solución se hizo con politungstato de sodio puro sólido (hojuelas delgadas y quebradizas) fabricado por Geoliquids. De esta de lograron recuperar alrededor de 250 gramos para su posterior uso. Es importante resaltar esto porque el comportamiento del politungstato de sodio puede verse alterado por el hecho de no estar puro, con respecto a su comportamiento.

La recuperación se realizó, primero, por evaporación de la solución, en una parrilla, hasta llegar a una concentración alta (si es posible a una solución saturada). Después esta solución se cambia a frascos de plástico (esto por recomendación del proveedor, pues si se lleva a sequedad la solución en recipientes de vidrio se pega, haciendo difícil remoción del politungstato sólido de las paredes del recipiente).

Por último, con la ayuda de una lámpara de infrarrojo se lleva dicha solución saturada a sequedad.

#### III.3.2 DISOLUCIÓN DEL POLITUNGSTATO DE SODIO

Con el politungstato sólido recuperado, se procedió a la disolución del mismo, de la forma siguiente

- Para disolverlo, se debe usar agua desmineralizada, y obtenerse una densidad cercana a la del mineral a separarse.
- El mineral debe de estar limpio y libre de calcio y/o agentes reductores. P Pues en el primer caso, al combinarse el calcio libre con el ion politungstato se forma un precipitado (politungstato de calcio) que es insoluble en agua. El el segundo de los casos se torna azul la solución, esto sin perjudicar la densidad elegida, pero perjudican e inutilizan al politungstato por un tiempo (alrededor de 12 horas), esto se puede solucionar con unas gotas de  ${\rm H_2O_2.}^{(6)}$

## III.4 COMPORTAMIENTO DEL COLECTOR EN SOLUCIÓN

Se procedió a estudiar el comportamiento del politungstato de sodio en solución, mediante el siguiente procedimiento:

- 1. En un vaso se puso una cantidad determinada de agua.(Disolvente)
- 2. Se fueron agregando cantidades conocidas de politungstato de sodio (soluto) hasta llegar a la saturación.
- 3. Para cada cantidad de reactivo agregado se tomaban lecturas de pH, para lo cual se calibró el pH-metro con soluciones amortiguadoras de pH 4 y pH 7.
- 4. Para determinar la densidad se utilizó un método indirecto, que es el siguiente:
  - a) De un vaso vacío se determinó su peso (contenedor).

- b) Una vez disuelto el reactivo, se toma una alicuota de volumen conocido (un ml ),se vacía en el contenedor, volviéndose a pesar.
- c) Con el peso de la solución y contenedor, menos el peso del vaso vacío, se obtiene el peso del líquido, este peso entre el volumen de la alícuota nos da la densidad aproximada de la solución.

Durante el proceso de saturación, se presentó el fenómeno de opacidad, para determinar la causa se disolvió el politungstato de sodio y se coloco en un vaso de precipitados sin tapar y otro cubierto totalmente con parafilm. Se observo que en el vaso destapado había un precipitado, el cual presentaba la característica de ser insoluble en agua, por lo cual fue filtrado y secado a temperatura ambiente; para un posterior estudio. Mientras el vaso cubierto no presento esta precipitación ni opalescencia.

### III.5 SEPARACIÓN DE MINERALES

Posteriormente se realizaron varias separaciones con el reactivo a diferentes densidades.

Anteriormente se había determinado el comportamiento del colector en solución. Por lo que, con un volumen dado de agua se puede determinar la cantidad de politungstato de sodio para obtener la densidad requerida.

Una vez disuelto el reactivo, se tomaba pH para corroborar, y se procedia a la separación.

La separación se hacia con 10 - 20 gramos de muestra que se agregaban a la solución, se agitaba y se dejaba estabilizar el sistema por 40 - 45 minutos.

Transcurrido este tiempo se median las distintas alturas las fases que presentaba el sistema y se procedía a la separación. Por lo general solo se presentaron dos porciones (minerales ligeros, en la parte superior y minerales pesados, en la parte inferior); se separaban los minerales ligeros con la ayuda de una pipeta Pasteur, así como la solución que los rodeaba. Figura 12.

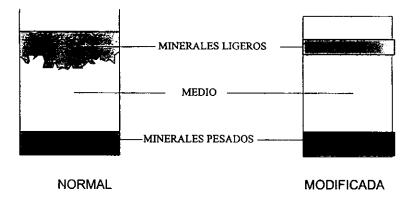


Figura 12. Presentación esquemática de la separación de minerales por líquidos pesados. En este caso por medio del politungstato de sodio.

Normal se refiere a que no se a agregado nada a la solución de politungstato de sodio.

Modificada se refiere a los cambios de pH hechos en la parte superior del sistema en separación.

Se filtraron las fracciones separadas, se determino la densidad y el pH de la solución que los acompañaba (no en todos los casos), para determinar el comportamiento de la solución en contacto con los minerales con el fin de ver una posible modificación del sistema en separación, y por tanto, un mejor rendimiento en la separación.

Es importante hacer notar que también se realizó otra prueba, esta consistió en poner un ml de ácido concentrado (HCI) a un sistema en separación y un ml de base concentrada (NaOH) a otro. Con esto se estableció el comportamiento de el sistema en separación frente a un ácido y a una base, para ver si con esto se podía mejorar en algo la separación.

## III.6 MODIFICACIÓN DE LA SEPARACIÓN

Una vez establecido el comportamiento de la separación, se buscó la forma de favorecer la separación; y esta fue:

Establecer una diferencia importante de pH entre las capas superior e inferior de la solución. Para lo cual se hicieron soluciones de NaOH y HCl, 1M con el propósito de variar el pH de la solución para favorecer la separación.

Se realizaron pruebas de separación agregando 0.5 ml de las soluciones de NaOH y HCl , sin agitar la solución de politungstato de sodio.

Estas pruebas se hicieron en vasos de teflón, esto con el fin de eliminar o evitar lo más posible la contaminación de las soluciones por ataque de las mismas sobre los borosilicatos de los vasos de vidrio, y cubiertos para evitar el contacto con el aire ya que en la prueba realizada en la solución "testigo" se encontraron carbonatos provenientes probablemente del medio ambiente.

Cabe hacer notar que mientras se operó de esta forma, no se presentó el fenómeno de opalescencia.

# III.7 COMPROBACIÓN DE LA SEPARACIÓN

Como último punto algunas de las muestras separadas fueron enviadas para su análisis por medio de espectro infrarrojo al Instituto de Física de la U.N.A.M., para corroborar que las separaciones efectuadas realmente eran lo que se esperaba.

Así, con la colaboración de la Ingeniera Química Lidia Ortíz V. del Instituto de Física, se realizó el análisis de espectro de infrarrojo de algunas de las muestras separadas para determinar los minerales que se encontraban en las diferentes fracciones, el precipitado que se separó después de la saturación y del politungstato de sodio puro.

Los espectros y su análisis son incluidos en la parte de discusión de los resultados.

### **IV. RESULTADOS**

La muestra de roca con la se trabajó es del tipo: Ígnea, granito con una composición de aproximada de:

50% de ortosa.

25% de cuarzo

y el resto de un balance de plagioclasas y ferromagnesianos (acero y magnesio o ambos) (26)

Esta muestra fue molida y tamizada, anteriormente, sacando las fracciones siguientes:

Malia 60 - 80

Malla 80 - 100

Malla menor a 100

La recuperación de politungstato de sodio, por concentración de solución y posterior secado, dio alrededor de 250.00 gramos.

La disolución del politungstato de sodio hasta la saturación, dio los siguientes resultados (Tabla 4):

Tabla 4. Propiedades medidas en las diferentes soluciones de politungstato de sodio.

Masa de	PTS TOTAL	ρ	T
PTS (gr.)	(gr.)	(g / ml.)	pН
0.0000	0.0000	0.9914	6.12
0.5009	0.5009	1.0524	5.45
1.9085	2.4094	1.1939	5.13
1.3413	3.7507	1.2977	4.89
2.0716	5.8223	1.4414	4.73
3.1545	8.9768	1.6491	4.48
3.6232	12.6	1.8656	4.35
3.0912	15.6912	2.0371	4.24
4.0539	19.7451	2.2157	4.13
2.914	22.6591	2.3194	4.08
4.648	27.3071	2.4851	4.01
4.152	31.4591	2.5828	3.93
6.1954	37.6545	2.7882	3.84
1.0063	38.6608	2.8046	3.84
4.3752	43.036	2.8374	3.80
1.0215	44.0575	2.8291	3.83
1.0031	45.0606	2.8904	3.79
2.383	47.4436	2.978	3.79

Masa de PTS son los gramos de politungstato de sodio empleados, en forma parcial.

PTS TOTAL es la cantidad total de gramos de politungstato de sodio que le fue a la solución.

ρ es la densidad de la solución en g / ml.

Los datos anteriores sirven para construir la siguiente tabla (5):

Tabla 5. Cálculo de los logaritmos de las propiedades medidas y la fracción en por ciento en peso del politungstato de sodio durante la saturación.

PTS TOTAL	log ρ	X	Υ
(gr.)	"	(% peso)	(% peso)
0.0000	3.75E-3	1.0000	0.0000
0.5009	2.218E-2	0.9519	4.81E-2
2.4094	7.69E-2	0.8045	0.1955
3.7507	0.1131	0.7255	0.2745
5.8223	0.1587	0.6300	0.3700
8.9768	0.2172	0.5248	0.4752
12.6	0.2708	0.4403	0.5596
15.6912	0.3090	0.3872	0.6128
19.7451	0.3455	0.3343	0.6657
22.6591	0.3654	0.3044	0.6956
27.3071	0.3953	0.2664	0.7336
31.4591	0.4120	0.2396	0.7604
37.6545	0.4453	0.2084	0.7916
38.6608	0.4479	0.2041	0.7959
43.036	0.4529	0.1872	0.8128
44.0575	0.4516	0.1837	0.8163
45.0606	0.4609	0.1803	0.8197
47.4436	0.4739	0.1728	0.8272

 $log \ \rho$  es el logaritmo de la densidad.

#### SEPARACIÓN DE MINERALES

Para tener una idea más exacta de como es la distribución de los minerales dentro de la separación por líquidos pesados, la r Figura 12 presenta un dibujo que señala los puntos principales de comparación.

La siguiente tabla (tabla 6) muestra los porcentajes de recuperación (en masa) de las distintas mallas que conformaban la muestra y las densidades a las que se trabajó:

Tabla 6. Porcentajes de recuperación en distintas muestras, considerando la densidad del líquido a la que se trabajo, la masa que se recupero en cada fracción y el porciento de recuperación.

Malla	Densidad (g / ml)	masa ligeros (g)	masa pesados	% recup. ligeros	% recup. pesados
			(g)		
60	0.9956	0.2726	19.7274	1.363	98.637
60	2.8237	17.0956	2.6035	86.6592	13.1974
60	2.6017	1.4348	1.0903	55.1104	41.8782
80	2.6437	18.7595	1.2209	98.8944	1.0156
60	2.587	1.8718	2.2384	45.5381	54.4618
60	2.5666	0.1307	1.2689	9.3384	90.6616
80	2.7379	1.5135	0.1129	93.0583	6.9417
80	2.6864	8.5754	1.4853	85.2308	14.7619
80	2.5877	1.0822	0.4710	69.6755	30.3245
60	2.6399	4.318	3.8708	21.8563	19.5895
80	2.6919	1.7068	6.2041	21.5752	78.4247
60	2.6604	6.4024	1.1329	576990	10.2098
60	2.5327	1.1583	5.1619	18.3269	81.6730

El % de recup. es el por ciento de recuperación del mineral.

A continuación se presenta la tabla 8, en donde son especificados los minerales que se encuentran en forma representativa en la muestra:

La siguiente tabla muestra la distribución de los diferentes minerales en cada una de las muestras, que se consideraron representativas, así como la variación en su porcentaje.

Tabla 7. Distribución de los minerales presentes en las muestras separadas.

	LIGE	ROS				PESA	DOS	· ·		
M	F	la	В	E	0	F	Q	В	Ε	0
1	<del> </del> -	<del> -</del> -	<del> -</del>	<del> </del> -	a	*	+	*	*	m_
2	*	*	*	*	*	*	*	*	*	m
3	+	*	1.		-	-	*	•	*	
4	*	*	*p			-	*	*	*	m
<del>.</del>	88	10	1-	2	1-	20	22	50	1	-
6	88	10		2		40	25	15	2	
7	73	20	2	<del> </del> -	5	7	10	71	7	5
8	87	10	1	2	1	98	8	1	0.5	0.5
9	55	40	-	2	3	31	7	60	2	<u> </u>
10	89	3	1	1	3	85	5	<b>-</b>	1	
11	95	4	1	1	-   -	58	40	1	1	
12	90	3	5	1	1	20	20	57	1	2
13	94	1	-	5	-	90	4	5	<u> </u>	1

M : número de muestra

F : feldespatos Q : cuarzo B : biotita

O : óxidos u otros minerales presentes

p : poca proporción a : óxidos y ganga, m : magnetita.

No en todas las separaciones realizadas, se sacaron los porcentajes de los minerales presentes, por lo que solo se indica su presencia (\*).

En las primeras cuatro solo se consideró su comportamiento de la mezcla de minerales frente al colector a diferentes densidades.

En las siguientes tres, se observó como se modificaba el pH de la solución al ser añadida la mezcla de minerales.

Y por último, las últimas muestras, se observó el cambio que que tuvieron los respectivos sistemas de separación con las modificaciones que se realizaron a cada uno de dichos sistemas.

Una vez establecido el comportamiento del colector en solución, fue necesario conocer el comportamiento de la mezcla de minerales con respecto al mismo.

Por esta razón se tomaron datos de los dos equilibrios existentes, ligeros y pesados de las últimas ocho separaciones (tabla 8), pues los primeros equilibrios fueron tomados como referencia.

Tabla 8. Peso total de la mezcla de minerales y el pH del medio alrededor de los minerales.

		LIGEROS		PESADOS	
Muestra	pH inicial	masa (g)	pН	masa (g)	рН
6	1.93	18.7595	2.13	1.2209	2.33
7	1.24	4.3187	1.37	2.2386	1.75
<u>.                                    </u>	1.05	0.1307	1.16	1.2689	1.25
<u> </u>	3.92	8.5764	4.28	1.4853	4.19
<del></del> 10	4.06	1.0822	4.33	0.5204	3.79
11	4.08	1.7068	5.84	6.2041	3.48
12	3.97	6.3202	4.16	3.6798	4.15
13	4.24	1.1583	5.71	5.1619	4.23

Como los feldespato potásicos son más ligeros que los sódicos (potásico: 2.53 a 2.56 y sódico: 2.605 a 2.62); los que se encuentran en la parte superior de la separación (ligera) son los potásicos y los sódicos en la inferior (pesada),

Como señala Faure (1992), diversas investigaciones muestran la posibilidad de un desplazamiento de los cationes K<sup>+</sup> y Na<sup>+</sup>, de los feldespatos, en las superficies de los granos por H<sup>+</sup> para formar una capa "hidrógeno - feldespato".

Lo cual es posible si vemos la siguiente tabla (9):

Tabla 9. Diferencias en pH de las separaciones no modificadas, así como la concentración de H<sup>†</sup>.

pH inicial	H <sup>†</sup> inicial	pH ligeros	H <sup>+</sup> ligeros	pH pesados	H <sup>*</sup> pesados
1.93	1.17E-2	2.13	7.41E-3	2.33	4.67E-3
1.24	5.75E-2	1.37	4.26E-2	1.75	1.78E-2
1.05	8.91E-2	1.16	6.91E-2	1.25	5.62E-2

La tabla anterior muestra las pruebas de comportamiento que se hicieron en las separaciones.

Pero también se hizo unas pruebas de separación modificando el medio con un ácido o una base, es decir, a una mezcla de minerales en separación se le agregó 0.5 ml de ácido concentrado y a otro 0.5 ml de base disuelta, de esto se obtuvo lo siguiente para ambos casos:

- Una separación bien definida.
- Menos tiempo empleado para cada separación. De 40 minutos empleados normalmente, con la modificación paso a 15 minutos aproximadamente.

Por lo anterior, se selecciono como agente modificador la base (NaOH 1M), pues con esto se aleja de uno de los rangos límites de protonación (de que se añada un H<sup>+</sup>) del politungstato de sodio y se trabaja en un medio un poco ácido (4 - 6), con esto se favorece la separación (se da una separación definida) y la naturaleza química del feldespato no es dañada o alterada <sup>2</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Los feldespatos son atacados por los ácidos fuertes, haciendo que no ya no sean útiles para ningún estudio posterior. Pues abre las matrices que contienen los elementos de estudio.

## CÁLCULO DE LA VELOCIDAD TERMINAL DE PARTÍCULA

Se procedió, como siguiente punto, al cálculo de las velocidades terminales para cada una de estas separaciones, la velocidad terminal indica cuando se llega a una velocidad constante, pero al ser tan pequeñas estas velocidades se pueden considerar prácticamente cero.

Para ello, se recurrió al uso de la ecuación (61), donde C<sub>D</sub> para la primera aproximación es igual a 1. Este método es por aproximaciones sucesivas (iterativo) por lo que solo se dan algunos resultados, los iniciales y los finales, que son los de interés.

$$vt = {(4 (D_s - D) g Dp) / (3 C_D D)}^2$$
 ...(61)

Donde:

D = es la densidad del líquido D<sub>s</sub> = es la densidad del sólido

En donde Re es el número de Reynols.

Además con los porcentajes de los minerales presentes en la muestra se saco un densidad promedio para la masa total. Por esta razón no se dan las velocidades terminales de las primeras separaciones, pues la composición de la mezcla de los minerales es necesaria.

Muestra 6
Densidad promedio = 2.5858 g / cm<sup>3</sup>
Densidad del líquido = 2.587 g / cm<sup>3</sup>
Dp = 0.03 cm
Viscosidad = 0.15 cps
C<sub>D</sub> = 1 (1a. aproximación)

Tabla 10. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	C <sub>D</sub>	Re
0.1349	1172.37	2.0471E-2
3.94E-3	40142.17	5.9787E-4
2.784E-4	568199	4.2238E-4
1.15E-4	1374319.3	1.7462E-5
1.15E-4	1374393	1.7462E-5

Muestra 7 Densidad promedio =2.5628 g / cm $^3$ Densidad del líquido =2.5666g / cm $^3$ Dp =0.03 Viscosidad =0.15  $C_D$  = 1 (1a. aproximación)

Tabla 11. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la particula.

Vt (cm /s)	C <sub>D</sub>	Re
0.2412	661.7686	3.6266E-2
9.766E-2	17023.907	1.409E-3
3.6451E-4	437916.0	5.48E-5
3.6449E-4	437937.6	5.48E-5
3.6449E-4	437937.9	5.48E-5

Muestra 8 Densidad promedio =  $2.548 \text{ g / cm}^3$ Densidad del líquido =  $2.7374 \text{ g / cm}^3$ Dp =0.0177 cmViscosidad =0.15 cps $C_D = 1 \text{ (1a. aproximación)}$ 

Tabla 12. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	Cp	Re
1.3136	122.2	0.1963
0.1188	1351.3	1.7761E-2
1.0747E-2	14939.4	1.6065E-3
1.07469E-2	14939.43	1.6064E-3
1.07469E-2	14939.43	1.6064E-3

Muestra 9 Densidad promedio =  $2.6144 \text{ g / cm}^3$ Densidad del líquido =  $2.6864 \text{ g / cm}^3$ Dp =0.0177 cmViscosidad = 0.25 cps $C_D = 1 \text{ (1a. aproximación)}$ 

Tabla 13. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la particula.

Vt (cm /s)	Cp	Re
0.7984	326.60	7.348E-2
4.4183E-2	5902.53	4.066E-3
1.039E-2	25090.37	9.5645E-4
2.4448E-3	106672.28	2.2498E-4
2.4448E-3	106672.28	2.2498E-4

Muestra 10

Densidad promedio = 2.4839 g / cm³

Densidad del líquido = 2.5879 g / cm³

Dp =0.0177 cm

Viscosidad = 0.15 cps

C<sub>D</sub> = 1 (1a. aproximación)

Tabla 14. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	C <sub>D</sub>	Re
0.9836	167.44	0.1433
7.6014E-2	2166.68	1.107E-2
2.113E-2	7794.01	3.079E-3
5.8743E-2	28036.71	8.5602E-4
5.8743E-2	28036.71	8.5602E-4

Muestra 11 Densidad promedio =  $2.604 \text{ g / cm}^3$ Densidad del líquido =  $2.6919 \text{ g / cm}^3$ Dp = 0.0177 cmViscosidad = 0.27 cps $C_D = 1 \text{ (1a. aproximación)}$ 

Tabla 15. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	Cp	Re
0.8840	3.19.87	7.5028E-2
4.9427E-2	5727.11	4.1949E-3
1.1687E-2	24195.08	9.919E-4
2.7636E-2	102323.12	2.3455E-4
2.7636E-2	102323.12	2.3455E-4

Muestra 12 Densidad promedio =  $2.5975 \text{ g / cm}^3$ . Densidad del líquido =  $2.6604 \text{ g / cm}^3$ Dp = 0.03 cmViscosidad = 0.22 cps $C_D = 1 \text{ (1a. aproximación)}$ 

Tabla 16. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	C <sub>D</sub>	Re
0.9747	236.96	0.1012
6.3324E-2	3647.75	6.5793E-3
1.6139E-2	14311.87	1.6769E-3
4.1136E-3	56152.26	4.2740E-4
4.1136E-3	56152.26	4.2740E-4

Muestra 13 Densidad promedio =  $2.5319 \text{ g} / \text{cm}^3$ Densidad del líquido =  $2.5327 \text{ g} / \text{cm}^3$ Dp =0.03 cmViscosidad = 0.12 cps $C_0 = 1 \text{ (1a. aproximación)}$ 

Tabla 17. Resultados del cálculo de la velocidad terminal de la partícula.

Vt (cm /s)	Cp	Re
0.1113	1160.85	2.0674E-2
3.2681E-3	39551.73	6.0680E-4
5.5989E-4	230865.92	1.0395E-4
9.592E-5	1347578.57	1.7809E-5
9.592E-5	1347578.57	1.7809E-5

#### **INFRARROJO**

Para la interpretación de los espectros se tienen los siguientes puntos en consideración:

- Los feldespatos potásicos son más ligeros que los sodicos, los primeros va de 2.53 a 2.56 y los segundos va de 2.605 a 2.62 g / cm<sup>3</sup>.
  - Lo referido en la bibliografía.

A continuación se dan las interpretaciones de los espectros con los que se cuenta.

Tabla datos teóricos y experimentales<sup>(25)</sup> correspondientes al espectro de los minerales ligeros de la separación a una densidad de 2.7 g/cm³ de la malla 60.

Tabla 18. Lecturas de las líneas principal, secundaria y terciaria de espectro infrarrojo.

Microlina	Biotita	Cuarzo
Teórica - Exp.	Тео́піса - Ехр.	Teórica - Exp.
1050 - 1046	1000 - 1000	459 - 459
772 - 774	764 - 774	695 - 692
588 -588	470 - 469	1082 - 1090

Tabla de datos teóricos y experimentales<sup>(25)</sup> correspondientes al espectro de los minerales pesados de la separación a una densidad de 4.08 g/cm<sup>3</sup> de la malla 80.

Tabla 19. Lecturas de las líneas principal, secundaria y terciaria de espectro infrarrojo.

Biotita Teórica - Exp.	Albita Teórica - Exp.	
1162 - 1156	1036 - 1044	
520 - 527	787 - 781	
,	595 - 590	

Además de la presencia de CO<sub>2</sub> a un longitud de onda de 2360.

Tabla de datos teóricos y experimentales<sup>(25)</sup> correspondientes al espectro de los minerales ligeros de la separación a una densidad de 4.08 g/cm<sup>3</sup> de la malta 80.

Tabla 20. Lecturas de las líneas principal, secundaria y terciaria de espectro infrarrojo.

Biotita	Cuarzo	Sanidina
Teórica - Exp.	Teórica - Exp.	Teórica - Exp.
1122 - 1122	778 - 771	1123 - 1122
1018 - 1019	514 - 510	774 - 771
536 - 537		588 - 584

Además de la presencia de agua que se detecta a una longitud de 1623 (experimental y teórica, de 1630)

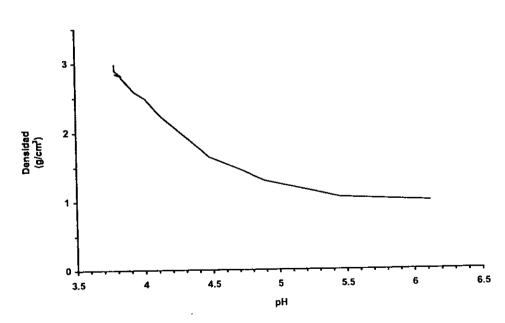
### v. DISCUSIÓN

Las tablas 4 y 5 muestran el comportamiento de la densidad con respecto al pH, la masa de politungstato agregada a la solución, la densidad obtenida, todos los datos se graficaron para mejor compresión y ver la relación entre cada uno de las anteriores propiedades.

En la gráfica 1 se observa que a mayor densidad de la solución de politungstato de sodio, el pH disminuye. Esto quiere decir que el colector es un compuesto ácido. De las hidrólisis posibles, la de mayor importancia, para este caso es la siguiente:

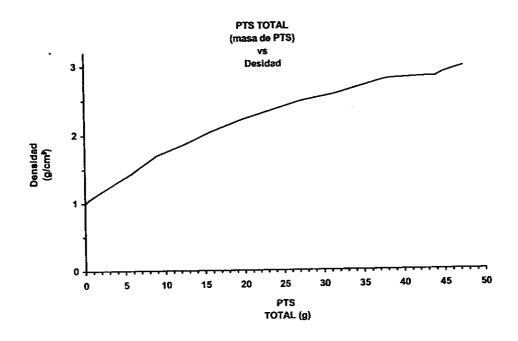
$$[H_2W_{12}O_{40}]^{6-} + 8 H_2O : 18 H^+ + 12 (WO_4)^{2-}$$





Gráfica 1. Comportamiento del pH de la solución de politungstato de sodio con respecto la densidad

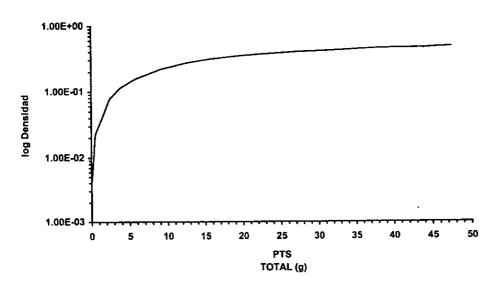
En la gráfica 2, se observa que conforme se va aumentando la concentración de la solución, la densidad aumenta hasta mantenerse sin cambio, en este punto se llega a la saturación.



Gráfica 2. Comportamiento de la masa total de politungstato de sodio utilizada contra la densidad.

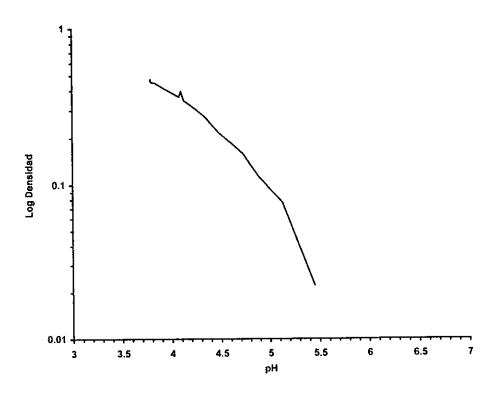
En las gráficas 3 y 4 se puede apreciar el comportamiento de leg densidad con respecto al pH y masa de politungstato de sodio.





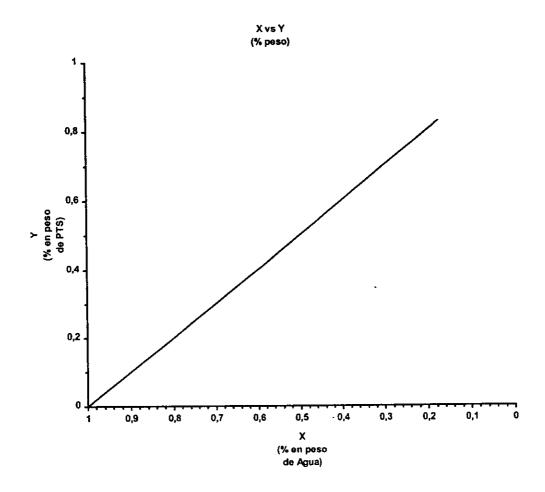
Gráfica 3. Masa total de politungstato de sodio utilizada contra logaritmo de la densidad.





Gráfica 4. pH contra logaritmo de la densidad.

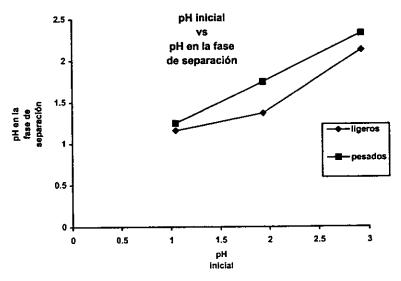
La gráfica 4 muestra la relación que existe entre el log de densidad y pH, se puede considerar lineal.



Gráfica 5. Diagrama de composición en peso de la solución de politungstato de sodio en agua (X - Y).

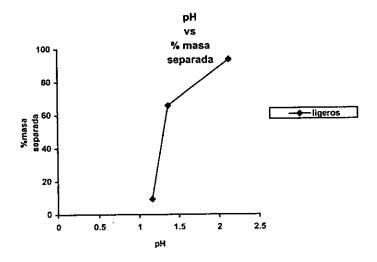
La gráfica 5 indica el tipo de relación existente del sólido con respecto al líquido (disolución) que es una solución ideal en su comportamiento, esta gráfica se hizo para facilitar la búsqueda de la relación solvente - colector (X - Y).

Con la tabla 9 se puede ver la relación que existe entre el pH inicial y el pH en cada una de las parte que conforman la separación (con la siguiente gráfica 6).

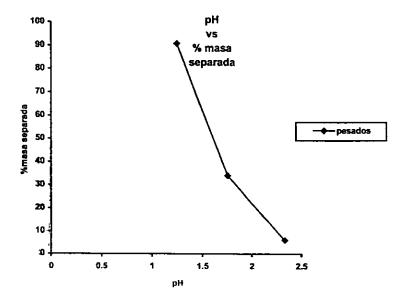


Gráfica 6. pH inicial contra pH en las fases de separación.

La tabla 9 muestra la relación que existe entre el porcentaje de masa separada y el pH, dando origen a las siguientes gráficas



Gráfica 7. pH contra el porcentaje de masa separada en la fracción de los ligeros.



Gráfica 8. pH contra el porcentaje de masa separada en la fracción de los pesados.

Hay que hacer notar que la parte de los minerales separados que nos interesa es la superior (ligeros, feldespatos potásicos) y analizando las gráficas anteriores, encontramos que entre menos ácido es el medio la separación es más favorecida esta.

Esto nos lleva a plantear la siguiente tabla (tabla 21).

Tabla 21. Diferencia de pH's porcentaje de feldespatos

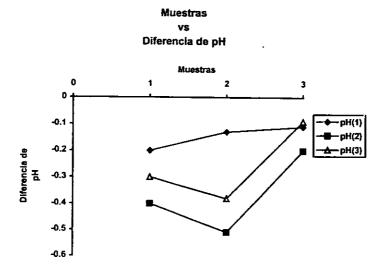
ΔρΗ(1)	% feld ligeros	ΔpH(2)	% feld pesados	ΔрН(3)
-0.20	90	-0.4	33	-0.3
-0.13	95	-0.51	64	-0.38
-0.16	80	-0.20	60	-0.09

 $\Delta pH(1)$  es la diferencia entre el pH inicial del medio y el pH que rodea la fracción ligera.

 $\Delta pH(2)$  es la diferencia entre el pH inicial del medio y el pH que rodea la fracción pesada

ΔpH(3) es la diferencia entre el pH que rodea la fracción ligera y el pH que rodea la fracción pesada.

Esta tabla se representa con la siguiente gráfica



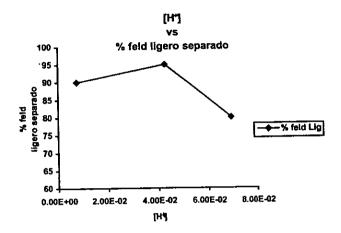
Gráfica 9. Algunas muestras contra la diferencia de pH entre las diferentes las fases separadas.

Los pH y los porcentajes de las dos fracciones nos lleva a la tabla 22.

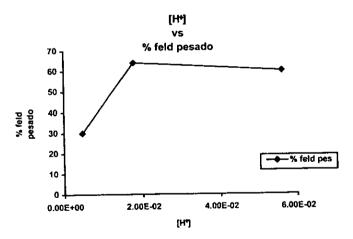
Tabla 22. Concentraciones de H<sup>+</sup> y porcentajes de feldespatos en las fracciones ligera y pesada.

H <sup>†</sup> ligeros	% felds ligeros	H <sup>+</sup> pesados	% felds pesados
7.41E-3	93.88	4.67E-3	6.11
4.26E-2	65.86	1.78E-2	34.13
6.91E-2	9.33	5.62E-2	90.66

En el análisis anterior también hay que tomar en cuenta que al agregar 0.5 ml de solución de NaOH se vio favorecida la reacción en la parte superior de la separación; mientras que en la parte inferior, al no ser alterado el medio que rodeaba a las partículas solo se observa la reacción natural entre el colector y las partículas, que no es muy favorable.



Gráfica 10. Concentración de H<sup>+</sup> contra % de feldespatos separados en la fase de ligeros



Gráfica 11. Concentración de H<sup>+</sup> contra % de feldespatos separados en la fase pesada.

Como muestran las gráficas 7 y 8, notamos que la diferencia entre ambos extremos o de pH es de entre 0.5 a 1.5 unidades.

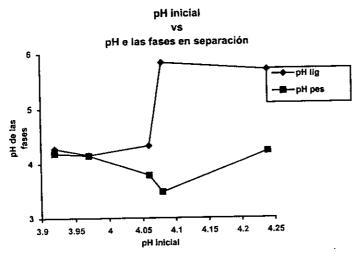
Lo anterior nos permite establecer, una diferencia favorable entre la parte superior (ligeros) y la inferior (pesados) del sistema en separación

Se comprobó experimentalmente en uno de los puntos anteriores la forma en que afectaba al sistema en separación el agregar una base o un ácido, aquí se observo que actuaban de la misma manera ambos, por lo que se procedió a seleccionar uno.

Se seleccionó a la base por las siguientes razones; ayuda a alejarnos de uno de los límites de protonación del colector, además de un intervalo más amplio para trabajar. Otro fue el establecer una diferencia entre las fases de los ligeros y pesados.

Para comprobar lo anterior se realizaron algunas pruebas, entre otros el agregar 0.5 ml de NaOH 1M al sistema en separación.

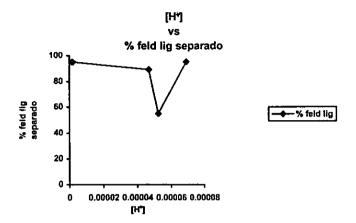
La siguiente gráfica fue sacada también de los datos mostrados en la tabla 10.



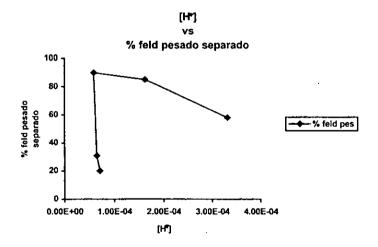
Gráfica 12. pH inicial contra pH presente en las fases de separación.

En la gráfica mostrada arriba se observa la diferencia entre los pH's en las fases, lo importante ahora es determinar si esto ayuda a la separación.

A continuación se presentan las gráficas que nos indican si el proceso fue el adecuado.



Gráfica 13. Concentración de H<sup>+</sup> contra porcentaje de feldespatos ligeros separados.



Gráfica 14. Concentración de H<sup>+</sup> contra porcentaje de feldespatos pesados separados.

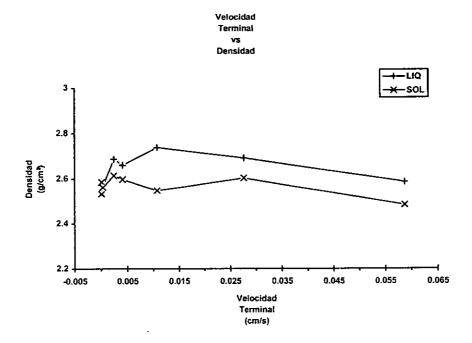
Con las gráficas anteriores podemos argumentar que la separación de los feldespatos se favoreció con la alteración del medio que los rodeaba durante la separación.

La diferencia entre los pH's de la parte superior e inferior es pequeña, pero la suficiente para ayudar a que los minerales con densidades intermedias tornaran "dirección"; es decir, que flotaran o se hundieran.

Además de los porcentajes alcanzados en la separación, de alrededor del 90%, sin hacer ninguna separación previa. Esto en cuanto a los minerales ligeros.

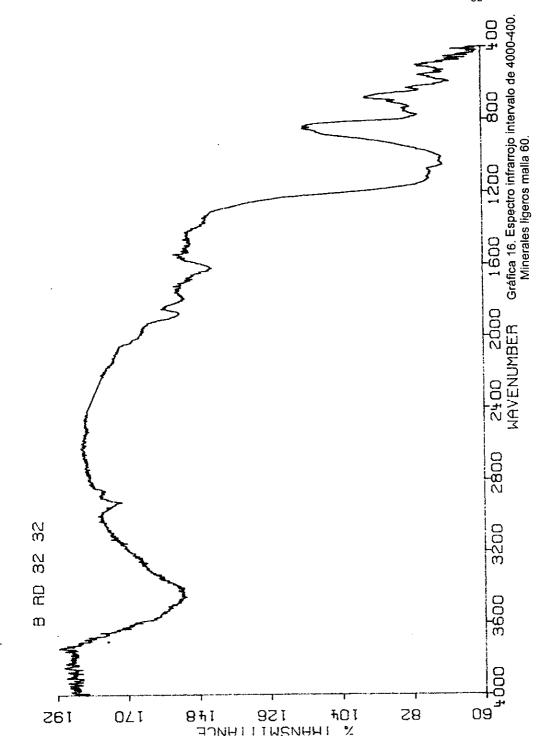
En el caso de los minerales pesados tenemos que su recuperación es menor, pero en concentraciones de H<sup>+</sup> de entre 6 x 10<sup>-5</sup> y de 1 x 10<sup>-4</sup> la recuperación es alta o más favorecida; esto es, un intervalo de pH de 4.0 a 4.22.

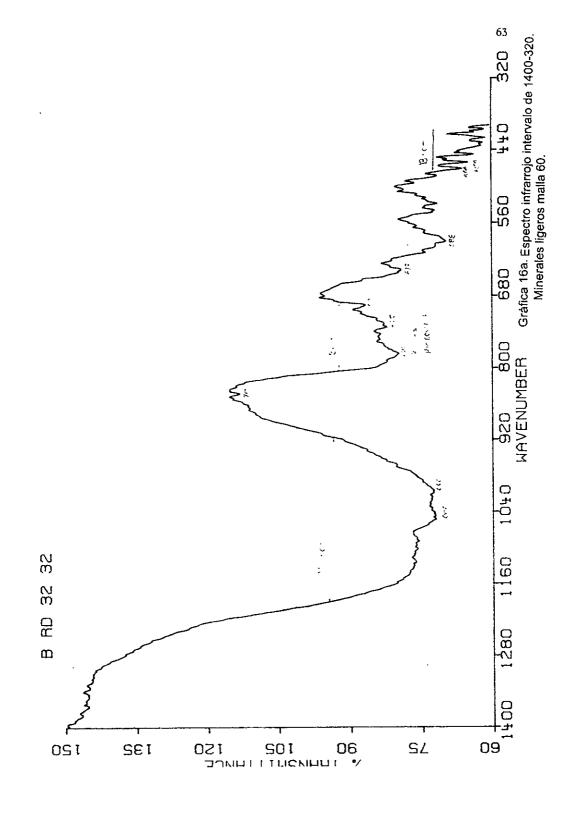
Ahora analizaremos la velocidad terminal de la partíclua.

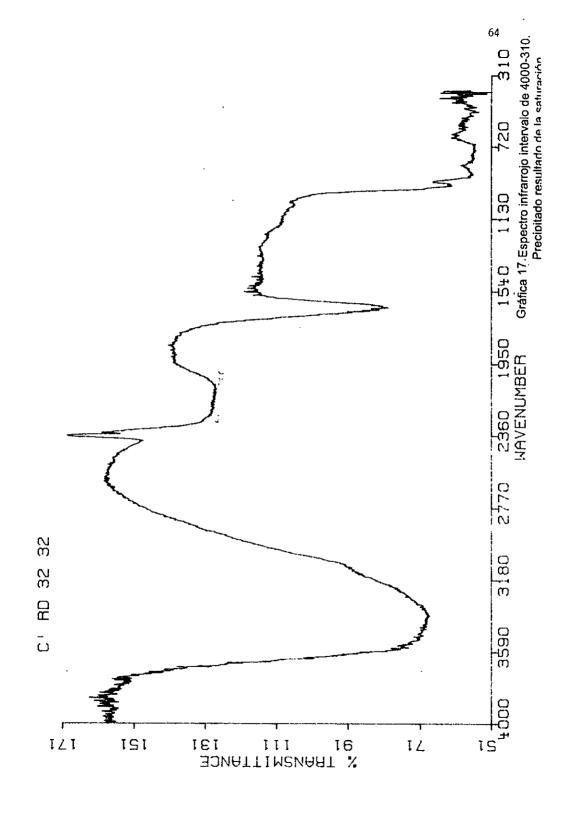


Gráfica 15. Comportamiento de la velocidad terminal con respecto a la densidad de la solución y la mezcla de minerales.









Los resultados del cálculo de la velocidad terminal de partícula permito hacer la gráfica del comportamiento de la velocidad terminal y la densidad (gráfica 15) en donde se puede ver lo siguiente:

A menor densidad menor es la velocidad terminal, por lo que se comporta en forma casi lineal una con respecto a la otra; entre más concentrada se encuentre la solución más difícil será para la partícula desplazarse en el medio; en este tipo de colector al aumentar la densidad, también aumenta la viscosidad.

La velocidad terminal nos indica cuando un sistema de este tipo se puede considerar estable, pues a menor velocidad terminal más tiempo tardan en tocarse las fases de separación de los minerales (ligera y pesada). Además hay que hacer una consideración, que es la distancia que recorren, los minerales ligeros es mínima; y por tanto, después de un tiempo corto de aproximadamente 20 minutos se dice que es estable el sistema.

Análisis de los espectros de infrarrojo.

El análisis con rayos infrarrojos solo nos indica la presencia de los minerales. Las longitudes de onda son como las huellas que nos ayudan a identificar los compuestos de los que están formadas las cosas (en este caso los minerales que conforman la muestra).

Las Gráficas 16 y 16a de los ligeros de la malla 60 sacado a una densidad de  $2.7~{\rm g}\,/{\rm cm}^3$ .

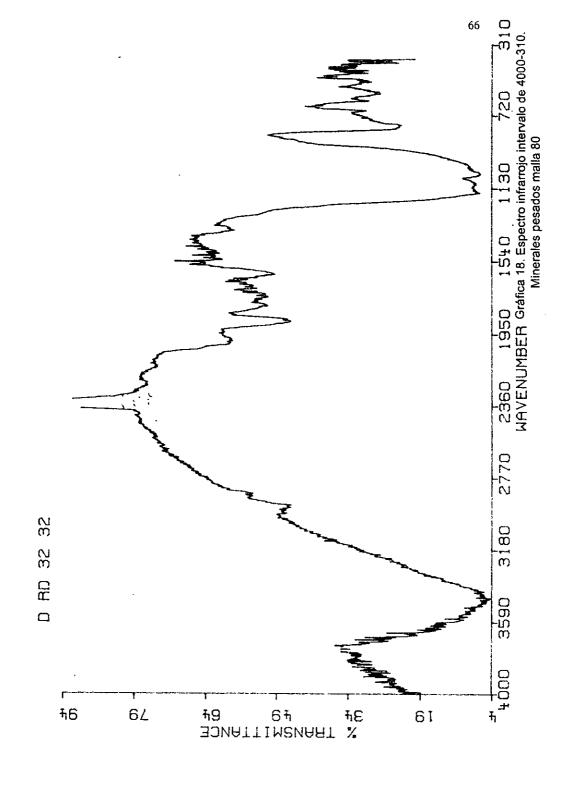
En la gráfica 16 se muestra un espectro amplio que va de 4000 a 400.

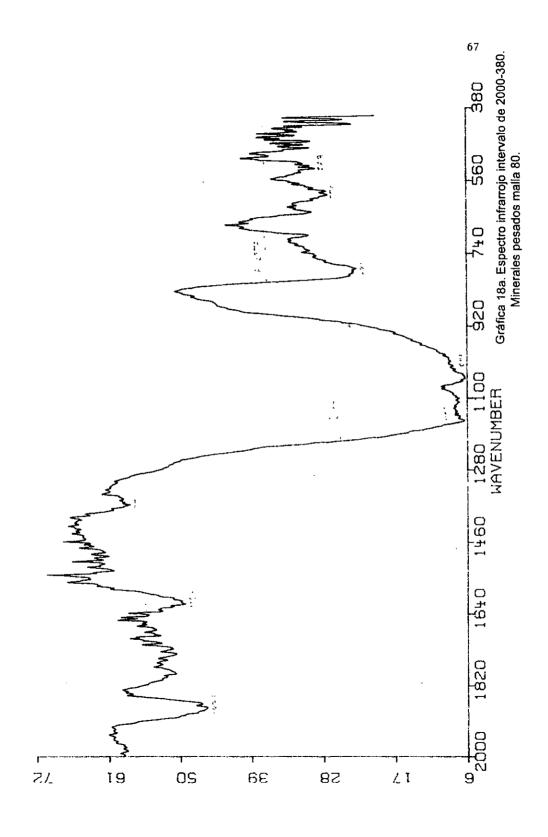
En la gráfica 16a se da un intervalo de espectro más pequeño que de 1400 a 320, en este intervalo se puede determinar la presencia se determinados minerales.

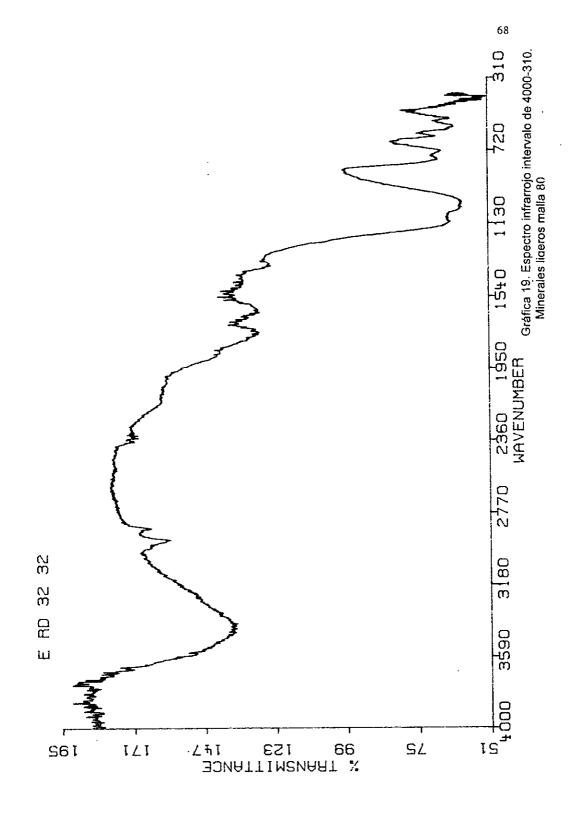
Haciendo la interpretación de la gráfica 16a se determinó la presencia de los siguientes minerales:

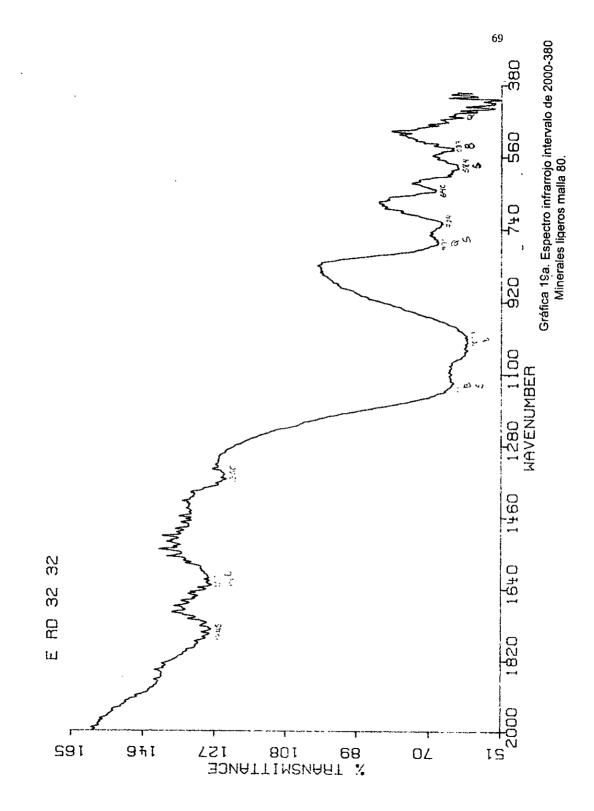
Microlina (feldespato potásico) Biotita Cuarzo

En la gráfica 17 se muestra el espectro del precipitado formado durante el proceso de saturación de la solución de politungstato de sodio. No se encuentra en el espectro la presencia de algún mineral de los que conforman la muestra con la que se trabajó.









Por lo que presumiblemente sean compuestos que contengan carbonatos o como se hizo notar en la parte de preparación del colector era un politungstato recuperado, con el se hicieron algunas separaciones de otras muestras que probablemente contenían calcio y al ser concentrado se hizo evidente la presencia del precipitado, lo anterior nos hace suponer que puede ser el politungstato de calcio.

En la gráfica 18 y 18a son de la fracción pesada de la malla 80 trabajada a una densidad de 4.08 g / cm³.

En la gráfica 18 se presenta un espectro amplio que va de 310 a 4000

Y en la gráfica 18a se da un intervalo más reducido de espectro que va de 2000 a 380, donde se determinó la presencia de los siguientes minerales:

Biotita Albita (feldespato sódico) Además de la presencia de CO<sub>2</sub>.

La parte de ligeros (misma malla y densidad) representada por las gráficas 19 y 19a.

Donde la gráfica 19 presenta un espectro amplio que va de 4000 a 310.

Y la gráfica 19a es un intervalo de espectro que va de 2000 a 380, donde se determinó que esta conformada por los siguientes minerales:

Biotita Cuarzo Sanidina (feldespato sódico) Además de la presencia de agua.

#### VI. CONCLUSIONES

El pH disminuye en forma casi lineal, hasta llegar a valores ácidos (gráfica 1). Por lo que se puede asegurar que el politungstato de sodio es una compuesto ácido.

El comportamiento de la densidad con respecto a la cantidad de politungstato de sodio es directamente proporcional, hasta cerca del punto de saturación. (Gráfica 2)

En la gráfica 3 vemos un comportamiento exponencial de la masa agregada con respecto a el logaritmo de la densidad. En la gráfica siguiente (4) se ve un comportamiento lineal decreciente del pH con respecto al logaritmo de la densidad, esto denota que la densidad es exponencialmente dependiente del pH.

Este reactivo se comporta en forma ideal (gráfica 7) en solución, aún con el fenómeno de opalescencia que se presentó durante el proceso de saturación.

Durante el tiempo que se trabajó con el politungstato de sodio; se observó que lo mejor es trabajar inmediatamente después de haber sido disuelto, pues con el paso del tiempo sus propiedades (pH, y por tanto densidad) cambian, y por tanto puede haber variaciones en el grado de recuperación de los minerales.

El pH del medio al serle agregadosla mezcla de minerales, sufre cambios del mismo. Al medir el pH del medio que rodeaba cada una de las fases separadas, y haciendo una comparación con el pH inicial, se puede concluir que la mezcla de minerales se comporta como una base con respecto a este colector.

El variar el pH de la solución ayuda a la separación, pues se favorece.

El cambio del pH entre las fases en separación y el pH inicial y entre ambas fases es pequeño. Pero significa que existe una sustitución de cationes en la superficie de los minerales.

Estudiando la forma de modificar el medio en separación de manera que se vea favorecida la separación, se llegó a lo siguiente:

La modificación del pH es un camino, relativamente fácil de seguir, pero las limitaciones del colector hace que este sea restringido.

Una de las modificaciones que podemos señalar es que se establezca una diferencia de pH entre el medio de los minerales ligeros y el medio de los minerales pesados mayor a 0.5, y entre el pH inicial y el medio de los ligeros la diferencia de pH de alrededor de -1.4, pues debe ser mayor el pH del medio que el inicial.

De acuerdo con los resultados obtenidos con las anteriores modificaciones el porcentaje de recuperación de los minerales que nos interesan es de alrededor del 90%.

Por último, como este estudio se hizo como apoyo al trabajo de separación de minerales de los Institutos de Geofisica y Geología, se obtienen una serie de recomendaciones, que se indican a continuación:

- 1) Se puede favorecer la separación usando soluciones de bases fuertes (por ejemplo NaOH), para variar el pH y lograr separar con la solución de politungstato de sodio el mineral en dos zonas claramente definidas, obteniendo por separado los minerales ligeros y los minerales pesados.
- 2) Para evitar el fenómeno de opalescencia, se recomienda cuidar que la solución no tenga contacto con el aire, o concentrar y después diluir, dejando que la solución se estabilice por algún tiempo (doce horas) para poder retirar el precipitado, ade4más de pasar la muestra por agua tibia para quitar todo el calcio libre que tenga la muestra.
- 3) Para recuperar el reactivo, se necesita calentar la solución hasta concentrarla (con ayuda de una parrilla), y después con una fuente de calor constante (un foco) llevarla a sequedad.
- 4) Como recomendación para estudios posteriores; se puede hacer un trabajo similar o más profundo, para otros líquidos (acetona, bromoformo, yoduro de metilo, etc.); pues existen otros minerales pesados, con mayor densidad a la de los feldespatos (como por ejemplo: circón, esfena, entre otros), que también son de interés, pero que al ser más pesados es todavía más difícil su separación.

## VII. BIBLIOGRAFÍA

- (1) Díaz, D., "Iniciación práctica a la mineralogía", Alhambra, 1976, 484-493.
- (2) Norton, F. H., "Cerámica fina, tecnología y aplicaciones", Omega, 1975, 78-81.
- (3) Smart, L., Moore, E., "Química del estado sólido, una introducción", 1995, 143-148.
- (4) Tytko, K.H., Glemser, O., "Advances in inorganic chemistry and radiochemistry, Isopolymolybdates and isopolytungstates", Vol. 19, Academic Press, 1976, 239-264 y 280-309.
- (5) Kirk-Othmer, "Encyclopedia of chemical technology", Vol. 23, John Wiley & Sons, 1985, 428-438.
  - (6) Folleto del Proveedor, "Geoliquids Inc.", 1992.
  - (7) Callahan, J., J. of Sedimentoloogy, 57, 4, 1987, 765-766.
  - (8) Kruskowski, S.T., J. Paleont., 62 (2), 1988, 314-316.
- (9) Matijevió, E., "Surface and colloid sciencie", Vol. 12, Pleum Press, 1982, 315-352.
- (10) Toral, M. T., "Fisicoquímica de superficies y sistema dispersos", URMO, 1973, 68-74, 80-82, 273, 280-284.
  - (11) Mair, J.A., J. Chem. Soc. Part III, 1950,2364-2376.
  - (12) Ortner, H.M., An. Chem., Vol. 47, No. 1, Jan, 1975
- (13) Kepert, D.L., "Progress in inorganic chemistry", Vol. 4, interscience Publisher, 1962, 199-274.
- (14) Gregory, M.R., Johnston, K. A., New Zealand Journal of geology and geophysics, 1987, Vol. 30, 317-320.
  - (15) Morrow, J. R., Webster, G. D., J Paleont., 63 (6),1989, 953-955.
- (16) Streeter, V.L., Wylie, E.B., "Mecánica de Fluidos", McGraw-Hill, 1975, 295-300.

- (17) Maron, S.H., Lando, J.B., "<u>Fisicoquímica Fundamental</u>", Limusa, 1990, 511-518, 534-538, 579-580, 936-943.
- (18) Charlot, G., "<u>Métodos Electroquímicos y Absorciométricos.</u>

  <u>Cromatografia</u>", Tomo II, Toray-Masson, 1975, 1-8, 31-38.
- (19) Day Jr., R.A., Underwood, A.L., "Química Analítica Cuantitativa", Prentice-Hall, 1986, 241-243.
- (20) Ramette, R.W., "Equilibrio y Análisis Químico", Fondo Educativo Interamericano, 1983, 459-460.
  - (21) Bird, R.B., "Fenómenos de Transporte", Reverté, 1995, 1-3 a 1-15.
  - (22) Valiente, A., "Flujo de Fluidos", Noriega, 1990, 549-554.
- (23) Coulson, J.M., Richarson, J.F., "Ingeniería Química", Tomo I, Reverté, 1979, 230
- (24) Pope, M.T., Varga, G.M., Inorg. Chem., Vol. 5, No. 7, July, 1966, 1249-1254
- (25) Van der Marel, H.W., "Atlas of Infrared Spectroscopy of Clay, Minerals and their Mixtures", Elsevier Scientific Publishing, 1990
  - (26) Leet, L.D., Judson, S., "Physical geology", 1978
  - (27) Gray, H.B., Haight Jr., G.P., "Principios básicos de química", España, 1983, 18-2 a 18-7
- (28) Pourbaix, M., "<u>Atlas d'equilibres électrochimiques</u>", 1975, Francia, 123, 124, 127, 128, 281, 282
- (29) Faure, G., "Pirnciples and applications of inorganic geochemistry", MacMillan Publishing Company, 1992, U.S.A., 1992, 212, 416-422.