

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO  
FACULTAD DE QUIMICA

ESTUDIO EXPERIMENTAL ACERCA DEL USO DE ELUTRIACION  
EN EL TRATAMIENTO DE CAOLINES

POR: JORGE LUIS AGUILAR GONZALEZ  
CARRERA: INGENIERIA QUIMICA

1978



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

LAB. TESIS 1978.  
DE M. 9  
ECMA \_\_\_\_\_  
RPS \_\_\_\_\_  
E. \_\_\_\_\_



Jurado asignado originalmente según el tema:

Presidente. Prof. ADALBERTO TIRADO ARROYAVE

Vocal. Prof. JORGE RAMIREZ SOLIS

Secretario. Prof. RODOLFO MORA VALLEJO

1er. Suplente. Prof. FRANCISCO LOZANO GARCIA

2o. Suplente. Prof. ENRIQUE BRAVO MEDINA.

Sitio donde se desarrolló el tema: Laboratorio de Ingeniería Química, División de Estudios Superiores.

Sustentante: Jorge Luis Aguilar González.

Asesor del tema: Dr. Rodolfo Mora Vallejo.



A CARMEN GONZALES DE A. CON  
PROFUNDO AMOR Y AGRADECIMIENTO...

## INDICE GENERAL

INDICE DE FIGURAS	vi
INDICE DE TABLAS	viii
NOMENCLATURA	ix

## CAPITULO I

Introducción y Objetivos

## CAPITULO II

Teoría del Transporte Neumático de Sólidos

2.1 Lecho fluidizado	6
2.2 Lecho de partículas de un tamaño	7
2.3 Lechos con distribución de tamaños de partícula	11
2.4 Velocidad mínima de fluidización	15
2.5 Caída de presión en lechos fluidizados	18
2.6 Velocidad terminal	21
2.7 Transporte de sólidos suspendidos	26
2.8 Elutriación	29

## CAPITULO III

Sistema Experimental y Operación

3.1 Descripción general	41
3.2 Descripción de los componentes del sistema experimental	41
3.3 Descripción de la operación	46

3.4	Descripción de la técnica usada para el análisis químico de la muestra que se usaría como patron de comparación.	51
3.5	Método de análisis químico por fluorescencia de rayos X.	60

#### CAPITULO IV

##### Resultados Experimentales

4.1	Molienda del caolín	63
4.2	Distribución de tamaños de partícula	63
4.3	Preparación de una mezcla de distribución -- de tamaños de partícula conocida (mezcla A)	64
4.4	Separación de la mezcla A por elutriación utilizándo diferentes gastos de aire.	66
4.5	Determinación de los tamaños de partícula de los cortes obtenidos de la operación con la - mezcla A	66
4.6	Separación de la muestra original	66
4.7	Análisis del residuo de la operación con la - mezcla A	72
4.8	Comparación de la composición química de diferentes fracciones obtenidas de la operación - con la muestra original.	72
4.9	Operación con un solo tamaño de partícula.	73

#### CAPITULO V

	Discusión de Resultados, Conclusiones y Recomendaciones.	73
		73
5.1	Discusión de resultados	78
5.2	Conclusiones	80

5.3 Recomendaciones

81

BIBLIOGRAFIA

85

## INDICE DE FIGURAS.

	Pag.
Fig. 2.1 Espacios vacíos en lechos empacados al azar, para tamaños de partícula uniforme.....	10
Fig. 2.2 Funciones de distribución de tamaños de partículas para distribuciones continuas.....	12
Fig. 2.3 Funciones de distribución de tamaños de partícula para distribuciones discretas.....	14
Fig. 2.4 Caída de presión contra velocidad en un lecho fluidizado.....	19
Fig. 2.5.a Canalización en lecho fluidizado.....	20
Fig. 2.5.b. Ondeo en lecho fluidizado.....	20
Fig. 2.6 Gráfica para el cálculo de la velocidad terminal.....	23
Fig. 2.7 Estratificación en un lecho fluidizado.....	32
Fig. 2.8 Distribución de flujo sobre la superficie del lecho fluidizado durante la elutriación.....	32
Fig. 2.9 Relación de ALT vs. velocidad superficial del gas para diferentes diámetros de columna.....	34
Fig. 2.10 Relación de pesos de finos elutriados contra tiempo para diferentes valores de ALB.....	36
Fig. 2.11 Esquema del lecho fluidizado para explicar la elutriación.....	36
Fig. 3.1 Sistema experimental.....	42

Fig. 4.1.a % en peso de partículas con dp 43 micras, en los diferentes cortes relativo a la composición de la mezcla A.....	69
Fig. 4.1.b Idem 4.1.a para partículas con 43 dp 74 micras.....	69
Fig. 4.1.c Idem 4.1.a para partículas con 74 dp 100 micras.....	70
Fig. 4.1.d Idem 4.1.a para partículas con 100 dp -- 150 micras.....	70
Fig. 4.1.e Idem 4.1.a para partículas con 150 dp -- 190 micras.....	71
Fig. 4.1.f Idem 4.1.a Para partículas con dp 190 -- micras.....	71
Fig. 4.2.a % de SiO <sub>2</sub> obtenido en los diferentes cortes para la operación con la fracción 80-100.....	76
Fig. 4.2.b Idem 4.2.a para Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	76
Fig. 4.2.c Idem 4.2.a para Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	77
Fig. 5.1.a Diagrama de flujo para clasificación de caolines, lechos en cascada, diferentes gastos de aire.....	83
Fig. 5.1.b. Diagrama de flujo para clasificación de caolines, lechos en serie, diferentes velocidades superficiales de aire.....	84

## INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1.1 Producción de caolín en México y consumo aparente.	2
Tabla 1.2 Importación de caolín en México.....	2
Tabla 4.1 Distribución de tamaños de partícula de la muestra salida del molino (muestra original).....	65
Tabla 4.2 Distribución de tamaños de partícula de la mezcla A.....	65
Tabla 4.3 Peso, en gramos, obtenidos de cada tamaño en cada corte.....	67
Tabla 4.4 % de cada tamaño relativo al peso total obtenido para cada corte.....	67
Tabla 4.5 Porcentaje de cada tamaño en los cortes relativo a la cantidad que de ese tamaño había en la mezcla A.....	68
Tabla 4.6 Distribución de tamaños de partícula del residuo de la operación con la mezcla A.....	74
Tabla 4.7 Análisis químico por fluorescencia de rayos X de las fracciones obtenidas de la operación con la muestra original.....	74
Tabla 4.8 Composición química de las fracciones separadas para la operación con la fracción 80-100.....	74

## NOMENCLATURA.

- a      área por unidad de volumen de lecho.
- a'     área por unidad de volumen de partícula.
- $A_t$     sección transversal de lecho.
- ALB    altura libre de borda.
- ALT    altura libre de transporte.
- $C_d'$     coeficiente de arrastre.
- $d_p$     diámetro de partícula.
- $D_s$     diámetro equivalente de partícula =  $\phi_s (d_p)$
- $D_t$     diámetro de tubo.
- $D_b$     diámetro de burbuja.
- $D_{bm}$     diámetro máximo estable de burbuja.
- $f_g$     factor de fricción entre gas y paredes del tubo.
- $f_s$     factor de fricción entre partículas y paredes del tubo.
- $f_w$     fracción del volumen de burbuja ocupado por oclusión de --  
sólidos.
- $g_c$     factor dimensional para transformar lb-ft/seg<sup>2</sup> a  $\overline{lb}$
- $g$       aceleración de la gravedad.
- $G_g$     masa velocidad del gas.
- $G_s$     masa velocidad de sólidos.
- H, L    altura del lecho fijo.
- Hmf, Lmf    altura del lecho en fluidización incipiente.
- h      altura arriba de la superficie del lecho
- hmax    altura máxima que alcanzan las partículas gruesas.



J	velocidad de acarreo de sólidos por unidad de área por -- unidad de tiempo.
L'	longitud del tubo.
N	número de burbujas que ascienden por segundo.
P(dp), p(dp)	funciones de distribución de tamaños de partículas.
$\Delta P$	gradiente de presión.
Rep	número de Reynolds basado en el diámetro de partícula.
t	tiempo (min).
Uo	velocidad superficial actual del gas.
Umf	velocidad mínima de fluidización.
Ut	velocidad terminal.
v <sub>g</sub>	velocidad superficial del gas.
v <sub>s</sub>	velocidad lineal de sólidos.
v	velocidad de ascenso de las partículas.
v <sub>o</sub>	velocidad de ascenso de las partículas justo arriba de la superficie del lecho.
w <sub>f</sub>	peso de finos elutriados.
Ub	velocidad de ascenso de burbuja.
Vc,h	velocidad de transporte en la dirección horizontal.
Vc,v	velocidad de transporte en la dirección vertical.
$\epsilon_m$	fracción de vacíos en el lecho fijo.
$\epsilon_{mf}$	fracción de vacíos en el lecho en fluidización.
$\phi_s$	esfericidad.
$\mu$	viscosidad del gas.
$\rho_g$	densidad del gas.

$\rho_s$  densidad del sólido.

$\tau$  tiempo en que los gruesos alcanzan ALT.

## CAPITULO I

### INTRODUCCION Y OBJETIVOS.

Uno de los productos naturales no renovables que tiene una gran cantidad de usos en la fabricación de productos comerciales es el caolín.

Su uso se extiende desde su aplicación en la industria del cemento como carga, hasta su uso en la industria farmacéutica, pasando por la industria del papel, cerámica, materiales refractarios, pinturas, hule etc. En cada uno de sus usos se aprovecha alguna de las propiedades del caolín y se requieren diferentes grados de calidad.

México es un país que cuenta con extensos y abundantes yacimientos de caolín, de los cuales son famosos los de Cuernavaca y los de Puebla por su calidad ya que es apropiada para su uso en la fabricación de cerámica de alta calidad.

La producción de caolín en el país es abundante, como se muestra en la tabla 1.1, siendo los principales estados productores Guanajuato, Hidalgo, Querétaro, Puebla y Morelos. Sin embargo también es necesario importar grandes volúmenes de caolín como puede observarse en la tabla 1.2 lo cual se debe no a la insuficiencia de los yacimientos, sino a la calidad requerida para ciertos usos, de tal forma que las importaciones corresponden principalmente a caolines tratados, por ejemplo en el caso de caolines para la industria farmacéutica la totalidad de las importaciones corresponde al consumo de los mismos. También se-

dan casos como el de la fabricación de cerámica de alta calidad en el que la materia prima se exporta al extranjero y se reimporta, ya tratada, a un costo obviamente más elevado.

Debido a lo anterior se ve la necesidad de tratar los caolines en el país para lograr una nivelación de la balanza de pagos en ese aspecto y lograr un mejor aprovechamiento de los recursos naturales.

Tabla 1.1. Producción de caolín en México y consumo aparente.

Año	Producción (Ton)	Consumo Ap. (Ton)
1969	89 732.0	110 035.7
1970	78 548.0	101 744.0
1971	72 587.0	95 785.4
1972	71 891.0	100 777.0
1973	94 364.0	128 675.3
1974	93 377.0	

Tabla 1.2 Importación de caolín en México.

Año	Cantidad (Ton)	Importe (Miles de pesos)
1969	20 326.85	13 333.65
1970	23 316.85	16 695.88
1971	23 228.13	16 864.37
1972	28 979.83	22 592.41
1973	34 569.49	26 158.80
1974	41 026.81	-----

Tomadas del Reporte Anual de la S.I. C. 1975.

Los caolines se encuentran en grandes yacimientos generalmente superficiales de tal forma que su explotación se hace generalmente a cielo abierto. Dependiendo de la localización y de los fenómenos geológicos que originaron el yacimiento, la composición de un yacimiento puede ser muy diferente a la de otros.

La calidad de los caolines depende de su composición química, principalmente de su contenido de  $\text{SiO}_2$ , de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y de su contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Tales componentes y la relación de  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  son los principales factores que determinan la calidad de los caolines para un uso determinado.

Las principales impurezas en los caolines son sílice libre ( $\text{SiO}_2$ ), silicatos alcalinos  $\text{R}_2\text{O} (\text{SiO}_3)_n$  y compuestos de fierro.

La sílice libre en los caolines se puede encontrar como cuarzo, como sílice amorfa hidratada o como sílice coloidal. La sílice combinada se puede encontrar como impureza en forma de faldospatos, micas y con varias bases formando silicatos solubles por ejem, con calcio forma la Wolostomita ( $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ ).

Los efectos de la sílice libre en los caolines son los siguientes; reduce la plasticidad, es menor la contracción en el secado y cocción, aumenta la resistencia a los cambios de la temperatura, reduce las propiedades refractarias ya que provoca una disminución en el punto de fusión.

La sílice combinada tiene los mismos efectos que la libre pero no provoca disminución en el punto de fusión.

Los compuestos de fierro en especial el  $\text{FeO}$  y el óxido ferroso-férrico, actúan como fundentes en los caolines por lo que-

son indeseables, además causan defectos en el color, cuando el caolín se usa como pigmento o en cerámica, también el fierro da origen a manchas por la formación de sulfato férrico.

Un caolín de alta calidad como la arcilla china debe tener la siguiente composición:

46.0% de  $\text{SiO}_2$ ; 40.0% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 14.0% de agua.

Dependiendo del uso al que se destine el caolín la composición requerida varía, por ejemplo para cerámica se requiere la siguiente composición:

$\text{SiO}_2$	46-48%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	37-38%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0.5-0.6%

La composición requerida para loza es:

$\text{SiO}_2$	45-54%
$\text{Al}_2\text{O}_3$	32-36%
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1-2%

Se ve entonces que un factor determinante en la calidad del caolín es su contenido de  $\text{SiO}_2$  y de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , de tal forma que para mejorar la calidad de los caolines naturales, éstos deben ser tratados para lograr una disminución en el contenido de tales componentes; existen diferentes tipos de tratamiento, los cuales pueden ser por vía seca ó por vía húmeda.

El objetivo del presente estudio fué realizar la experimentación preliminar a escala de laboratorio tendiente a mejorar la calidad de muestras de caolín extraídas de los extensos yaci

mientos localizados en Huayacocotla, Ver. por medio de un tratamiento por vía seca (elutriación).

Para ésto se montó el sistema experimental descrito en el capítulo III, se analizaron diferentes fracciones obtenidas para evaluar la eficiencia del tratamiento. Estos resultados se muestran en el capítulo IV y se discuten en el capítulo V. En el capítulo II se hace una descripción teórica del transporte neumático de sólidos y la elutriación, con el objeto de lograr una más clara comprensión de la naturaleza de la experimentación hecha y visualizar los alcances que tendría su aplicación práctica como proceso industrial de clasificación de caolines.

Debe agradecerse la colaboración de los ejidatarios de -- Huayacócotla, Ver. por las facilidades que proporcionaron para -- la obtención de las muestras y al Centro de Recursos Minerales, -- en especial al Dr. Heriberto De Pablo, por su colaboración al -- realizar el análisis químico por fluorescencia de rayos X de las diferentes fracciones obtenidas.

## CAPITULO II

### TEORIA DEL TRANSPORTE NEUMATICO DE SOLIDOS.

#### 2.1) Lecho fluidizado.

Uno de los dispositivos de gran aplicación en operaciones que involucran, por alguna razón, partículas relativamente pequeñas de sólido, tales como secado y catálisis heterogénea, en las que es muy importante aprovechar al máximo el área superficial de las partículas, es el lecho fluidizado.

Este dispositivo consta de una alimentación de gas que pasa a un distribuidor para lograr una entrada de gas homogénea, - el gas entra en un recipiente que contiene las partículas de sólido, que una vez en operación normal, se encuentran suspendidas en el gas, y adquieren, de esta forma, en conjunto un comportamiento similar al de un líquido hirviendo.

El control que debe tenerse de la velocidad del gas a través del lecho es de gran importancia ya que a velocidades demasiado bajas, el conjunto de partículas sólidas se comporta como un lecho empacado, ya que la fuerza que ejercen las moléculas -- del gas al golpear las partículas de sólido no es suficiente para suspenderlas.



Si la velocidad del gas se va aumentando, llega a un valor determinado en el que las partículas llegan a suspenderse, a esta velocidad se le llama velocidad mínima de fluidización.

A velocidades suficientemente altas las partículas de sólidos no sólo se suspenden en la corriente gaseosa, sino que empiezan a transportarse con la corriente de gas, a la velocidad en la que el fenómeno de arrastre comienza a presentarse se le conoce como velocidad terminal.

## 2.2) Lechos de partículas de un tamaño. (10)

### 2.2.a) Medición del tamaño de partícula.

Cuando se trabaja con partículas grandes (tamaño  $>5\text{mm}$ ) la medición se puede hacer de una manera directa con calibradores, micrómetros o aparatos similares, sin embargo para partículas pequeñas (tamaño  $<0.04\text{ mm}$ ) los métodos directos no aplicables, y es necesario usar otros medios de medición por ejemplo basados en el establecimiento de su velocidad o rapidez en el movimiento browniano. De los métodos más convencionales para determinar el tamaño de partículas, de tamaño intermedio, entre estos dos extremos, es el tamizado, en el cual el tamaño se obtiene entre dos límites que son: el superior, la abertura de una malla

determinada, la cual logran pasar las partículas y el inferior, -- una malla de abertura menor, la cual no atraviesan las partícu-- las, entonces el tamaño se reporta como partículas que logran -- pasar una determinada malla pero no la siguiente. Existen con--- juntos de tamices ordenados de tipo comercial, de tal modo que - se tiene una convención establecida sobre el tamaño de la abertu-- ra de la malla.

Cuando se trabaja con partículas que no son esféricas, -- por convención, se consideran como partículas de diámetro igual-- al de una esfera del mismo volumen.

Para relacionar el diámetro medido de una partícula al -- diámetro de una esfera equivalente se usa un parámetro llamado - esfericidad que es la relación de la superficie exterior de una- esfera a la superficie exterior de la partícula, ambas del mismo volúmen, ecuación (2.1).

$$\phi_s = \left( \frac{\text{Sup. Esfera.}}{\text{Sup. Partícula.}} \right) \quad \text{ambas del mismo volumen.} \quad (21.)$$

Así para esferas  $\phi_s = 1$  y  $0 < \phi_s < 1$  para otras morfologías.

En fluidización, se considera el diámetro equivalente de- una partícula de cualquier forma como  $\phi_s d_p$  donde  $d_p$  es el diá- metro debido. Algunos datos de  $\phi_s$  para diferentes materiales se encuentran reportados en la literatura.

Usando  $\phi_s d_p$  como diámetro equivalente el área exterior de una partícula relacionada al volumen de la misma quedaría como:-

$$a' = \frac{\pi d_p^2 \phi_s^2}{\frac{\pi d_p^3 \phi_s^3}{6}} = \frac{6}{\phi_s d_p} \quad (2.2)$$

Y el área por unidad de volumen de lecho.

$$a = \frac{6(1-\epsilon_m)}{\phi_s d_p} \quad (2.3)$$

Donde  $\epsilon_m$  es la fracción de espacios vacíos en el lecho (antes de la fluidización). Los trabajos de Brown y colaboradores han demostrado que  $\epsilon_m$  dependen de la forma de las partículas y de la forma de empaque del lecho y han relacionado  $\epsilon_m$  a  $\phi_s$  de acuerdo a las curvas mostradas en la fig.2.1.

$\epsilon_m$  puede ser determinado de la gráfica o puede ser directamente medido sin dificultad. A menudo es más conveniente determinar experimentalmente  $\epsilon_m$ , sobre todo en casos en los que los recipientes que contienen las partículas sólidas son de diámetro pequeño, ya que en este caso, el efecto de los espacios vacíos entre partículas y la pared es importante.

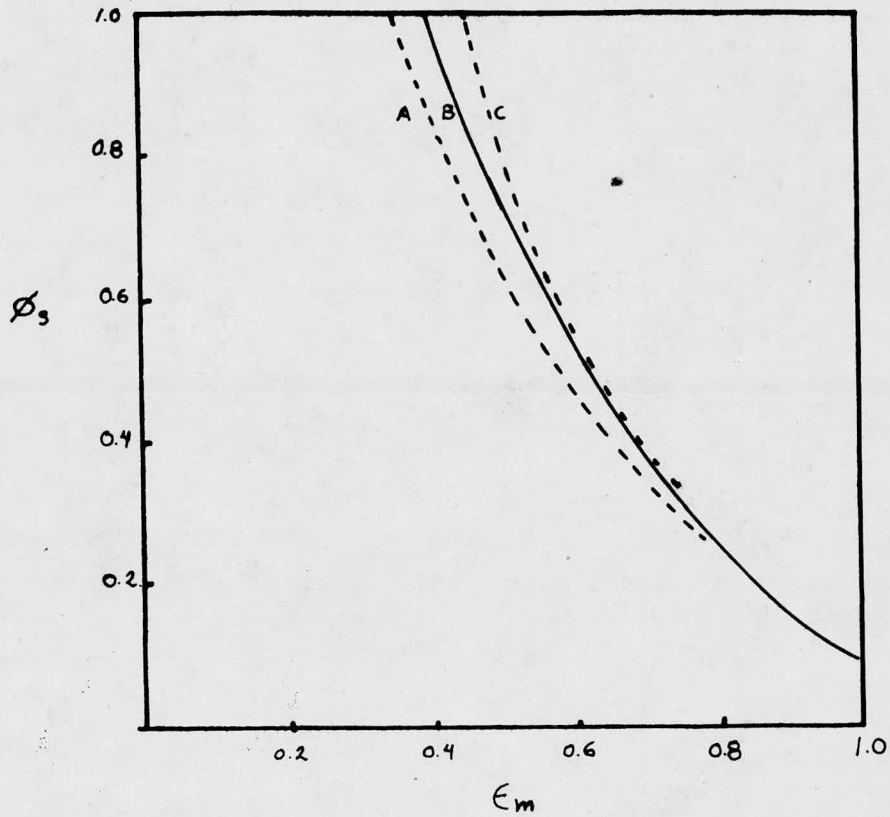
La caída de presión a través de lechos fijos de tamaño de partícula uniforme ha sido correlacionada por Ergun usando la ecuación (2.4).

$$\frac{\Delta P}{L} g_c = 150 \frac{(1-\epsilon_m)^2}{\epsilon_m^3} \frac{\mu \dot{m}_0}{(\phi_s d_p)^2} + 1.75 \frac{1-\epsilon_m}{\epsilon_m^3} \frac{\rho_g \dot{m}_0^2}{\phi_s d_p} \quad (2.4)$$

Donde:  $\mu$  = viscosidad del gas.

$\dot{m}_0$  = velocidad superficial del gas.

$\rho_g$  = densidad del gas.



A.- Empaque denso.

B.- Empaque normal.

C.- Empaque flojo.

Fig. 2.1. Espacios vacíos en lechos empacados al azar para tamaños de partícula uniforme.

(Tomada de G. G. Brown y col., Unit Operations, John Willey & Sons, New York, 1950)

A bajos números de Reynolds el segundo término se hace despreciable en comparación con el primero y la ecuación simplificada a:

$$\frac{\Delta P}{L} g_c = 150 \frac{(1-\epsilon_m)^2}{\epsilon_m^3} \frac{\mu U_0}{(\phi_s dp)^2}; Re_p = \frac{dp \phi_s U_0}{\mu} < 20 \quad (2.5).$$

Para números de Reynolds altos el segundo término correspondiente a pérdida de energía cinética es el único que tiene importancia y la ecuación se transforma a:

$$\frac{\Delta P}{L} g_c = 1.75 \frac{1-\epsilon_m}{\epsilon_m^3} \frac{\rho U_0^3}{\phi_s dp} \quad (2.6).$$

En la región intermedia ambos términos deben ser considerados.

### 2.3) Lechos con distribución de tamaños de partícula.

Definimos primero las funciones distribución de tamaños de partícula  $P(dp)$  y  $p(dp)$  como sigue.

Hagamos que  $P(dp)$  sea la fracción volúmen (o fracción peso) de partículas de tamaño menor que  $dp$ , o sea que  $P(dp)$  es la función acumulativa de distribución de tamaño de partícula. Hagamos también que  $\overset{E_1}{p}(dp) dp$  sea la fracción volumen (o fracción peso) de partículas de tamaño comprendido entre  $dp$  y  $dp + d(dp)$ , - así que  $\overset{E_2}{p}(dp)$  nos da directamente la fracción volumen (o fracción peso) de partículas y tiene unidades de longitud a la menos 1.

En la fig.2.2 se muestran gráficas típicas de las funciones  $P(dp)$  y  $p(dp)$ .

De las gráficas se observa que la relación entre  $P_i$  y  $p_i$  -

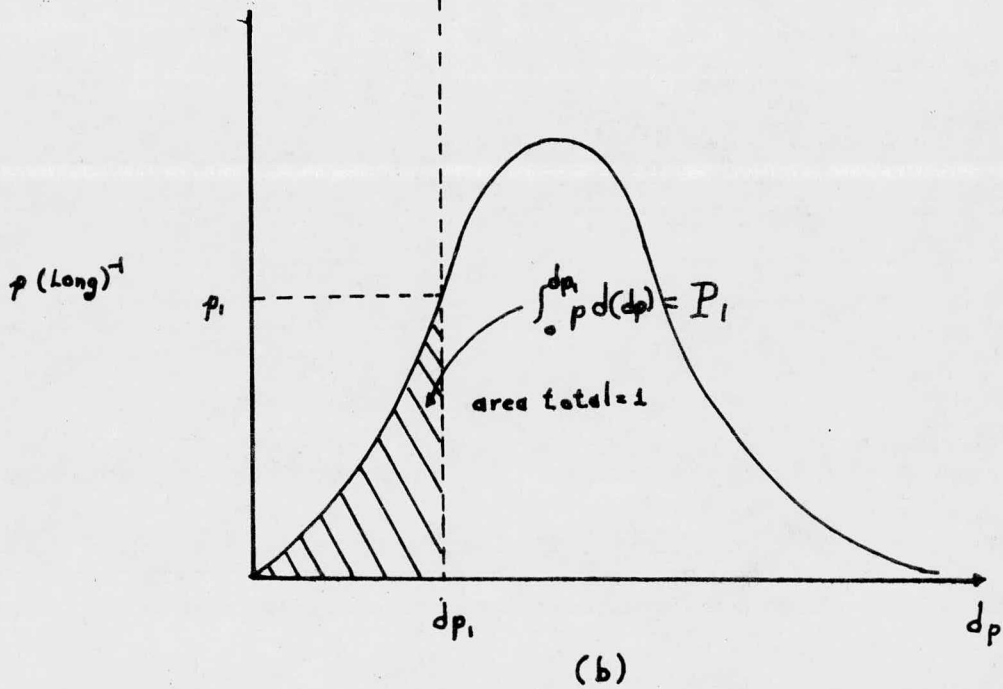
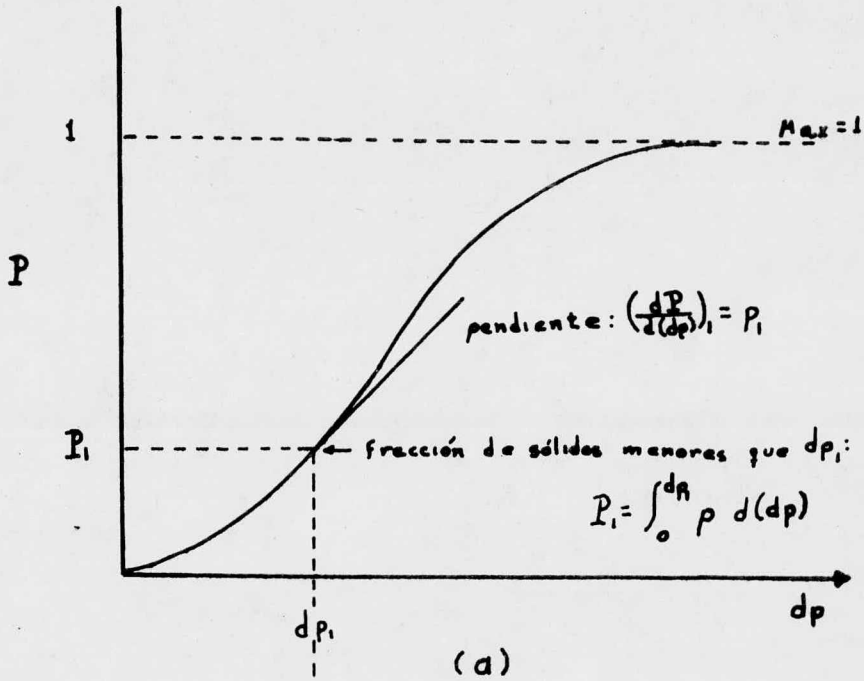


Fig. 2.2. Funciones de distribución de tamaños de partícula para distribuciones continuas.

es la siguiente:

$$P_i = \left( \frac{dP}{d(d_p)_i} \right), \quad P_i = \int_0^{d_{p,i}} p \, d(d_p)_i, \quad (2.7)$$

En general se presentan casos en los que la distribución no es continua sino por el contrario es discreta de tal forma -- que las mismas funciones pueden ser rearrregladas para distribuciones discretas usando incrementos finitos de tal forma que -- quedarían expresadas como sigue.

$$P_i = \left( \frac{\Delta P}{\Delta d_p} \right), \quad P = \sum_0^i (p \Delta d_p)_i = \sum_0^i X_i \quad (2.8)$$

Donde  $X_i$  es la fracción de material en el intervalo  $i$  -- las representaciones gráficas de estas funciones discretas que darían como se muestra en la fig.2.3.

Para cálculo de la caída de presión debida al flujo a -- través de lechos se requiere conocer el área superficial y el -- diámetro de las partículas, por lo que para lechos con distribu-- ción de tamaños de partícula es necesario conocer estas propie-- dades de tal forma que sean representativas, así que definire-- mos las propiedades promedio representativas:

$$\bar{a}' = \int_0^{d_{pmax}} a' p \, d(d_p) = \int_0^{d_{pmax}} \frac{6}{\phi_s d_p} p \, d(d_p) = \frac{6}{\phi_s} \int_0^{d_{pmax}} \frac{p}{d_p} d(d_p) \quad (2.9)$$

Y para una distribución discreta:

$$\bar{a}' = \sum_{\text{Total } i} a'_i (p \Delta P)_i = \frac{6}{\phi_s} \sum_i \frac{P_i (\Delta d_p)_i}{d_{p_i}} = \frac{6}{\phi_s} \sum \left( \frac{X_i}{d_{p_i}} \right) \quad (2.10)$$

Definiendo el área promedio en términos del diámetro pro-- medio, la ecuación 2.2 se convierte en:

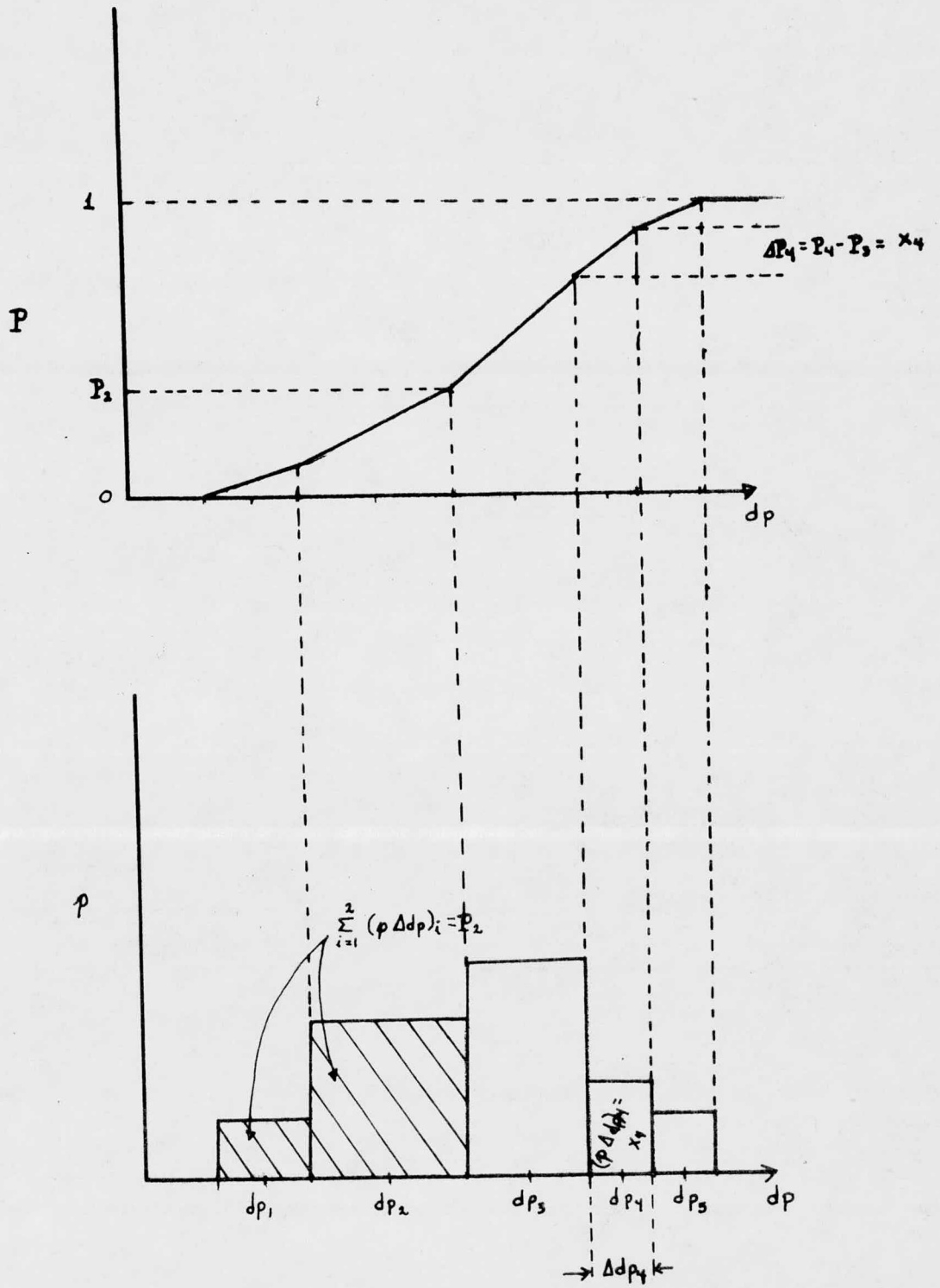


Fig 2.3. Funciones de distribución de tamaños de partícula para distribuciones discretas.



$$\bar{a}' = \frac{6}{\phi_s \bar{d}_p} \quad (2.11)$$

Entonces el diámetro promedio quedaría definiendo como --  
sigue:

$$\bar{d}_p = \frac{6}{\phi_s \bar{a}'} = \frac{1}{\int_0^{d_{pmax}} \left(\frac{p}{d_p}\right) d(d_p)} \quad (2.12a)$$

O bien:

$$\bar{d}_p = \frac{1}{\sum_i \left(\frac{p \Delta d_p}{d_p}\right)_i} = \frac{1}{\sum_i \left(\frac{x}{d_p}\right)_i} \quad (2.12b)$$

Introduciendo estas expresiones para  $a'$  y  $d_p$ , en la ecuación de Ergum para el cálculo de la caída de presión, ésta, para el caso en el que existan sólidos de diferentes tamaños de partícula, queda como sigue:

$$\frac{\Delta P}{L} g_c = \frac{(1-\epsilon_m)^2}{\epsilon_m^3} \frac{\mu M_0}{(\phi_s \bar{d}_p)^2} (50) + 1.75 \frac{1-\epsilon_m}{\epsilon_m^2} \frac{f_s M_0^2}{\phi_s \bar{d}_p} \quad (2.13)$$

La fracción de espacios vacíos no pudo ser estimada fácilmente ya que hay muchos factores que pueden conducir a errores, sin embargo, este parámetro es relativamente fácil de determinarse experimentalmente, por lo que no es necesario desarrollar una ecuación para predecir esta propiedad, aún cuando en la literatura se encuentran reportadas algunas gráficas para estimar como lo hacen Zenz y Othmer, (1).

#### 2.4) Velocidad mínima de fluidización.

Cuando a través de un lecho de partículas sólidas se pasa un gas a velocidades bajas, el lecho permanece fijo, es decir, no se observa movimiento de partículas sólidas. Si la velocidad del -

gas se incrementa, llega un momento en que la fuerza de arrastre del gas iguala a el peso de las partículas y estas quedan suspendidas en la corriente gaseosa, alcanzando el estado de lecho - - fluidizado. O sea, la condición para fluidización puede enunciar se como:

$$\left( \begin{array}{l} \text{caída de presión} \\ \text{a través del lecho} \end{array} \right) \left( \begin{array}{l} \text{sección transversal} \\ \text{del tubo} \end{array} \right) = \left( \begin{array}{l} \text{volúmen} \\ \text{del lecho} \end{array} \right) \left( \begin{array}{l} \text{fracción de} \\ \text{sólidos} \end{array} \right) \left( \begin{array}{l} \text{peso especí-} \\ \text{fico del sol.} \end{array} \right)$$

O sea

$$\Delta P \Delta_t = (A_t L_{mf})(1 - \epsilon_{mf}) \left[ (\rho_s - \rho_g) \frac{g}{g_c} \right] \quad (2.14)$$

Rearreglando tenemos que:

$$\frac{\Delta P}{L_{mf}} = (1 - \epsilon_{mf})(\rho_s - \rho_g) \frac{g}{g_c} \quad (2.15)$$

En un lecho al iniciar la fluidización la fracción de espacios vacíos es ligeramente mayor que cuando se encuentra en estado no fluidizado (lecho empacado), de aquí la diferencia entre  $\epsilon_m$  y  $\epsilon_{mf}$  que debe ser medido o estimado para el estado fluidizado. También la altura del lecho  $L_{mf}$  es por consiguiente un poco mayor en el lecho fluidizado que en el lecho empacado  $L$ .

Combinando la ecuación anterior con la ecuación de Ergun (2.4) extrapolada al estado fluidizado tenemos que:

$$\frac{150(1 - \epsilon_{mf})}{\phi_s^2 \epsilon_{mf}^3} \frac{d_p \mu_{mf} f_g}{\mu} + \frac{1.75}{\phi_s \epsilon_{mf}^3} \left( \frac{d_p \mu_{mf} f_g}{\mu} \right)^2 = \frac{d_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g) g}{\mu^2} \quad (2.16)$$

Recordando que para números de Reynolds bajos sólo el primer término de la ecuación de Ergun es de importancia, tenemos -

que para partículas pequeñas, de bajo peso específico, la velocidad mínima necesaria para que exista fluidización queda determinada por la siguiente relación.

$$U_{mf} = \frac{(\phi_s dp)^2}{150} \frac{\rho_s - \rho_g}{\mu} g \left( \frac{\epsilon_{mf}^3}{1 - \epsilon_{mf}} \right) \quad \text{para } Re_p < 20 \quad (2.17)$$

Y para partículas grandes.

$$U_{mf} = \frac{\phi_s dp}{1.75} \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g} g \epsilon_{mf}^3 \quad Re_p > 1000 \quad (2.18)$$

Cuando  $\phi_s$  y/o  $\epsilon_{mf}$  se desconocen, Wen y Yu (2) encontraron para una amplia variedad de sistemas que:

$$\frac{1}{\phi_s \epsilon_{mf}^3} = 14 \quad \text{y} \quad \frac{1 - \epsilon_{mf}}{\phi_s^2 \epsilon_{mf}^3} = 11 \quad (2.19)$$

Así que reemplazando estas expresiones en las ecuaciones (2.16), (2.17) y (2.18) tenemos que:

Para cualquier Re.

$$\frac{dp U_{mf} \rho_g}{\mu} = \left[ (33.7)^2 + 0.0408 \frac{dp^3 \rho_s (\rho_s - \rho_g)}{\mu^2} \right]^{1/2} - 33.7 \quad (2.20)$$

En particular para partículas pequeñas.

$$U_{mf} = \frac{dp^2 (\rho_s - \rho_g) g}{1650 \mu} \quad Re_p < 20 \quad (2.21)$$

Y para partículas grandes.

$$U_{mf}^2 = \frac{dp (\rho_s - \rho_g) g}{24.5 \rho_g} \quad Re_p > 1000 \quad (2.22)$$

Las expresiones anteriores fueron probadas para 184 datos en un rango de Re de 0.001 a 4000 encontrándose que para las  $U_{mf}$  predichas la desviación estándar fue de  $\pm 34\%$ .

Cuando  $\epsilon_{mf}$  y  $\phi_s$  se conocen certeramente, es conveniente usarlos en las expresiones originales para obtener resultados

más reales en la predicción de Umf.

## 2.5) Caída de presión en lechos fluidizados.

A relativamente bajas velocidades de gas la caída de presión es aproximadamente proporcional a la velocidad del gas, -- usualmente alcanzando un valor máximo, ligeramente mayor a la -- presión estática ocasionada por el sólido. Con un pequeño aumento en la velocidad del gas, la caída de presión disminuye hasta el valor de la presión estática del lecho y la fracción de espacios vacíos aumenta ligeramente de  $\epsilon_m$  a  $\epsilon_{mf}$  lo cual indica que el lecho se ha expandido y la fluidización ha empezado; la velocidad del gas a la que esto ocurre, es la que se conoce como velocidad mínima de fluidización. Con velocidades mayores que la mínima de fluidización, el lecho se expande y aparecen burbujas -- de gas que se forman y transportan a través del lecho resultando en una nohomogeneidad del lecho. La caída de presión permanece -- prácticamente constante con aumentos de la velocidad del gas, es te hecho se explica por el comportamiento hidrodinámico del lecho, ya que los aumentos en la velocidad del gas no tienen ninguna resistencia por la fácil deformación del lecho en estas con diciones, como sucede al introducir una corriente de gas en la -- parte inferior de un recipiente con un líquido, por ejemplo -- agua, la caída de presión será igual a la presión estática del -- líquido independientemente del flujo del gas.

Una gráfica de caída de presión contra velocidad del gas -- es de mucho uso para observar el grado o calidad de fluidización, una gráfica típica, se muestra en la fig. 2.4.

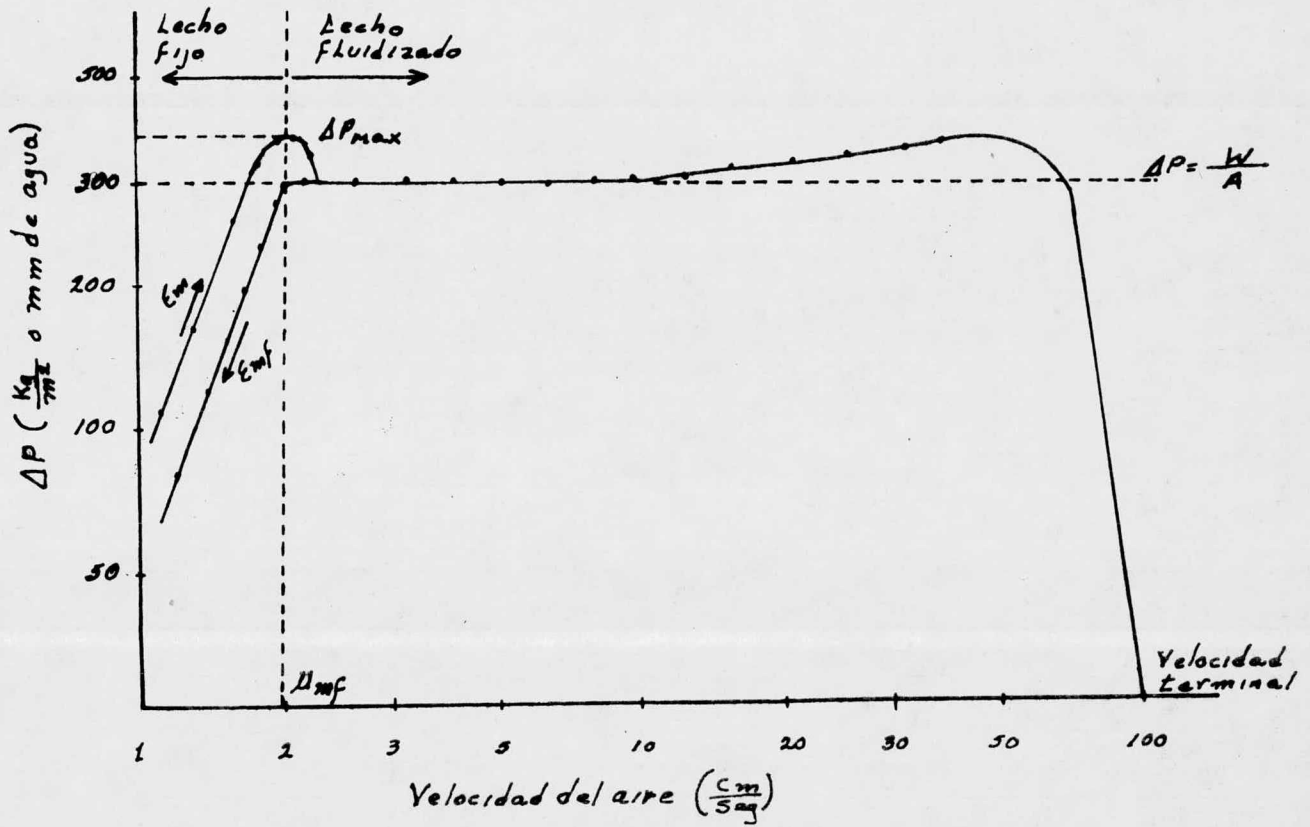


Fig. 2.4, Caída de presión contra velocidad en un lecho fluidizado.

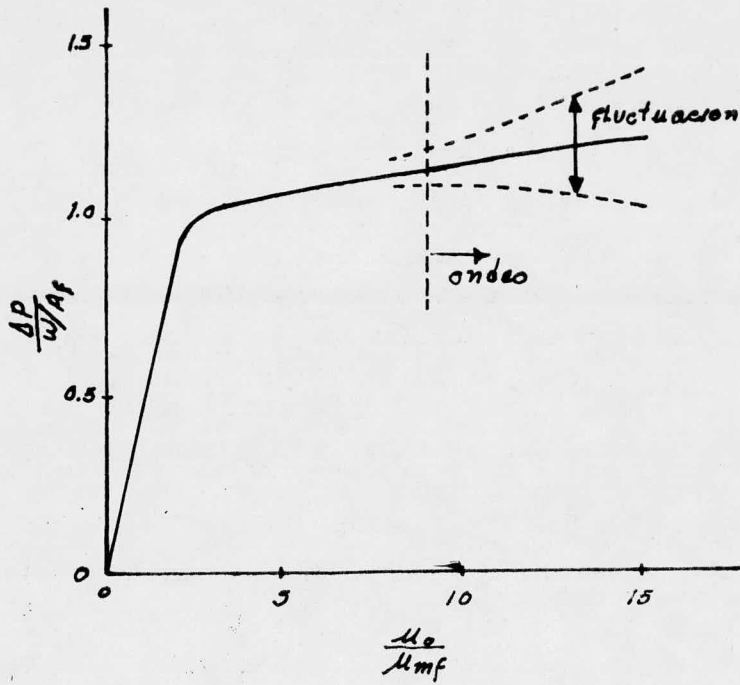


Fig. 2.5.a, Canalización.

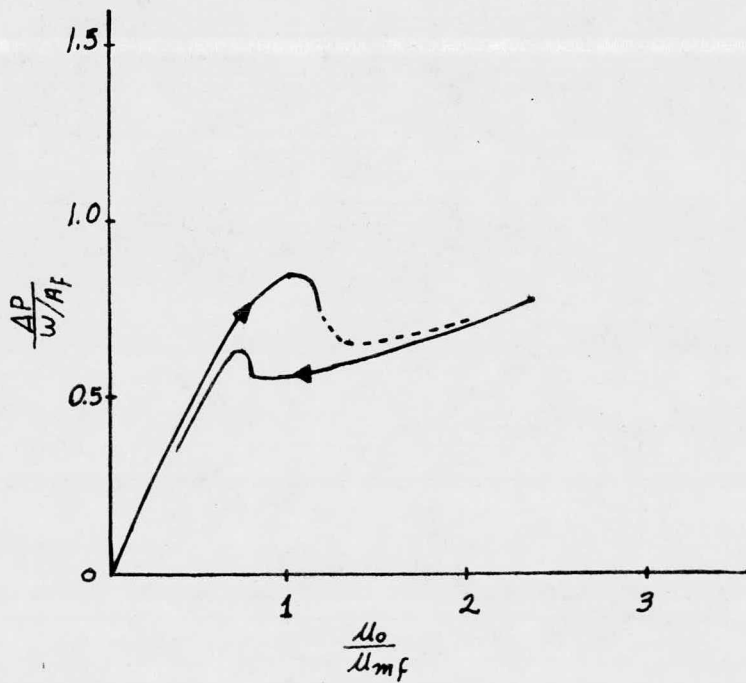


Fig. 2.5.b, Ondeo.

Los datos experimentales se desvían ligeramente de los valores predichos por 2.14.

Las desviaciones se deben, probablemente, a las pérdidas de energía por las colisiones y fricción entre las partículas y también entre las partículas y el recipiente que contiene al lecho.

Problemas típicos que se tienen en la fluidización, como son canalización del flujo de gas o fluctuación u ondeo, se pueden detectar a través de un análisis de la gráfica obtenida de caída de presión contra velocidad del gas. fig. 2.5.

Este simple tratamiento no puede ser usado cuando se trabaja con mezclas de cortes estrechos de muy diferentes tamaños de partícula, por ejemplo en una mezcla de partículas de tamaño muy diferente puede ocurrir que los finos fluidicen en los espacios vacíos entre los gruesos, mientras estos últimos permanecen sin suspenderse. Estos sistemas anómalos deben estudiarse de una manera particular. Tal comportamiento puede esperarse cuando la relación de diámetro del mayor al menor de la distribución sea de 6:1 o mayor.

#### 2.6) Velocidad terminal.

La velocidad de flujo de gas a través de un lecho fluidizado queda limitado por una parte por la velocidad mínima de fluidización  $U_{mf}$ , y por otra parte por el arrastre de sólidos por la corriente gaseosa; cuando esto ocurre, los sólidos deben separarse de la corriente de gas por medio de un ciclón y ser

regresados al lecho con el objeto de mantener la operación en estado estable. El límite superior de velocidad de gas, cuando el arrastre de sólidos empieza, se llama velocidad terminal y puede ser estimada por mecánica de fluidos por medio de la siguiente ecuación.

$$U_t = \left[ \frac{4g dp (\rho_s - \rho_g)}{3 \rho C_d'} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.23)$$

Donde  $C_d'$  es un coeficiente de arrastre determinado experimentalmente.

Existen correlaciones experimentales entre los grupos adimensionales  $(C_d')$   $(\text{Rep})^2$  y  $\text{Rep}$ .

Una de estas correlaciones es la de Brown y colaboradores que se muestran en la figura 2.6, con los grupos adimensionales definidos como sigue.

$$\text{Rep} = \frac{dp \rho_g U_t}{\mu} \quad ; \quad C_d' \text{Rep}^2 = \frac{(4g) dp^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g)}{3 \mu^2} \quad (2.24)$$

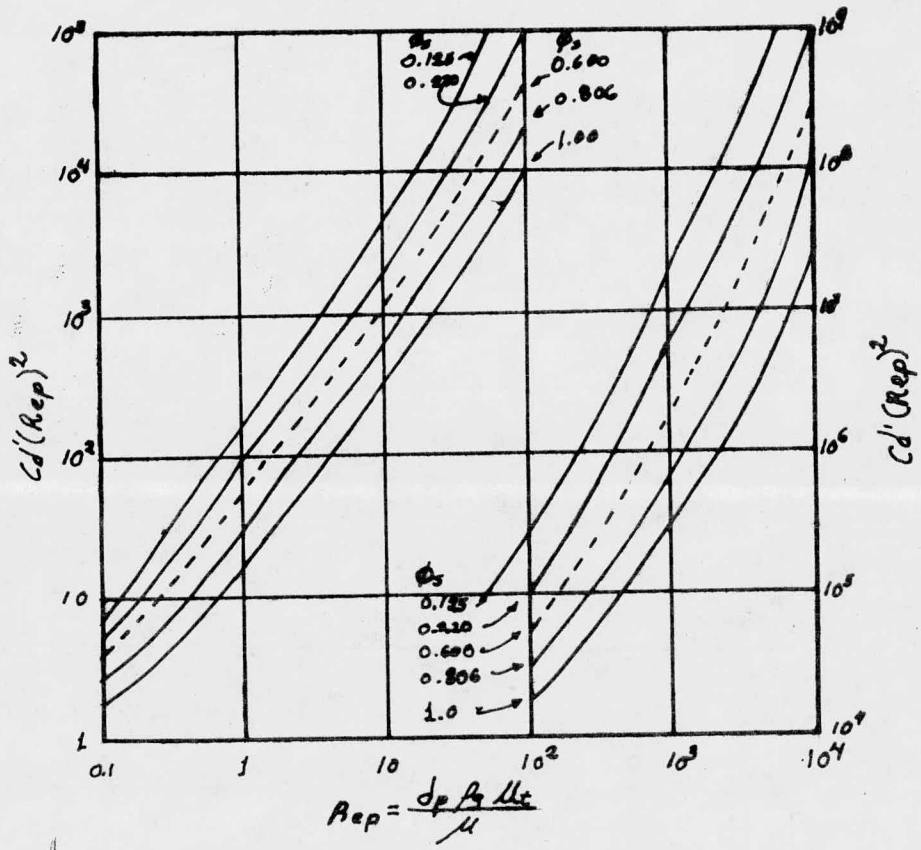
Para determinar  $U_t$ , primero se calcula  $(C_d') (\text{Rep})^2$ , con valores promedio para  $dp$ ; de la gráfica se encuentra el valor de  $\text{Rep}$ . del cual se despeja  $U_t$  como:

$$U_t = \frac{\text{Rep} \mu}{dp \rho_g} \quad (2.25)$$

Una de las formas alternativas para determinar  $U_t$ , cuando se trabaja con partículas esféricas, es usando las expresiones -- analíticas para el coeficiente de arrastre adecuadas al régimen en que se trabaja, que han sido encontradas experimentalmente.

Para rangos de números de Reynolds en particular se han -





E<sub>3</sub>  
 Fig. 2.6, Gráfica para el cálculo de la velocidad terminal

encontrado las siguientes relaciones entre  $Re_p$  y  $Cd'$ .

Sólo para partículas esféricas:

$$Cd' = \frac{24}{Re_p} \quad Re_p < 0.4 \quad (2.26a)$$

$$Cd' = \frac{10}{Re_p^{1/2}} \quad 0.4 < Re_p < 500 \quad (2.26b)$$

$$Cd' = 0.49 \quad 500 < Re_p < 200\,000 \quad (2.26c)$$

Reemplazando estos valores de  $Cd'$  en las ecuaciones de definición de  $U_t$  (2.23), tenemos que:

$$U_t = \frac{g(\rho_s - \rho_g) d_p^2}{18 \mu} \quad Re_p < 0.4 \quad (2.27a)$$

$$U_t = \left[ \frac{4(\rho_s - \rho_g)^2 g^2}{225 \rho_g \mu} \right]^{1/3} d_p \quad 0.4 < Re_p < 500 \quad (2.27b)$$

$$U_t = \left[ \frac{3.19(\rho_s - \rho_g) d_p}{\rho_g} \right]^{1/2} \quad 500 < Re_p < 200\,000 \quad (2.27c)$$

Para evitar el arrastre de partículas de un lecho, la velocidad del gas debe mantenerse en un valor entre  $U_{mf}$  y  $U_t$ .

Debe tomarse en cuenta que para el cálculo de  $U_{mf}$  cuando existen diversos tamaños de partícula, se usa el diámetro promedio de la distribución, mientras que para el cálculo de  $U_t$  debemos usar el diámetro de las partículas más pequeñas que se encuentran en cantidades apreciables.

Una idea acerca de la flexibilidad que tenga un lecho fluidizado nos la da la relación  $U_t/U_{mf}$ ; relación que está dada por las siguientes ecuaciones:

Para partículas finas,  $Re_p < 0.4$ .

$$\frac{U_t}{U_{mf}} = \frac{\frac{g(\rho_s - \rho_g) d_p^2}{18 \mu}}{\frac{d_p^2 g(\rho_s - \rho_g)}{1650 \mu}} = 91.6 \quad (2.28)$$

Para partículas gruesas,  $Rep > 1000$ .

$$\frac{U_t}{U_{mf}} = \frac{\left[ \frac{21g(\rho_s - \rho_g) d_p}{\rho_g} \right]^{1/2}}{\frac{d_p(\rho_s - \rho_g) g}{24.5 \rho_g}} = \frac{24.5(2.1)^{1/2}}{\left[ \frac{(\rho_s - \rho_g) d_p g}{\rho_g} \right]^{1/2}} \approx 8.7 \quad (2.29)$$

Así que la relación  $U_t/U_{mf}$  varía de 10:1 a 90:1 y nos indica que existe un rango mayor de condiciones de operación en -- cuanto se trabaje con partículas más pequeñas, mientras que para partículas grandes el control que se debe tener de la velocidad del gas debe ser más riguroso para evitar el arrastre.

La relación  $U_t/U_{mf}$  nos da también una idea de la altura -- máxima del lecho, ya que debido a la caída de presión puede suceder que en la parte inferior del lecho apenas se esté alcanzando  $U_{mf}$  y en la parte superior de lecho se tenga ya la velocidad terminal.

El rango adecuado de operación está comprendido entre la -- canalización y el ondeo, que se presenta cuando se está operando a velocidades cercanas a la velocidad terminal. La operación en este rango se hace difícil, sobre todo, cuando se trabaja con -- partículas grandes de un sólo tamaño, ya que la relación  $U_t/U_{mf}$  es pequeña y por lo tanto la altura máxima del lecho es pequeña, pues la caída de presión puede ser suficiente para provocar ondeo en lechos suficientemente pequeños.

Para lograr la operación adecuada en lechos de partículas grandes se acostumbra colocar deflectores de una manera conveniente, para lograr una distribución adecuada de partículas y gas,

como si el lecho estuviera constituido por varios lechos de poca altura. También se puede colocar un arreglo de lechos independientes.

### 2.7) Transporte de sólidos suspendidos. (11)

Para el flujo de sólidos suspendidos en corrientes gaseosas, en tubos horizontales, pueden existir diferentes formas de flujo dependiendo de la relación sólido-gas peso-velocidad y de la velocidad del gas. Con sólidos de baja densidad o bajas relaciones sólido-gas, el sólido puede ser totalmente suspendido, distribuido uniformemente en el area transversal del ducto, mientras que con sólidos de densidad alta o relaciones grandes sólido-gas, las partículas sólidas pueden depositarse en la parte inferior del tubo formando dunas y transportarse de una duna a otra. Con bajas relaciones sólido-gas pero bajas velocidades de gas, los sólidos se transportan por saltos dentro del tubo.

No existe una correlación aplicable de una manera general para determinar la velocidad mínima de acarreo o arrastre, sin embargo, el valor de la velocidad terminal en un lecho fluidizado indica este límite de una manera adecuada, para conocer a que valor de la velocidad se comenzarán a arrastrar partículas sólidas en la corriente gaseosa.

Dalla Valle (3) da expresiones empíricas para el cálculo de la velocidad mínima de transporte para flujo en tubos horizontales y verticales de partículas menores de 0.32 pulgadas de diámetro y densidad menor de  $165 \text{ lb/ft}^3$  usando aire como gas de transporte.

$$V_{c,h} = 270 \left( \frac{f_s}{f_s + 62.3} \right) D_s^{0.40} \quad \text{Flujo horizontal} \quad (2.30)$$

$$V_{c,v} = 910 \left( \frac{f_s}{f_s + 62.3} \right) D_s^{0.60} \quad \text{Flujo vertical.} \quad (2.31)$$

Donde:  $V_{c,h}$   $V_{c,v}$  = Velocidad mínima de transporte (ft/seg).

$f_s$  = Densidad del sólido (lb/ft<sup>3</sup>).

$D_s$  = Diámetro de las partículas a transportar (ft).

La caída de presión puede ser considerada como la suma de las caídas de presión individuales siguientes:

1.- Para la aceleración del gas a la velocidad de acarreo.

$$\Delta P_{ag} = \frac{G_g V_g}{2g_c} \quad (2.32)$$

2.- Aceleración de las partículas sólidas.

$$\Delta P_{as} = \frac{G_s V_s}{2g_c} \quad (2.33)$$

3.- Por la fricción entre el gas y las paredes del tubo.

$$\Delta P_{fg} = \frac{4f_s f_{ds} V_g^2}{2g_c D_t} = \frac{4f_g G_g V_g}{2g_c D_t} \quad (2.34)$$

4.- Fricción combinada entre partículas y las paredes del tubo, entre gas y partículas, asumiendo que esta fricción puede ser representada por una ecuación del tipo de factor de fricción:

$$\Delta P_{fs} = \frac{4f_s L' f_{ds} V_g^2}{2g_c D_t} = \frac{4f_s L' G_s V_s}{2g_c D_t} \quad (2.35)$$

Donde el factor de fricción para sólidos  $f_s$ , se puede relacionar al coeficiente de arrastre por la siguiente ecuación:

$$4f_s = \frac{3f_g D_t C_d'}{2f_s D_s} \left( \frac{V_g - V_s}{V_s} \right)^2 \quad (2.36)$$

Además para flujo vertical hay que agregar los siguientes términos:

5.- Para el soporte de la columna de gas (carga estática del gas).

$$\Delta P_{hg} = \frac{G_g g L'}{V_g g_c} \quad (2.37)$$

6.- Carga estática de sólidos.

$$\Delta P_{hs} = \frac{G_s g L'}{V_s g_c} \quad (2.38)$$

Para encontrar  $f_g$  se requiere el número de Reynolds, el cual estará definido como sigue:

$$Re = \frac{D_s (v_g - v_s) \rho_g}{\mu_g} \quad (2.39)$$

$\mu_g$  = viscosidad del gas (lb/ft-seg)

Wen y Simons (4) obtuvieron la siguiente correlación empírica para partículas a su velocidad terminal, usando esferas de vidrio ( $\phi < 0.01$  in) y polvo de carbón ( $\phi < 0.03$  in) con aire como gas de arrastre.

$$\left( \frac{\Delta P_f}{L \rho_d s} \right) \left( \frac{D_t}{D_s} \right)^{0.25} = 2.5 V_s^{0.45} \quad (2.40)$$

Donde  $\Delta P_f$  es la suma de las pérdidas por fricción.

La expresión anterior se puede usar para calcular la caída de presión con una aproximación de  $\pm 35\%$ , sin embargo en un problema particular se puede usar como base para obtener una mayor exactitud, determinando los coeficientes y exponentes adecuados al sistema.

## 2.8) ELUTRIACION.

Definición.- Para propósitos de definición del término -- elutriación, consideremos que tenemos un lecho de partículas sólidas con una amplia distribución de tamaños de partícula, cargado en un recipiente cilíndrico, con un plato distribuidor de flujo en la parte inferior. A tal lecho le hacemos pasar una corriente de gas a través de las partículas, aumentando paulatinamente la velocidad del gas, hasta que primeramente se presenta la - fluidización, si se sigue aumentando el flujo llegará el momento en que éste sea suficiente para alcanzar el valor de la velocidad terminal de las partículas más pequeñas de la distribución, de - tal forma que éstas comenzarán a ser arrastradas por la corriente gaseosa por la parte superior del lecho, mientras que las partí- culas gruesas permanecerán en el aparato en estado fluidizado; - este fenómeno es conocido como elutriación.

El fenómeno de elutriación es fundamentalmente diferente- al de transporte neumático de sólidos, debido a que en el segun- do todas las partículas sólidas son arrastradas en la corriente- gaseosa en fase dispersa, mientras que en la elutriación solamente las partículas de menor diámetro (las más ligeras) son arras- tradas.

Estratificación: una condición necesaria para la elutria- ción.- Aunque la definición cualitativa de la elutriación sea re lativamente simple, una descripción por medio de correlaciones - basada en un modelo físico no ha sido aún dada de una manera sa- tisfactoria, ésto puede ser entendido por el hecho de que aún no



se tiene un conocimiento amplio del fenómeno de fluidización y de la naturaleza del lecho fluidizado. Sin embargo algunas correlaciones empíricas han sido desarrolladas.

Para que las partículas más finas de una distribución puedan ser arrastradas de la superficie del lecho, y esto sea de una manera continua, los finos del fondo deben transportarse hacia la superficie, es decir, que debe haber una transferencia de finos hacia la parte superior del lecho, con una cierta acumulación en esa zona, y por lo tanto una cierta acumulación de partículas gruesas en el fondo del lecho, a este fenómeno se le conoce como estratificación y es condición necesaria para que la elutriación ocurra. Cuando existen varias fracciones de diferentes tamaños, existirá la tendencia a la formación de diferentes capas colocadas de mayor a menor tamaño, ordenadas, del plato distribuidor a la superficie del lecho.

El fenómeno de estratificación es poco entendido, para sistemas gas-sólido, sobre todo cuando se opera en régimen turbulento, y esto se debe probablemente a que la elutriación es solamente entendida de una manera empírica. Así que algunos datos experimentales son usados para explicar la estratificación. En la figura 2.7 se muestran datos de concentración de finos a diferentes alturas en un lecho, obtenidos por Osber & Charlesworth (5).

Altura libre de transporte.- Conforme el gas emerge del lecho fluidizado, la velocidad puede exeder apreciablemente a la velocidad terminal para algunos tamaños de partícula de los que-



constituyen el lecho. Inmediatamente arriba de la superficie del lecho y alguna distancia más allá la situación puede ser descrita esquemáticamente como lo hicieron Zenz y Othmer (1). como se muestra en la figura 2.8. Al llegar una burbuja relativamente grande a la superficie del lecho, ésta se rompe dando un flujo rápido, intermitente e irregular y arrastra tanto partículas gruesas como finas, en la figura 2.8 se puede ver que justo arriba de la superficie del lecho la velocidad del gas puede variar significativamente de punto a punto a través del área transversal, como lo indican las longitudes relativas de las flechas, un poco más arriba el perfil de velocidades tiende a hacerse más uniforme y las partículas pequeñas son arrastradas por el gas ya que su velocidad terminal es menor que la velocidad actual del gas. Las partículas grandes que inicialmente fueron arrastradas debido a las zonas de alta velocidad del gas, gradualmente van incrementando su energía potencial de tal forma que pronto llega a ser mayor que su energía cinética, la cual va disminuyendo hasta hacerse cero y por fin caen otra vez al lecho, la máxima distancia arriba del lecho que pueden recorrer antes de caer de nuevo es la llamada altura libre de transporte (ALT).

Zenz y Othmer presentaron una correlación gráfica de ALT relacionándola a la velocidad superficial del gas, como se muestra en la figura 2.9, para diferentes diámetros de columna. Esta correlación gráfica no toma en cuenta ni las propiedades del gas ni las del sólido, ni la geometría del lecho, excepto el diámetro de la columna. Por esta razón tal correlación debe considerarse -

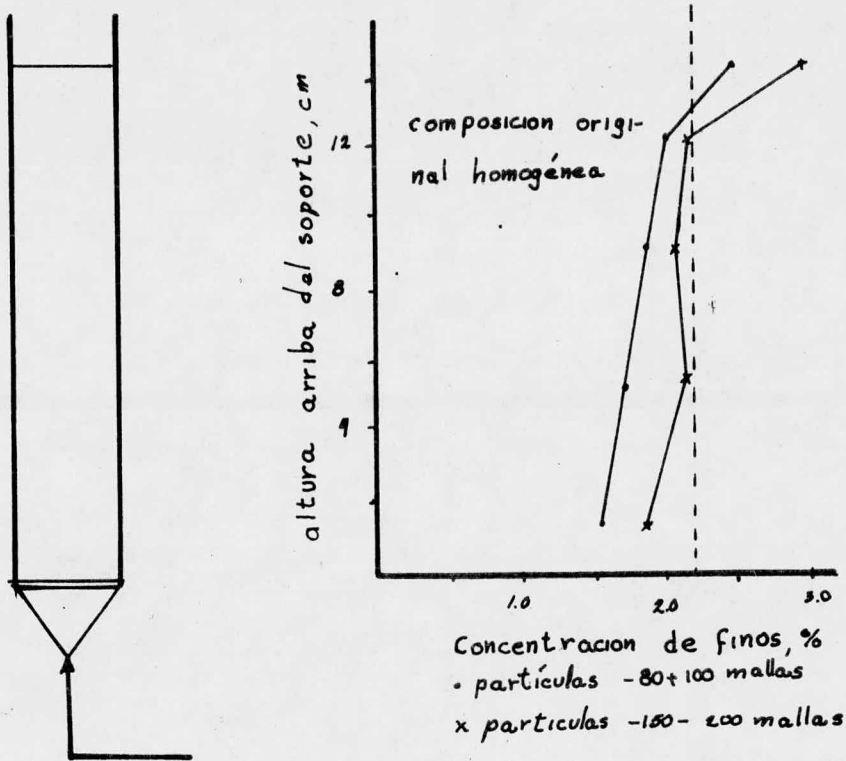


Fig. 2.7. Estratificación en un lecho fluidizado.

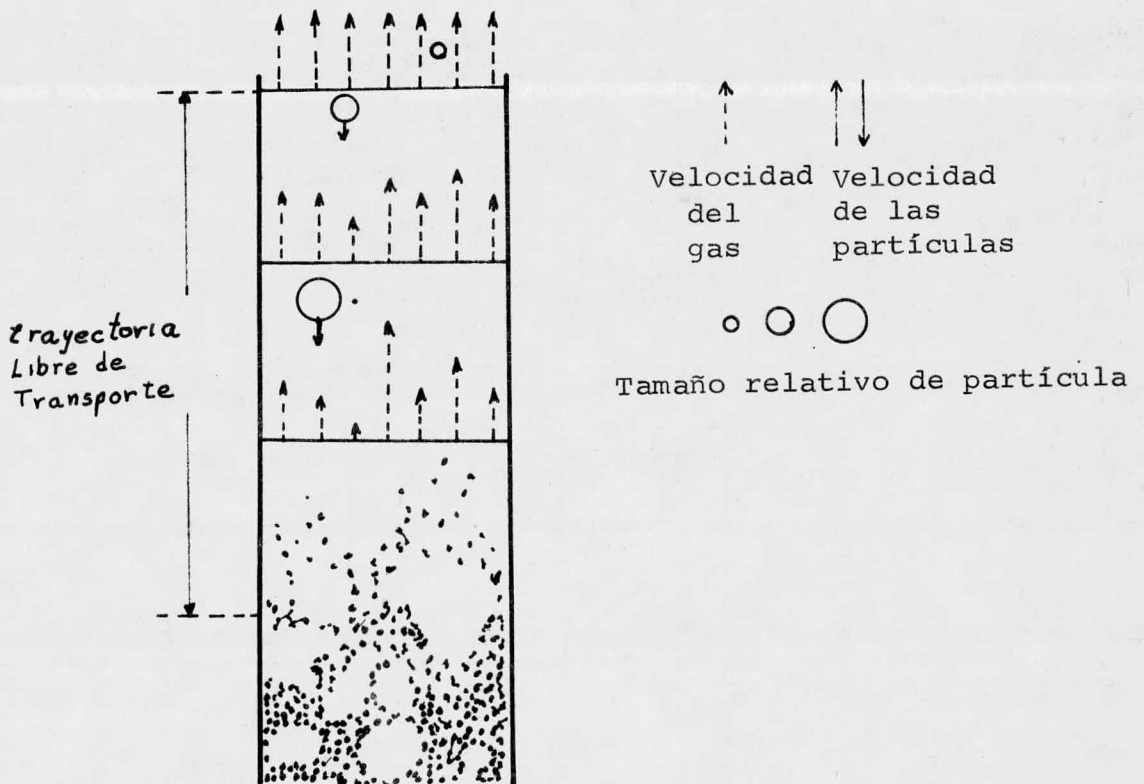


Fig. 2.8. Distribución de flujo sobre la superficie del lecho fluidizado durante la elutriación.

unicamente para dar una idea del orden de magnitud de la ALT.

Es de hacerse notar que de acuerdo con la figura 2.9, la ALT aumenta conforme lo hace el diámetro del lecho, algunos autores atribuyen ésto al efecto de la pared en el caso de lechos de diámetro pequeño y probablemente a la mala distribución de flujo en recipientes de diámetro grande, naturalmente conforme la velocidad del gas aumenta tales efectos tienden a desaparecer y la ALT tiende a ser igual para cualquier diámetro de columna. También se puede apreciar en la figura 2.9 el hecho natural de que la ALT tienda a cero conforme la velocidad del gas tiende al valor de la velocidad mínima de fluidización.

Debe tomarse en cuenta que estas apreciaciones cualitativas deben usarse con cuidado. Para dar una descripción cuantitativa adecuada debe tomarse en cuenta el tamaño de las partículas y su distribución, la densidad del material y otras variables, en la medida que ésto sea posible.

En la figura 2.10 se muestran las correlaciones de peso de finos elutrados contra tiempo para diferentes alturas libres de transporte, obtenidos por Zenz y Othmer (1), donde se puede observar que a menor ALT mayor es el peso de finos que son elutrados en un tiempo dado.

Altura libre de borda.- Relacionada a la altura libre de transporte está la llamada altura libre de borda (ALB), que es la distancia entre la parte superior del lecho expandido y la parte alta donde se encuentra la tapa del aparato de fluidización. El tipo de relación que existe entre el peso de finos elutrados y el

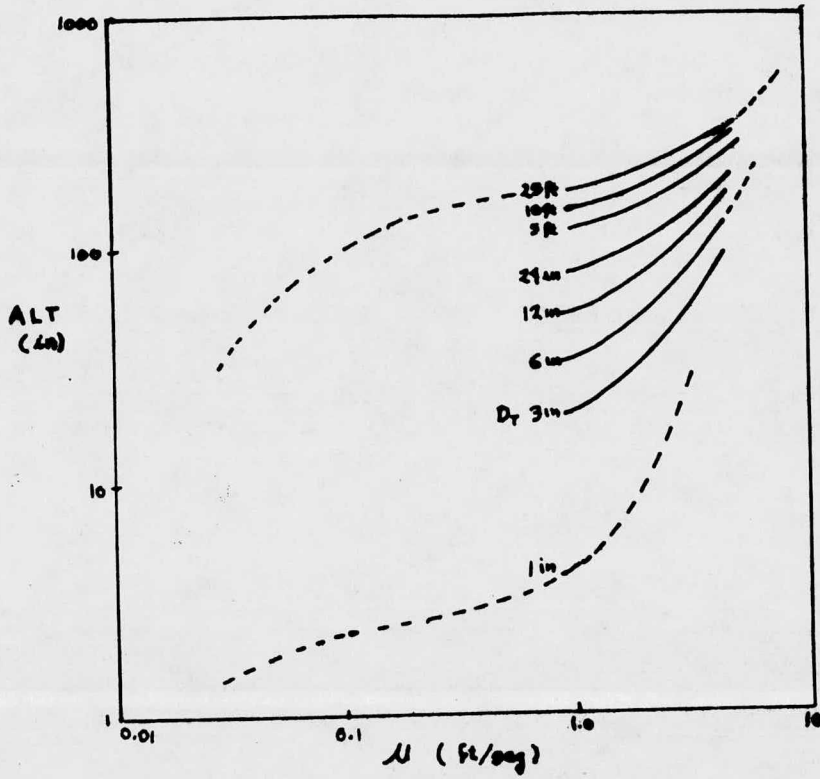


Fig. 2.9. Relación ALT vs. velocidad superficial del gas para diferentes diámetros de columna.

tpo. se encuentra representada en la figura 2.10, donde puede -- observarse que a menor ALB existe una mayor velocidad de elutriación. También se puede notar que para los dos valores más altos de ALB, se tiene aproximadamente la misma velocidad de elutriación, esto se debe probablemente a que ambos valores sean mayores que la altura libre de transporte.

#### Mecanismos de elutriación de partículas.

Como se dijo antes de elutriación de partículas de un lecho fluidizado puede explicarse, por el arrastre de las partículas en las burbujas de gas a través del lecho y con la ruptura de las burbujas en la superficie del lecho y la consecuente erupción de partículas. La energía cinética de cada partícula a través de la ALB puede ser adscrita a la fuerza de inercia de la partícula, a la fricción y a la fuerza boyante de la corriente gaseosa, después las partículas gruesas caen antes de alcanzar la ALT, mientras que las partículas finas ascendiendo y finalmente saldrán del aparato de fluidización al alcanzar la ALB.

Para poder explicar cuantitativamente este fenómeno, Levy y Wen (6) hicieron las siguientes consideraciones para proponer un modelo:

1.- El lecho fluidizado puede considerarse constituido por dos fases, la fase burbuja y la fase emulsión como se muestra en la fig. 2.11.

2.- La fase burbuja se considera que consiste de burbujas esféricas con una oclusión de sólidos como se muestra en la fig-

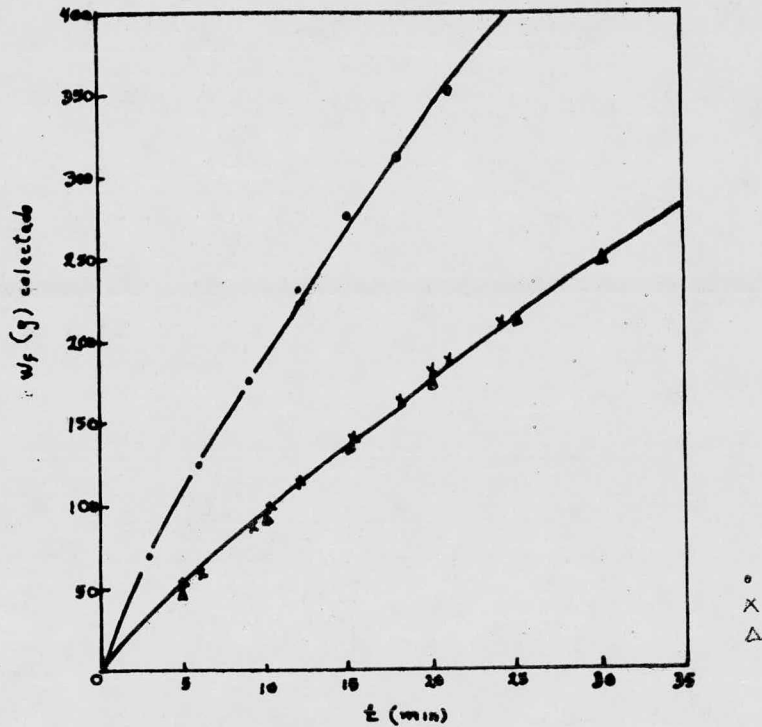


Fig. 2.10. Relación de pesos de finos elutriados contra tiempo para diferentes valores de ALB.

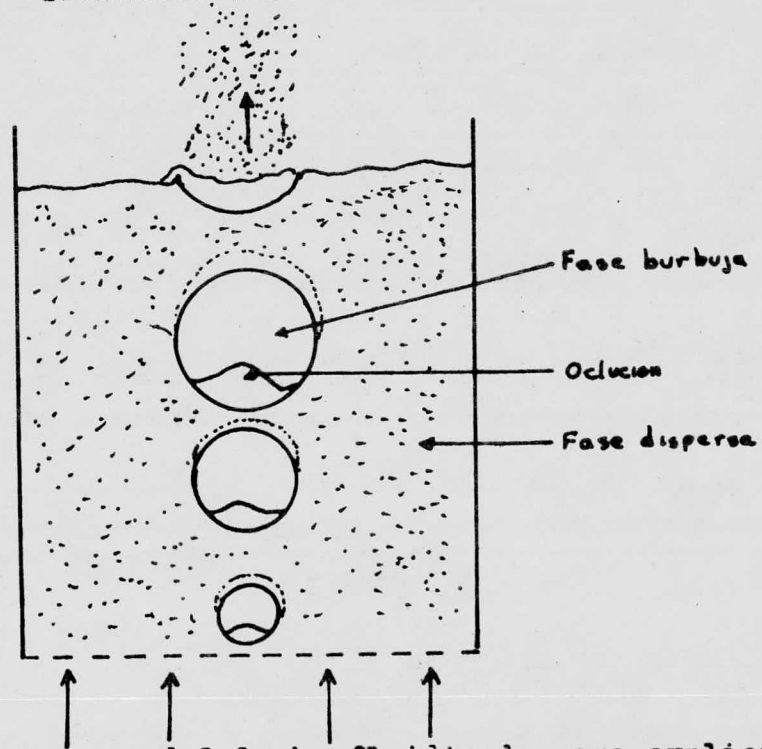


Fig. 2.11. Esquema del lecho fluidizado para explicar la Elutriación.

2.11. La fracción de volumen de la burbuja ocupada por la oclusión de sólidos es  $f_w$ . Y la velocidad de la burbuja puede ser calculada mediante la ecuación (2.41).

$$U_b = U_0 - U_{mf} + 0.711 (D_b g)^{1/2} \quad (\text{unidades cgs}) \quad (2.41)$$

3.- La fase emulsión o dispersa se considera que tiene una fracción de espacios vacíos igual a la del lecho en el estado de fluidización incipiente es decir  $\epsilon_{mf}$ .

4.- Se asume que las burbujas crecen constantemente por coalescencia, mientras ascienden a través del lecho, hasta alcanzar su máximo tamaño estable o el diámetro del lecho. Harrison y colaboradores (7) encontraron que el máximo diámetro estable de la burbuja se alcanza cuando la velocidad de flujo del gas es igual a la velocidad terminal de las partículas, y propusieron la ecuación (2.42) para el cálculo del máximo diámetro estable.

$$D_{bm} = \left( \frac{U_t}{0.711} \right)^2 \frac{1}{g} \quad (\text{unidades cgs}) \quad (2.42)$$

5.- Cuando la velocidad del gas es mucho mayor que la velocidad terminal de las partículas, el máximo diámetro estable de las burbujas no es alcanzado.

Para esta situación la velocidad de la burbuja es aproximada por la ecuación (2.43)

$$U_b = \frac{H}{H - H_{mf}} (U_0 - U_{mf}) \quad (2.43)$$

6.- El tamaño de burbuja varía conforme va ascendiendo a través del lecho, y es aproximadamente representado este aumen-



to en el tamaño de la burbuja por la ecuación (2.44) desarroyada por Kato y Wen (8)

$$D_b = 1.4 f_s d_p \left( \frac{\mu_0}{\mu_{mf}} \right) H + D_{b0} \quad (\text{unidades cgs}) \quad (2.44)$$

Donde  $D_{b0}$  es el diámetro de la burbuja justo arriba del distribuidor, el  $D_{b0}$  se puede calcular aproximadamente por medio de la ecuación (2.45).

$$D_{b0} = \frac{\left( \frac{6 \mu_0 f_s}{\pi} \right)^{0.4}}{g^{0.12}} \quad (\mu \text{ cgs}) \quad (2.45)$$

7.- El volumen total de burbujas en el lecho puede ser expresado como  $(H-H_{mf}) A$ . Entonces el número de burbujas que se elevan en todo el lecho es:

$$N = \frac{A (\mu_0 - \mu_{mf})}{\frac{\pi}{6} D_b^3} \quad \left( \frac{\text{No. burbujas}}{\text{seg}} \right) \quad (2.46)$$

Así que la cantidad de sólidos arrastrados en las oclusiones de las burbujas es:

$$f_w \left( \frac{\pi}{6} D_b^3 \right) f_s (1 - \epsilon_{mf}) N \quad (2.47)$$

Por lo tanto la velocidad de acarreo de sólidos por unidad de tiempo y por unidad de área transversal de lecho,  $J$ , es:

$$\begin{aligned} J &= f_w \left( \frac{\pi}{6} D_b^3 \right) f_s (1 - \epsilon_{mf}) \frac{N}{A} \quad \frac{g}{\text{cm}^2 \text{seg}} \\ &= f_w f_s (1 - \epsilon_{mf}) (\mu_0 - \mu_{mf}) \quad \frac{g}{\text{cm}^2 \text{seg}} \end{aligned} \quad (2.48)$$

Considerando el mezclado de sólidos y el intercambio de los mismos en la oclusión de sólidos de las burbujas, Telmor y -



Benenati (9) obtuvieron empíricamente la velocidad de acarreo de sólidos por unidad de tiempo y por unidad de area transversal, - desarrollando la ecuación (2.49)

$$J = 0.785 (\mu_0 - \mu_{mf}) e^{-66.3d} \left( \frac{g}{cm^2 \text{ Seg}} \right) \quad (2.49)$$

Que debe ser equivalente a la ecuación (2.48), por lo que la fracción de volumen debida a la oclución de sólidos en la burbuja,  $F_w$ , es igual a:

$$f_w = \left( 0.785 e^{-66.3d} \right) / f_s (1 - \epsilon_{mf}) \quad (2.50)$$

Debido al intercambio de sólidos entre las oclusiones y - la fase dispersa (ya que las burbujas atraviezan el lecho) las - oclusiones contendrán una concentración de finos mayor que la -- composición promedio del lecho, lo que ocasiona el fenómeno de - estratificación, y el perfil de concentración a través del lecho queda, después de un tiempo de iniciada la operación, como se -- mostró en la figura 2.12.

Para relacionar la velocidad del gas a la de las partículas, una vez que éstas sobrepasaron la altura del lecho, Leva y Wen (6) desarrollaron la ecuación (2.51), que da la velocidad de la partícula en función del tiempo y un parámetro que depende -- del diámetro de la partícula.

$$v = v_0 e^{-\alpha t} - (\mu_2 - \mu_0) t \quad (2.51)$$

$$\alpha = 18 \frac{\mu}{f_s d^2} \quad (2.51a)$$

Basados en la ecuación 2.51 la altura arriba de la superficie del lecho, en la que se encuentra una partícula después de un tiempo  $t$  es:

$$h = \int_0^t v dt = (1 - e^{-\alpha t}) (v_0 + u_t - u_0) - (u_t - u_0) t \quad (2.52)$$

Para partículas gruesas, cuya velocidad terminal es mayor que la velocidad actual del gas, el tiempo en el que alcanzan la altura libre de transporte y el valor de tal altura sucede cuando  $t = \tau$  y  $v = 0$ , por lo que para esta situación las ecuaciones (2.51) y (2.52) se transforman en:

$$\tau = \frac{1}{\alpha} \ln \left( 1 + \frac{v_0}{u_t - u_0} \right) \quad (2.32)$$

$$h_{max} = \frac{1}{\alpha} \left\{ v_0 - (u_t - u_0) \ln \left( 1 + \frac{v_0}{u_t - u_0} \right) \right\} \quad (2.54)$$

Para las partículas finas a una distancia suficientemente lejos de la superficie del lecho, la velocidad que tendrán al alcanzar sera la velocidad terminal de acuerdo a su tamaño y densidad.

La explicación cuantitativa del modelo propuesto por Leva y Wen y el desarrollo de las ecuaciones para el cálculo de la altura libre de transporte, nos da las bases para estimar las dimensiones del equipo de fluidización que se debe de utilizar.

## CAPITULO III

### SISTEMA EXPERIMENTAL Y OPERACION

#### 3.1) Descripción General.

En base a la figura 3.1 el equipo usado y su distribución fue la siguiente. Un lecho fluidizado (F), como centro del sistema donde se realizó la elutriación. La medición y control de flujo de aire por medio de un rotámetro (E), provisto de su válvula reguladora de flujo, para controlar finamente y una válvula (B) para control grueso de flujo. El aire antes de pasar al rotámetro fue pasado por un lecho fijo de sílica gel (C) donde la humedad del aire era removida prácticamente de una manera total. Además del rotámetro (E) se colocó otro (D), en paralelo, el cual se usó para determinar la velocidad mínima de fluidización. El aire fue impulsado por un compresor centrífugo (A). Conectado al lecho se usó un monómetro de dos ramas (G) con agua como líquido medidor, donde se midió la caída de presión a través del lecho. Los sólidos arrastrados fueron conducidos a través de tubería de plástico hasta dos ciclones de vidrio (H) (I) colocados en serie, donde las partículas de caolín fueron separadas de la corriente gaseosa, el último ciclón (I) estaba provisto de dos bolsas de lona (J) con el objeto de que el aire que se descargaba a la atmósfera estuviera libre de los polvos finos que no lograron separarse en los ciclones.

3.2) Descripción de los componentes del sistema experimental.

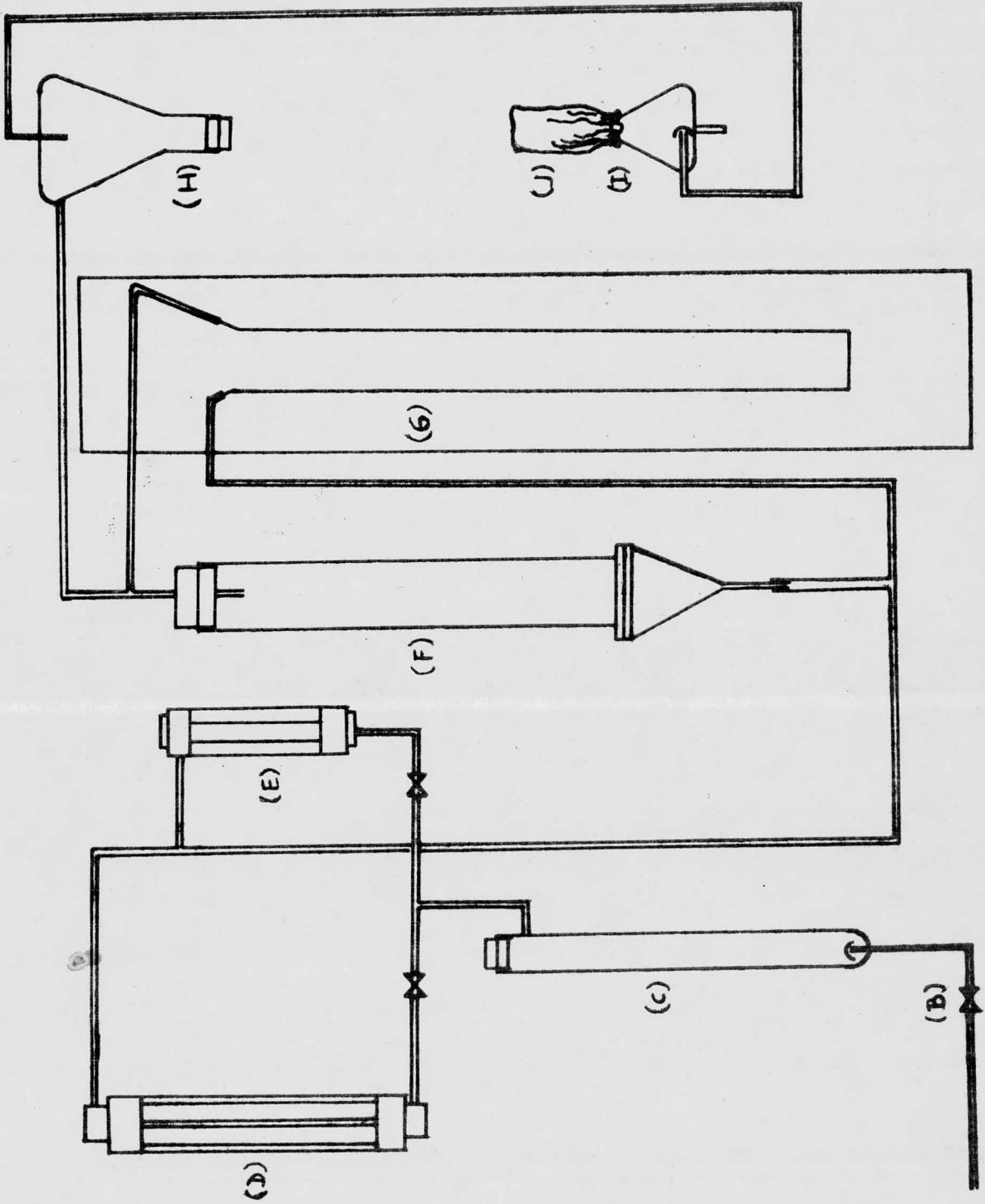


Figura 3.1, Sistema Experimental.

Compresor.- El compresor usado fue uno centrífugo, con capacidad para descargar hasta una presión de 30 lb/in<sup>2</sup>, la presión de descarga puede ser regulada por medio de una válvula de alivio que se encuentra exactamente a la salida. El compresor tiene la versatilidad de poderse usar como bomba de vacío también. El compresor cuenta con un motor de 1/3 Hp de una fase, alimentado por corriente alterna de 115 V. La presión de descarga que proporciona este compresor se mantiene prácticamente constante durante la operación, lo que facilita tener un flujo constante de aire a través del sistema.

Válvula de control grueso.- Esta válvula, conectada después del compresor, podía proporcionar un control poco fino de flujo ya que con un pequeño cambio en la posición, proporcionaba un cambio relativamente grande en el flujo de aire, por lo que se mantuvo fija en todas las corridas experimentales.

Secador.- El medio por el cual se seó el aire fue haciéndolo pasar a través de un lecho fijo de sílica gel, el cual consistía en un tubo de vidrio con conexiones para la entrada y salida del aire, además estaba abierto por uno de los extremos, que se mantenía cerrado durante la operación por medio de un tapón de hule sellado con cinta adhesiva. El tapón se podía quitar para cambiar la sílica gel una vez que ésta se había agotado.

Rotámetros.- se contaba con dos rotámetros, uno de ellos de marca Fischer & Porter Co. graduado en Kg de Cl<sub>2</sub>/día, con capacidad de 0 a 34 (0 a 7.45 lt/min T P N ) el cual se usó para -

la determinación de la velocidad mínima de fluidización. El otro rotámetro era uno de F.W. Dwyer MFC Co. graduado en SCFH de gas natural, de 0 a 200 (o a 94.5 lt/min T P S), éste contaba con una válvula de control de flujo que regulaba finamente el flujo de aire, con este rotámetro se cambiaron las condiciones de gasto de aire durante la operación. Los dos rotámetros estaban conectados en paralelo, de tal forma que se podía dirigir el flujo hacia uno u otro según el gasto que se deseara manejar. Ambos rotámetros fueron calibrados previamente utilizando como aparato calibrador un burbujómetro para medir el flujo de aire.

Lecho.- Este constaba de una probeta de vidrio adaptada a un distribuidor de gas constituido de material acrílico, lleno de pedacería de tubo de vidrio, con un plato distribuidor de la siguiente forma: Una placa multiperforada, después un espacio vacío, y finalmente un soporte para las partículas constituido por una malla de acero, #325, soportada por dos marcos de material acrílico. Con este tipo de plato distribuidor se aseguró una distribución de aire uniforme a través de la totalidad del área del lecho. La probeta, que formaba el cuerpo del aparato, estaba graduada en  $\text{cm}^3$ , de 0 a 500, con diámetro interno igual a 4.681 cm. y diámetro externo igual a 5.20 cm., con una área transversal de  $17.21 \text{ cm}^2$ . Una altura de 36.0 cm. cerrada en la parte superior con un tapón de hule horadado, con una "Te" de vidrio introducida a través del tapón, por donde saldría el aire con las partículas que se arrastraran durante la operación, la

otra conexión de la "Te" se conectaría por medio de una manguera de tygon a una de las ramas del manómetro. El lecho tenía una - - conexión a tierra, constituida por una lámina de aluminio adherida a la parte interior de la probeta, con el objeto de que se descargaran las partículas que pudieran adquirir carga eléctrica durante la operación debido a rozamiento. Tal lámina de aluminio, se - - conectó a la llave de agua por medio de un conductor.

Manómetro.- El manómetro usado fue uno de dos ramas, una - de las cuales estaba conectada justo a la entrada de aire al le--cho, antes del distribuidor y la otra rama se conectó exactamente a la salida del lecho, de tal forma que el diferencial de presión que se midió fue a través de todo el lecho, considerando el dis--tribuidor y las partículas. El liquido medidor fue agua y el manómetro tenía la capacidad de medir caídas de presión de hasta 60 - cm. de agua.

Ciclones.- Fueron dos los ciclones usados, el primero era un matrás de 1000 ml, con una conexión de entrada en la parte más ancha del matrás, de donde partía una tira de aluminio que se prolonga, pegada a la pared interior del matrás, hasta la boca del - mismo, que estaba conectada por medio de un cable conductor a tierra, para evitar que las partículas de sólido cargadas eléctricamente se adhirieran a las paredes del ciclón en lugar de resbalar al fondo del mismo. La boca del matrás se encontraba cerrada por un tapón de hule, para que allí se depositaran los sólidos y la - corriente de aire saliera por el tubo que el matrás tenía incrus--tado en el fondo, que quedaba hacia arriba, esta salida era conec



tada a la entrada del segundo ciclón, que era un matraz erlenmayer de 300 ml, con una entrada tangencial en la parte de mayor diámetro del matraz, la boca del ciclón en este caso quedaba hacia arriba, donde se colocaron dos bolsas de lona una dentro de la otra, para lograr una retención total de finos.

### 3.3.) Descripción de la operación.

El caolín que se usó para la experimentación fue mineral extraído personalmente del yacimiento de tal forma que se encontraba constituido por terrones grandes y húmedos, así que para poder molerlos primero se tuvieron que partir en terrones pequeños de tamaño adecuado para que pudieran introducirse al triturador. El triturador era uno del tipo de rotación excéntrica que deja el material de tamaño adecuado para entrar al molino.

Del triturador se pasó al caolín a la estufa para reducir la humedad del mismo, ya que húmedo formaba un lodo que se adhería a los platos de rozamiento del molino e impedía la entrada de más material a molerse. Para secar el caolín se ajustó la temperatura de la estufa a 130°C y se dejó el material dentro durante cinco horas.

Una vez seco se pasó al molino donde se logró una molienda adecuada, esta operación fue sencilla y rápida, y simplemente consistió en introducir por el alimentador del equipo los pequeños terrones secos, dosificándolos al ritmo que el molino iba requiriendo más alimentación y ajustando el tornillo de control de finura, que regula la separación de los platos. El caolín que se extrajo del depósito del molino estaba listo para la siguiente operación.



Del caolín que se extrajo del molino se tomó una parte para determinar la distribución de tamaños de partícula. Para esto se observó que si el polvo se pasaba directamente a las mallas para determinar la distribución, éste se adhería a la malla, debido a que estaba todavía húmedo. Así que se procedió a secarlo antes de efectuar el tamizado. El secado de esta porción de caolín se realizó en la estufa a una temperatura de 130° C durante 24 horas.

El tamizado se realizó colocando una cantidad pesada de caolín en la malla #80 y colocando sucesivamente las #100, 150, 200, y 325 y al final la tapa inferior de los tamices, se colgó la tapa superior y se puso el conjunto de mallas en el tamizador durante 30 minutos efectivos, observando que los últimos 5 minutos no había cambio en la cantidad de polvo en los diversos tamices, lo cual indicaba que ya se había realizado la separación en las diferentes fracciones, esta apreciación se hizo únicamente de manera visual.

También del caolín salido del molino se separaron cantidades suficientes de los tamaños de la distribución para hacer una mezcla con cantidades conocidas, y elucubrar sobre el grado de separación en cuanto a tamaño de partícula, al operar el aparato de fluidización a diferentes gastos, los cuales se usarían con la muestra original salida del molino.

La mezcla que se preparó contenía cantidades al azar de cada fracción excepto de las partículas que atraviesan la malla

#325, pues de esta fracción había muy poco en la muestra salida del molino. Con esta mezcla se operó de la misma forma que la muestra del molino, que fue de la siguiente manera: se secó la muestra, se colocó en el lecho una cantidad, se incrementó gradualmente el flujo de aire, hasta alcanzar la velocidad mínima de fluidización, se incrementó aún más la velocidad del aire hasta lograr que hubiera arrastre de sólidos, se estuvo observando el lecho hasta que no hubiera arrastre de sólidos, en ese momento se detuvo la operación y se recuperó el caolín que se separó, se volvió a montar el aparato y se incrementó el flujo de aire. Mientras tanto, se procedió a la determinación de tamaño de partícula de ese corte y a pesar las diferentes fracciones obtenidas en las mallas. Este procedimiento se repitió para cada corte obtenido a los diferentes gastos a los que se operó el sistema.

Se tomó como tiempo de operación una hora porque después de estar trabajando ese tiempo a los gastos que se seleccionaron para obtener los diferentes cortes, el arrastre era prácticamente nulo.

La determinación de los gastos a los que había que operar el sistema experimental, se hizo de la siguiente forma: primero, se aumentó gradualmente el flujo hasta la desaparición de los canales que se formaban cuando se trabajaba a gastos muy bajos, la desaparición de canales y la primera presencia de la fluidización indicaba que se había alcanzado la velocidad mínima de fluidización. Después se incrementó ligeramente el flujo, hasta que-

hubo arrastre de partículas con la corriente gaseosa, se vió que a 20 SCFH, había arrastre, entonces se seleccionó este gasto -- como el adecuado para hacer el primer corte. Una vez que no hubo arrastre se cambió el gasto, a 30 SCFH, para obtener otra fracción, al principio de la operación, el arrastre correspondiente a este gasto de aire era abundante, pero al cabo de un tiempo -- fue disminuyendo paulatinamente, hasta desaparecer al cabo de una hora.

Posteriormente se trabajó también a 40 y 50 SCFH para separar también las fracciones correspondientes a estos flujos de aire, y determinar la relación entre la cantidad arrastrada y -- gasto, y observar las posibles diferencias en composición química entre las diferentes fracciones obtenidas como función del -- flujo de aire.

Para lograr la fluidización adecuada y el arrastre se --- presentaron algunas dificultades debido a las características -- propias del material con que se estaba trabajamdo. Una de ellas -- fue con el distribuidor ya instalado en el equipo de fluidización ya que debido a la distribución de orificios en el mismo, se observó que aún a flujos altos de aire, ocurría canalización del -- gas a través del lecho. De manera que hubo de diseñarse un nuevo plato distribuidor que proporcionara una distribución uniforme -- de flujo. El plato distribuidor quedó constituido de la siguiente forma: un uniformizador de flujo constituido por una piramide cuadrangular hueca, llena de pedacería de tubo de vidrio, inme-- diatamente después una placa multiperforada, después un espacio-

libre de 0.5 cm de altura, para que hubiera una distribución uniforme en todo ese espacio vacío, después una malla de acero del No. 325, que evitara la entrada de partículas al espacio vacío.

Con el cambio de plato distribuidor se notó una mejora - en la calidad de la fluidización.

Otro problema que hubo que resolver fue que al comenzar - a pasar la corriente de aire, todo el caolín subía como un tapón sin permitir el paso de aire, al hacer vibrar el lecho, el tapón se desintegraba y el aire pasaba sólo por los canales que se formaban, después de hacer vibrar el lecho y lograr el cambio de -- posición de los canales empezaba la fluidización en algunas zo-- nas donde por ese tiempo había estado pasando el aire, entonces se concluyó que lo que pasaba era que el material estaba húmedo y las partículas se adherían unas a otras, aún cuando al tacto - el caolín parecía estar seco, de tal forma que se probó secar el caolín en la estufa a 130°C, por seis horas, y efectivamente se notó que el caolín ya seco no formaba el tapón descrito antes y se lograba una fluidización buena y uniforme rápidamente, aún -- cuando siempre al principio de la operación hubo que hacer vibrar el lecho, esto se debió probablemente a la amplia distribución - de tamaños de partícula que provocan que al llenar el lecho, éste se compacte mucho. Una manera alternativa de lograr la fluidi zación, sin tener que mover el lecho, fué iniciando la operación con un gasto alto y después irlo disminuyendo gradualmente hasta llegar a la velocidad mínima de fluidización, en vez de irlo aumentando.

Esta segunda forma de iniciar la operación se usó solamente en la determinación de la velocidad mínima de fluidización, ya que se podía arrastrar partículas en la primera parte, que debían arrastrarse hasta la segunda o tercera parte.

En cuanto a la recuperación de las partículas arrastradas por el gas, al principio se probaron los diferentes arreglos de los ciclones, es decir primero el de 1000 ml y en serie el de 300 después y viceversa, el problema que se trataba de resolver era el lograr que el aire que se descargara a la atmósfera estuviera libre de polvos y lograr la mejor separación de sólidos. Para gastos pequeños, el arreglo era primero el grande y después el chico, y era suficiente para separar casi el 100% de los sólidos arrastrados, pero a gastos mayores siempre se arrastraban partículas, a pesar de los ciclones, sin importar el orden en que se colocaran éstos.

Una de las formas que se probaron para resolver este problema fue hacer burbujear en agua, en el segundo ciclón, a la corriente gaseosa, se observó que había una mejoría en cuanto a la pureza del aire que salía, pero no fué sino hasta que se colocaron dos bolsas de lona, una dentro de la otra, a la salida del segundo ciclón cuando se logró la retención de partículas sólidas en un 100%

3.4) Descripción de la técnica usada para el análisis químico de la muestra que se usaría como patrón de comparación. (13)

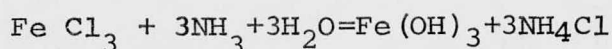
La técnica usada básicamente consistió en la determinación de Fe como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , de Si como  $\text{SiO}_2$ , de Al como  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obtenido por-

diferencia de la cantidad determinada como óxidos mezclados  $R_2O_3$ :

### Determinación de Fe

Consideraciones generales.

El caolín en polvo se trata con HCl diluido a temperatura de ebullición, se filtra y la solución que contiene el cloruro férrico formado se trata con solución de amoníaco en un pequeño-exceso para precipitar el hidróxido férrico.



No existe problema de dilución del silicato ya que la concentración de HCl no diluye el óxido de aluminio que se encuentra formando una estructura muy estable con el dióxido de silicio. Aún cuando el titanio también precipita con la solución de amoníaco, esta precipitación no es cuantitativa y dada la pequeña cantidad en que se encuentra presente en los caolines no afecta apreciablemente los resultados.

El producto de solubilidad del hidróxido férrico es del orden de  $10^{-36}$ , por lo que se puede efectuar una precipitación cuantitativa, aún en soluciones ligeramente ácidas pues las pérdidas por solubilidad en los lavados son despreciables. El precipitado se forma al principio, en fase dispersa; pero calentando en presencia de electrolitos, coagula en una masa gelatinosa que se sedimenta; un calentamiento prolongado motiva que los coagulos se rompan dando partículas pequeñas. El óxido férrico hidratado es un ejemplo típico de coloide coagulado.

La coagulación de un precipitado coloidal se favorece con



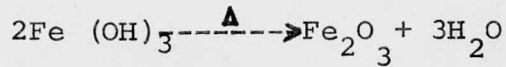
siderablemente elevando la temperatura de la solución, por ésto - se efectúa la precipitación a la temperatura de ebullición o próxima a la misma y se mantiene, a esta temperatura, tan sólo un -- corto tiempo después de efectuada la precipitación.

Debido a su estado coloidal el óxido férrico hidratado - -- tiene gran capacidad para absorber iones presentes en la solución, si hay exceso de iones amonio durante la precipitación y lavados, la adsorción de otros iones disminuye considerablemente; y como - las sales de amonio se volatilizan durante la calcinación del pre- cipitado, el error debido a fenómenos de adsorción es generalmen- te pequeño.

Para asegurar que la coprecipitación no sea demasiado gran- de, se puede efectuar una reprecipitación disolviendo el precipi- tado en ácidos diluïdos.

El filtrado se hace por filtro de papel y no debe succionar- se, ya que las partículas de precipitado gelatinoso penetran en - los poros del papel obstruyéndolos y ésto además de retardar el - filtrado afecta la operación de lavado, ya que la solución de la- vado no atraviesa la masa del precipitado sino que escurre por los pocos poros que no se taparon.

El óxido férrico hidratado por calcinación pierde agua dan- do el óxido férrico, la temperatura no debe pasar de 1000°C ya que a temperaturas superiores a este valor se forma lentamente el te- tróxido triférrico  $Fe_3O_4$  (óxido ferroso-férrico, salino o magnéti- co).



Técnica usada en la determinación de Fe

Se pesaron exactamente 5.00 g de caolín secado a 110°C, se le agregan en un vaso de precipitados 50 ml de HCl 0.5 N, se calienta a ebullición y se mantiene así, tapado el vaso con vidrio de reloj, durante media hora. Se agregan una o dos gotas de HNO<sub>3</sub> hasta un ml para oxidar todo el fierro ferroso que pudiera estar presente. Se agregan unas gotas de indicador rojo de metilo, se filtra y se procede a precipitar el hidróxido férrico con la solución de amoníaco, agregándola gota a gota hasta que la solución cambie de color rojo a amarillo (pH 6.5).

Se calienta a temperatura de ebullición para que se formen coagulos grandes y se enfría después al chorro de agua. Se deja sedimentar y se filtra a través de papel Wattman No. 41 de filtración rápida. Se lava varias veces (de 6 a 8) con pequeñas porporciones de solución al 2% de cloruro de amonio.

Se seca, se carboniza el papel sin llama. y se pone a calcinación en mufla a una temperatura de 900°C, se pone a peso constante y se determina la cantidad de Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como:

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{P \times 100}{M}$$

P= peso de precipitado.

M= peso de muestra.

Determinación de SiO<sub>2</sub>.



Técnica empleada.

Se preparan las siguientes soluciones:

Solución de quinolina al 2%. Se agrega mientras se agita 10 ml de quinolina a 400 ml de agua caliente acidificada con 12 ml de ácido clorhídrico concentrado. Se deja enfriar y se diluye a 500 ml con agua destilada.

Solución al 10% de molbdato de amonio. Se disuelve 25 g de molibdato de amonio en 250 ml de agua, se deja en reposo 24 horas y se filtra.

Solución indicador azul de timol. 0.2 g de azul de timol se disuelven en 100 ml de etanol, se agregan 4.3 ml de hidróxido de sodio 0.1 N y se diluye a 500 ml.

Solución indicador rojo de cresol-azul de timol. 0.1 g de rojo de cresol se disuelven en 5.3 ml de NaOH 0.1 N y se diluye a 100 ml con agua destilada.

Por separado, 0.1 g de azul de timol se disuelven en 20 ml de etanol, se agregan después, 2.1 ml de NaOH 0.1 N y se diluye a 100 ml con agua destilada.

Finalmente se mezclan ambas soluciones.

Operación con la muestra.- 7 g de NaOH son colocados en un crisol de níquel y se funden, con mechero de Bunsen, hasta eliminación del agua y obtención de una fusión tranquila; se deja enfriar el crisol hasta 40-50°C y se coloca dentro del crisol la muestra que será de 0.2500 g de caolín en polvo, se coloca nuevamente el crisol a la flama del mechero hasta obtener una fusión tranquila durante 3 minutos, alcanzando al - -

final una temperatura rojo sombra, se deja enfriar el crisol y se coloca dentro de un vaso de precipitados alto y se cubre con un vidrio de reloj, se llena el crisol con agua a temperatura de ebullición e inmediatamente se vuelve a colocar el vidrio de reloj en la posición original, la temperatura debe ser tal que el agua se mantenga en ebullición debido al calor de disolución hasta que todo este disuelto, pero no debe estar demasiado caliente para evitar que existan proyecciones.

Se pasa el extracto alcalino a 20 ml de HCl concentrado, lavando el crisol cuidadosamente por dentro y por fuera con HCl diluído caliente. También se lavan el vaso y el vidrio de reloj con HCl diluído caliente.

Se calienta la solución a 80°C sin llegar a ebullición, se enfría rápidamente a temperatura ambiente y se diluye a 170 ml con agua destilada. Se agrega 3 g de hidróxido de sodio en lentajas hasta disolución. Se agregan 8 gotas de azul de timol y HCl concentrado hasta que el color del indicador pase de azul pasando por amarillo a rojo (pH 1.2). Se agregan 8 ml de HCl diluído (1+9), 5 ml de ácido acético diluído (1+2), y 30 ml de la solución de molibdato de amonio; se mezcla bien, se calienta en baño maría a ebullición durante 10-12 minutos.

Se retira del baño maría y se agregan 40 ml de HCl diluído (1+1) e inmediatamente se precipita con 65 ml de la solución de ginolina agitando fuertemente durante la adición. Se pone nuevamente a baño maría para llevar su temperatura a 80 - 90°C por cinco minutos más, se enfría rápidamente hasta 15°C o menos y se-

deja reposar para que el precipitado sedimente.

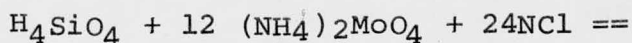
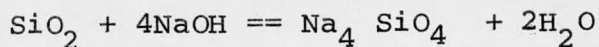
Se filtra el precipitado por succión, decantando la mayor parte del líquido, se lava 2 o 3 veces con 30 ml de agua el precipitado en el vaso y después de pasarlo al filtro se lava con otras 6 porciones de agua fría. La solución se guarda para la determinación de alúmina.

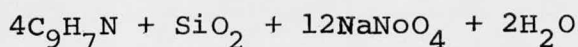
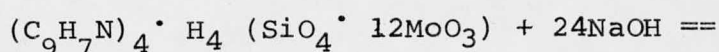
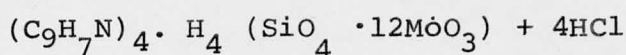
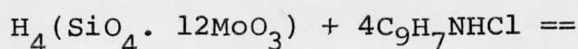
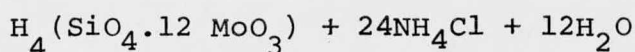
El precipitado se pasa al frasco original y se disuelve con 30 ml de solución de hidróxido de sodio 1 N, se lava el embudo con pequeñas porciones de agua recogiendo los lavados en el mismo frasco. La dilución se hace agitando fuertemente hasta la desaparición del precipitado amarillo.

Se prueba que la solución esté en pH alcalino, en caso contrario se agrega una cantidad medida de hidróxido de sodio. Se titula con HCl 0.5 N el exceso de hidróxido de sodio con indicador rojo de cresol-azul de timol hasta vire de azul al principio pasando por rosado a amarillo (pH 7.0) Se calcula el volumen de NaOH que ha reaccionado con el complejo sílico-molibdato de quinolina.

Dado que el equivalente gramo para el dióxido de silicio es 2.5025, 1 ml N gastado en la dilución del precipitado equivale a 0.00253 gramos de  $\text{SiO}_2$  en la muestra.

Reacciones.

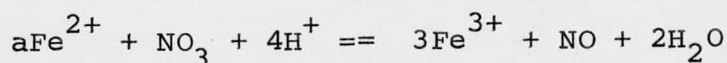




Determinación de aluminio.

Técnica usada.

A la solución obtenida después de separar el precipitado sílico-molibdato de quinolina se divide en dos partes, la primera de ellas se usa para determinar  $\text{R}_2\text{O}_3$ , para lo cual se le - - agrega 1 ml de  $\text{HNO}_3$  para oxidar el Fe que se pudiera encontrar en estado ferroso.



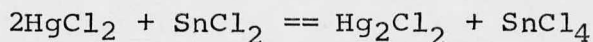
Ya que la solución es suficientemente ácida la oxidación no presenta problemas. Se agregan unas gotas de indicador rojo de metilo y se precipitan los óxidos combinados,  $\text{R}_2\text{O}_3$ , por la - adición de solución de amoníaco hasta vire de rojo a amarillo - esta precipitación se hace con la solución a punto de ebullición y una vez que ha cambiado el color del indicador, indicando que se ha alcanzado el punto final de la precipitación se enfría rápidamente la solución y se deja reposar por un tiempo de media-hora y se filtra en papel Wattman nun. 41 por gravedad. Se decan

ta la solución y finalmente se pasa el precipitado al filtro por la adición de una pequeña cantidad de cloruro de amonio al 2%. - El precipitado se lava varias veces con cloruro de amonio al 2% - y se regresa nuevamente al vaso original, y se disuelve con 20 - ml de HCl diluído (1+1), se pone tapado a ebullición lenta hasta que el papel esté hecho pulpa, se lava perfectamente el vidrio - de reloj, se agregan 100 ml de agua y unas gotas de rojo de meti - lo y se repite la precipitación, se filtra lavando con tres por - ciones de 30 ml de cloruro de amonio al 2%, terminando el lavado del precipitado con 5 porciones de agua fría. Se seca el precipi - tado con el papel, se carboniza el papel dentro de un crisol --- tarado usando el mechero, y se calcina en mufla a 900°C y se - - pone a peso constante pesando como  $R_2O_3$ .

Se toma la segunda parte de la solución separada del pre - cipitado sílico-molibdato de quinolina para la determinación de - Fe permanganométricamente.

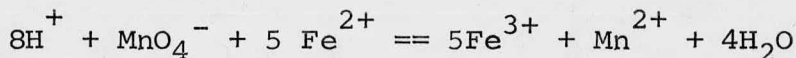
Primero se reduce el  $Fe^{3+}$  a  $Fe^{2+}$ , ésto se hace con cloruro estano - so de la siguiente manera, la solución caliente (70-90°C) se reduce agregando gota a gota solución concentrada de cloruro estano - so empleando bureta hasta que el color amarillo caracte - rística de las soluciones férricas casi haya desaparecido, la - reducciones termina con solución diluída de cloruro estano - so en dos volúmenes de ácido clorhídrico diluído; la solución diluída de cloruro estano - so se agrega gota a gota hasta que la solución tenga un color verde pálido, libre de tinte amarillo, entonces - se agregan dos o tres gotas más. Se enfría rápidamente y se - -

elimina el exceso de cloruro estanoso agregando rapidamente, mientras se agita, 10 ml de solución saturada de cloruro mercúrico, - debe producirse tan sólo un leve enturbamiento blanco sedoso, debido al cloruro mercurioso precipitado.



Antes de titular debe diluirse a 400 ml aproximadamente y se agregan 25 ml de solución Zimmermann-Reinhardt, solución preventiva, que se prepara de la siguiente forma; 5 g de  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  en 25 ml de solución de: 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado en 30 ml de agua, a la solución resultante se le agrega 10 ml de  $\text{H}_3\text{PO}_4$ .

Después se titula con solución 0.1 de  $\text{KMnO}_4$ , lentamente, - hasta la primera coloración rosada que aparezca, esta coloración desaparece después de 15 segundos.



1 ml de  $\text{KMnO}_4 \text{ N} \approx 0.05884$  g de Fe.

A la cantidad de óxidos mezclados  $\text{R}_2\text{O}_3$  se le resta la cantidad de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  determinada, resultando como diferencia la cantidad de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presente en la muestra.

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = \% \text{R}_2\text{O}_3 - \% \text{Fe}_2\text{O}_3 .$$

3.5) Método de análisis químico por fluorescencia de rayos "X" (12)

Los rayos X son radiaciones electromagnéticas en el intervalo de longitudes de onda de 0.1 a 100 Å. Se emiten durante - -

ciertos tipos de descomposición radioactiva, y pueden producirse artificialmente en un tubo de rayos X. Este tubo consiste en una cámara al vacío que contiene un filamento de alambre (cátodo) y un blanco (ánodo). Entre el filamento y el blanco se establece una diferencia de potencial de hasta varios miles de volts.- El filamento se calienta y los electrones emitidos son fuertemente atraídos por el ánodo y acelerados en alto grado en el fuerte campo eléctrico del sistema. Cuando los electrones de alta velocidad chocan contra el blanco desprenden electrones más internos, de las capas K o L por ejemplo, de los átomos del mismo. Cada electrón desprendido es reemplazado por otro de un orbital más elevado, y la energía desprendida por el paso de un electrón de una orbita alta a una más baja es emitida en forma de un rayo X.

El espectro que se obtiene, después de una dispersión adecuada, consiste de radiación blanca, de líneas superpuestas muy definidas, características del elemento empleado como blanco, y que están relacionadas a su número atómico por la ley de Moseley:

$$\frac{c}{\lambda} = a (z - \sigma)^2$$

Donde C es la velocidad de la luz,  $\lambda$  la longitud de onda, a es una constante de proporcionalidad y Z es el número atómico.  $\sigma$  es una constante cuyo valor depende de la serie de líneas, esto es, de que la línea se origine por la caída de un electrón de una capa L a una K (líneas  $K_{\alpha}$ ), de una M a una K (líneas  $K_{\beta}$ ), de una M a una L (líneas  $L_{\alpha}$ ). etc.



Los procedimientos de análisis por fluorescencia de rayos X tienen un gran número de aplicaciones, Los rayos X pueden producirse no sólo por bombardeo de la sustancia con electrones, -- sino por la irradiación con rayos X de longitud de onda corta.

Los rayos X secundarios o fluorescentes que se obtienen, -- son aproximadamente 1000 veces menos intensos que los producidos por el bombardeo electrónico. Por lo tanto es necesario contar -- con un haz de rayos X primarios de alta intensidad y con detectores de muy buena sensibilidad.

Por este método de fluorescencia de rayos X, dependiendo de la calidad del aparato y la habilidad del operario, es posi-- ble determinar aún los constituyentes minoritarios de una mues-- tra, con una exactitud de 1 a 2% o mejor.



## CAPITULO IV

### RESULTADOS EXPERIMENTALES.

#### 4.1) MOLIENDA DEL CAOLIN.

La molienda del caolín se realizó en un molino de discos de rozamiento, en el cual el tamaño de partícula del material molido se controla por medio de un tornillo que regula la separación de los discos.

La operación consistió primeramente de una trituration de la muestra, como preparación para lograr un tamaño de terrones que pudiera entrar por el alimentador del molino. Después de la trituration los terrones de caolín se pusieron en una estufa a 130°C para eliminar la humedad y evitar que las partículas formaran un lodo que se adhiriera a los discos del molino e impidiera la entrada de más caolín.

Los terrones una vez secos, fueron molidos y se obtuvo un polvo de tamaño de partícula aparentemente uniforme. Al polvo obtenido le llamaremos nuestra original.

#### 4.2) Distribución de tamaños de partícula.

Esta determinación se hizo por tamizado. Las mallas que se usaron en la operación fueron las de un conjunto de tipo comercial y fueron las siguientes:

No. de malla	Abertura ( $\mu$ )
80	190
100	150
150	100
200	74
325	43

El tamizado se realizó de la siguiente forma: primero se colocó una cantidad pesada de la muestra original en la parte superior del tamiz No.80 y se colocaron bajo éste los demás, en orden decreciente en cuanto a abertura, el tiempo que se colocaron los tamices ordenados de esta forma en el tamizador fue de 30 minutos. Después de esta operación las diferentes fracciones que fueron retenidas en las mallas se pasaron y de esta forma se obtuvo la distribución de tamaños de partícula que se muestra en la tabla 4.1.

4.3) Preparación de una mezcla de distribución de tamaños de partícula conocida. (Mezcla A).

La mezcla A se preparó pesando cantidades de cada uno de los tamaños de partícula que se separaron de la muestra original colocando todas las porciones pesadas en un matr az de 2000-ml y agitando fuertemente para lograr un mezclado completo; de la mezcla resultante se tomó una parte para ser separada en el sistema experimental por elutriación. Las cantidades respectivas de cada fracción que se usaron para la preparación de la mezcla A, fueron tomadas al azar y dieron origen a la distribución de-

Tabla 4.1. Distribución de tamaños de partícula de la muestra - salida del molino muestra original).

Tamaño de partícula	Peso	Peso acumulado	Fraccion peso	F.P. acumulada
( $\mu$ )	(g)	(g)	(%)	(%)
> 190	128.3	128.3	48.86	48.86
150-190	20.8	149.1	7.92	56.78
100-150	31.9	181.0	12.15	68.93
74-100	31.2	212.2	11.88	80.81
43-74	28.4	240.6	10.81	91.62
< 43	<u>22.0</u>	262.6	<u>8.38</u>	100.00
Total	262.6		100.00	

Tabla 4.2 Distribución de Tamaños de partícula de la mezcla A.

Tamaño de partícula	Peso	Peso acumulado	Fracción peso	F.P. acumulado
( $\mu$ )	(g)	(g)	(%)	(%)
> 190	23.85	23.85	16.86	16.86
150-190	7.09	30.94	5.01	21.87
100-150	16.99	47.93	12.01	33.88
74-100	22.65	70.58	16.02	49.90
43-74	53.38	123.96	37.75	87.65
< 43	<u>17.45</u>	141.41	<u>12.34</u>	99.99
Total	141.41		99.99	

tamaños de partícula mostrada en la tabla 4.2

(4.4) Separación de la mezcla A por elutriación utilizando diferentes gastos de aire.

Los gastos que se utilizaron para la separación de la mezcla A fueron seleccionados como se indicó ya en la sección 3.3. -- del capítulo III, y fueron 20, 30, 40 y 50 SCFH, equivalentes a -- 7.52. 11.28. 15.04 y 18.81 lt/min respectivamente.

4.5) Determinación de los tamaños de partícula de los cortes obtenidos de la operación con la mezcla A.

Cada uno de los diferentes cortes obtenidos de la operación se colocaron en los tamices arreglados de la misma forma como se -- indico en la sección 4.2, los resultados de esta determinación se -- muestran en las tablas 4.3. 4.4. y 4.5.

La represent ación gráfica de las relaciones de las cantida -- des obtenidas de cada tamaño, en los diferentes cortes se muestra -- en la figura 4.1, en función de los gastos usados para obtener -- cada corte.

4.6) Separación de la muestra original.

Ahora se procedió a efectuar la separación de la muestra -- original, es decir el caolín como sale del molino, para lo cual se -- operó a los mismos gastos que se usaron para la mezcla A, y se ob -- tuvieron las siguientes caídas de presión.

Corte	Gastos		Caída de presión. (cm de agua)
	(SCFH)	(lt/min)	
I	20	7.52	12.5
II	30	11.28	19.2
III	40	15.04	29.0

Tabla 4.3, Peso, en gramos, obtenidos de cada tamaño en cada corte.

Tamaño ( $\mu$ )	Corte I	Corte II	Corte III	Corte IV
> 190	0.1511	-----	-----	0.0588
150-190	0.3200	-----	0.5961	0.0801
100-150	0.1370	-----	0.0231	0.0654
74-100	0.2764	-----	2.5877	0.4616
43- 74	3.8918	2.4118	8.3935	5.3727
< 43	<u>6.2330</u>	<u>6.3869</u>	<u>4.1702</u>	<u>0.8058</u>
Total	10.7213	8.7987	16.6706	6.8444

Tabla 4.4, % de cada tamaño relativo al peso total obtenido para -  
cada corte.

Tamaño	Corte I	%en cada corte Corte II	Corte III	Corte IV
$\mu$ > 190	1.4093	-----	-----	0.8591
150-190	0.2984	-----	3.5758	1.1703
100-150	1.2718	-----	5.5373	0.9555
74-100	2.5780	-----	15.5225	6.7442
43- 74	36.2997	27.4109	50.3491	78.4977
< 43	<u>58.1366</u>	<u>72.5891</u>	<u>25.0153</u>	<u>11.7731</u>
Total	99.9938	100.0000	100.0000	99.9999

Tabla 4.5 Porcentaje de cada tamaño en los cortes relativos a la Cantidad que de este tamaño había en la mezcla A

Tamaño ( $\mu$ )	Corte I		Corte II		Corte III	
	(%)	% acum.	(%)	% acum.	(%)	% acum.
>190	0.63	0.63	0.00	0.63	0.00	0.63
150-190	0.45	0.45	0.00	0.45	8.41	8.86
100-150	0.81	0.81	0.00	0.81	5.43	6.24
74-100	1.22	1.22	0.00	1.22	11.42	12.64
43-74	7.29	7.29	4.52	11.81	15.72	27.53
<43	35.72	25.72	26.60	72.32	23.90	96.22

Tabla 4.5 (continuación)

Tamaño. ( $\mu$ )	Corte IV	
(%)	% acum.	
>190	0.24	0.87
150-190	1.23	9.99
100-150	0.38	6.62
74-100	2.03	14.67
43- 74	10.06	37.59
< 43	4.61	100.83

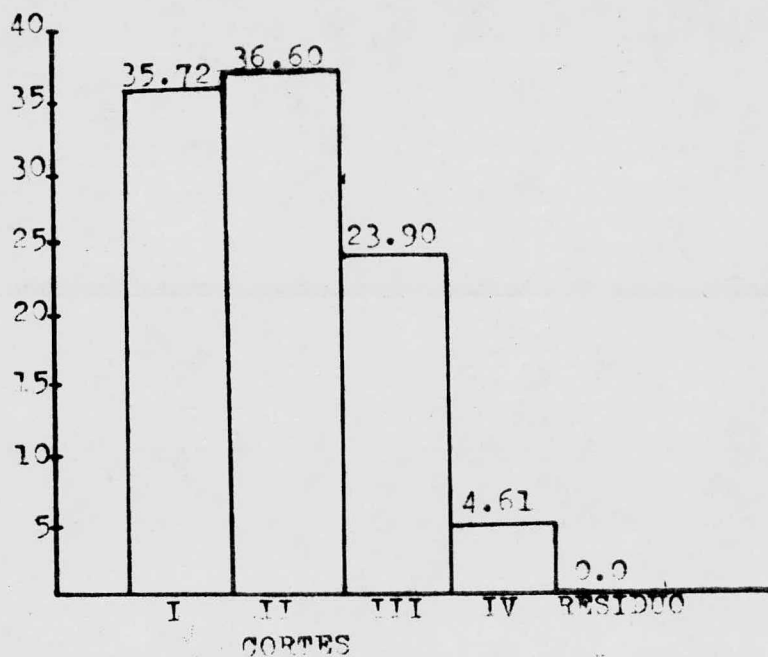


Fig. 4.1.a. % en peso de partículas de  $dp < 43$  micras en los cortes, relativo a la composición original de la mezcla A.

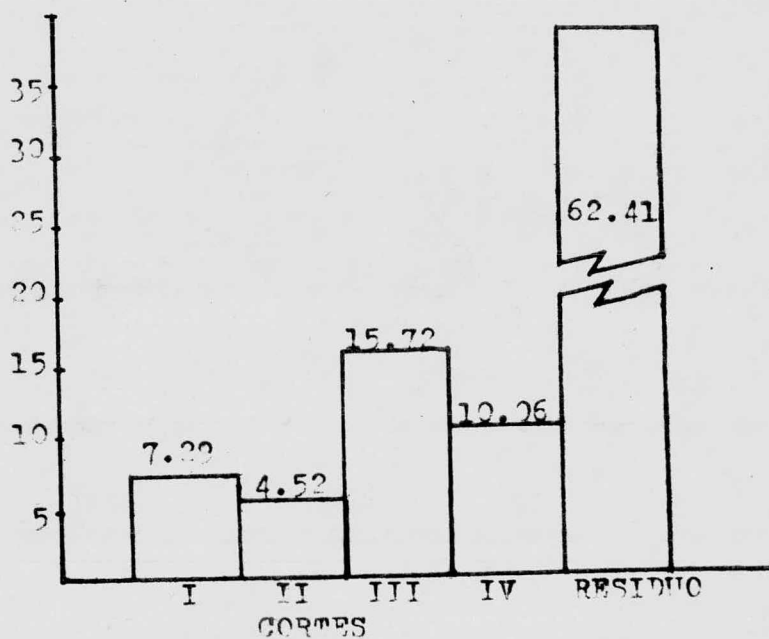


Fig. 4.1.b. % en peso de partículas de  $43 < dp < 74$  micras en los cortes, relativo a la composición original de la mezcla A.

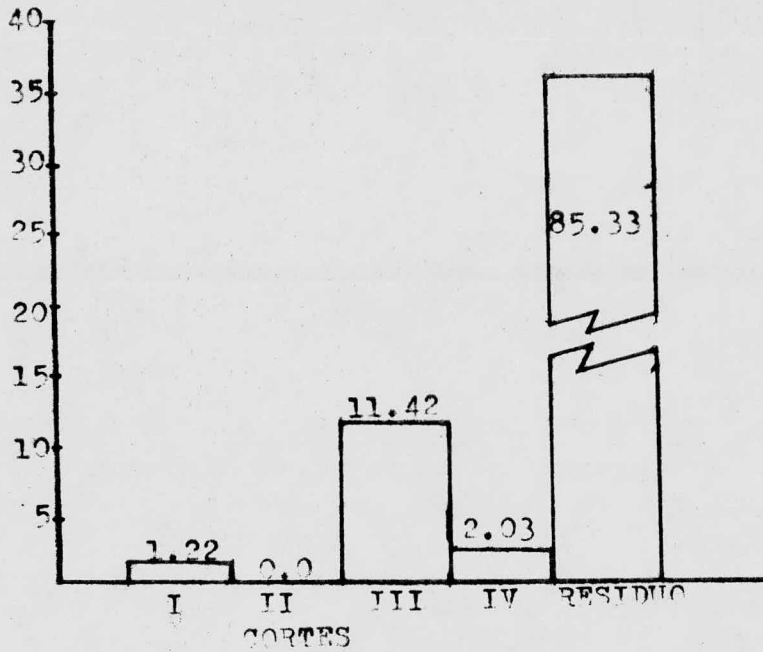


Fig. 4.1.c. % en peso de partículas de  $74 < dp < 100$  micras en los cortes, relativo a la composición de la mezcla A.

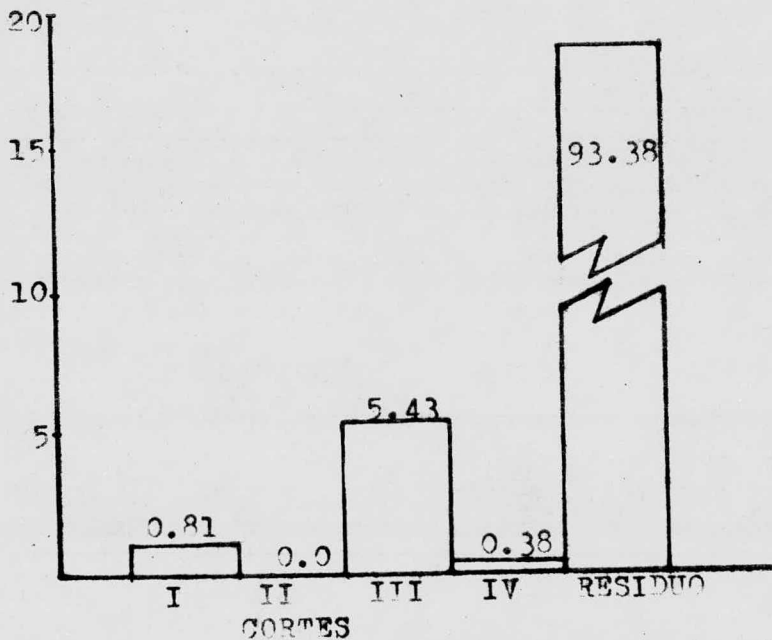


Fig. 4.1.d. % en peso de partículas de  $100 < dp < 150$  micras en los cortes, relativo a la composición de la mezcla A.



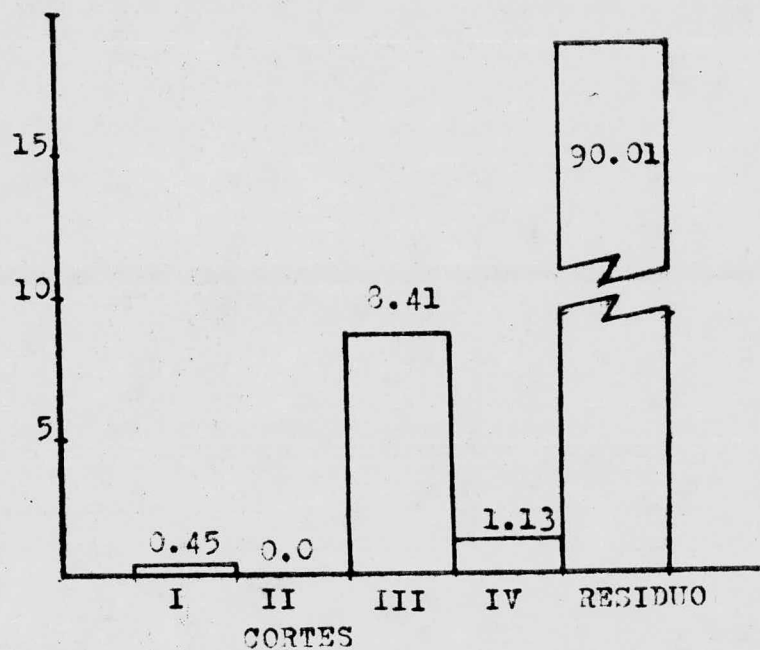


Fig. 4.1.e. % en peso de partículas de  $150 < dp < 190$  micras en los cortes, relativo a la composición de la mezcla A.

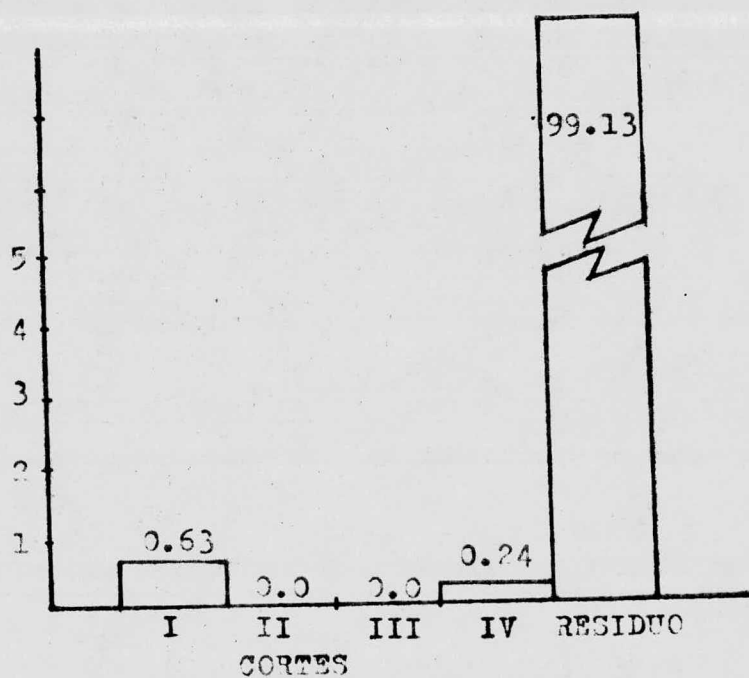


Fig. 4.1.f. % en peso de partículas de  $dp > 190$  micras en los cortes, relativo a la composición de la mezcla A.

4.7) Análisis del residuo de la operación con la mezcla A. El análisis del residuo de la operación con la mezcla A consistió en: determinación de la distribución de tamaños de partícula y -- análisis químico, en cuanto a la determinación de Fe.  $\text{SiO}_2$  y --  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

4.7 a) La determinación de la distribución de tamaños de partícula se hizo calculando la diferencia de los pesos de cada fracción en la mezcla A menos la suma de los pesos obtenidos de cada fracción en los cortes. Esta distribución se muestra en la tabla 4.6.

4.7.b) La determinación de  $\text{SiO}_2$  se hizo de la manera indicada en la sección 3.5, y el resultado obtenido fue el siguiente expresado como porcentaje.

$$\% \text{SiO}_2 = 54.665$$

4.7.c) Determinación de aluminio como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = 29.016$$

4.7.d) Determinación de fierro como  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

No estructural.  $\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 0.434$

Total  $\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 0.446$

4.8) Comparación de la composición química de diferentes fracciones obtenidas de la operación con la muestra original.

Esta comparación se hizo con el objeto de tener una base para determinar la eficiencia de la separación. El método que se empleó fue el análisis cuantitativo por fluorescencia de rayos X. Las bases de este método fueron descritas ya en el capítulo III.

los resultados que se obtuvieron para fracciones que se analizaron se muestran en la tabla 4.7.

Las fracciones que se analizaron fueron las siguientes:

Corte II separado de la muestra original operando el sistema con un gasto de aire de 30 SCFH, equivalente a 11.28 lt/min.

Residuo.- Residuo de la operación hasta 30 SCFH.

Original.- La muestra original también se analizó para tomarse como referencia.

4.9) Operación con un sólo tamaño de partícula.

Como corrida decisiva para determinar el grado de enriquecimiento en cuanto a composición química de los diferentes cortes, se probó utilizar una fracción con un rango de tamaños de partícula estrecho, para eliminar lo más posible el factor tamaño de partícula y dejar como única variable para la elutriación la densidad de la misma, que probablemente esté relacionada a la composición química.

Para realizar esta operación se separó una fracción de la muestra original, por tamizado. Esta fracción fue la separada entre las mallas No. 100 y No. 80. y tienen diámetro de partícula comprendido entre 150 y 190 micras.

La muestra se colocó en el aparato de fluidización y se -- inició la operación aumentando poco a poco el gasto de aire hasta alcanzar el valor de 13 SCFH en el que se presentaba la fluidización incipiente, después se aumento la velocidad del aire a 15 -- SCFH para separar el primer corte; el tiempo se operó a este gasto fue de una hora, después del cual el arrastre de partículas no

Tabla 4.6. Distribución de tamaños de partícula del residuo de la operación con la mezcla A.

Tamaño	Peso (g)	Peso acum. (g)	Fraccion Peso (%)	F.P Acumulado (%)
190	23.6401	23.6401	23.99	23.99
150-190	6.3818	30.0219	6.48	30.47
100-150	15.8645	45.8864	16.10	46.57
74-100	19.3243	65.2107	19.61	66.18
43- 74	33.3102	98.5209	33.81	99.99
43	-----	98.5209	-----	99.99

Tabla 4.7 Analisis químico por fluorescencia de Rayos X de las fracciones obtenidas de la operación con la muestra original.

Fracción	%SiO <sub>2</sub>	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Original	63.6	25.5	0.13
Residuo	61.6	25.5	0.14
Corte II	64.0	25.0	0.15

Tabla 4.8 Composición química de las fracciones separadas por la operación con la fracción 80-100.

Fracción.	%SiO <sub>2</sub>	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Residuo	67.2	28.8	0.28
Corte 15 SFCH	62.2	30.3	0.30
Corte 25 SFCH	64.2	26.2	0.34
Corte 35 SCFH	68.0	26.3	0.39

era significativo. Luego se operó a los gastos de 20, 25, 30 y 35 SCFH para separar los diferentes cortes.

Se determinó la composición química de los cortes obtenidos a 15, 25 SCFH así como el residuo de la operación, por el método de análisis cuantitativo por fluorescencia de rayos X. Dichas composiciones se encuentran enlistadas en la tabla 4.8, y representados en las figuras 4.2.

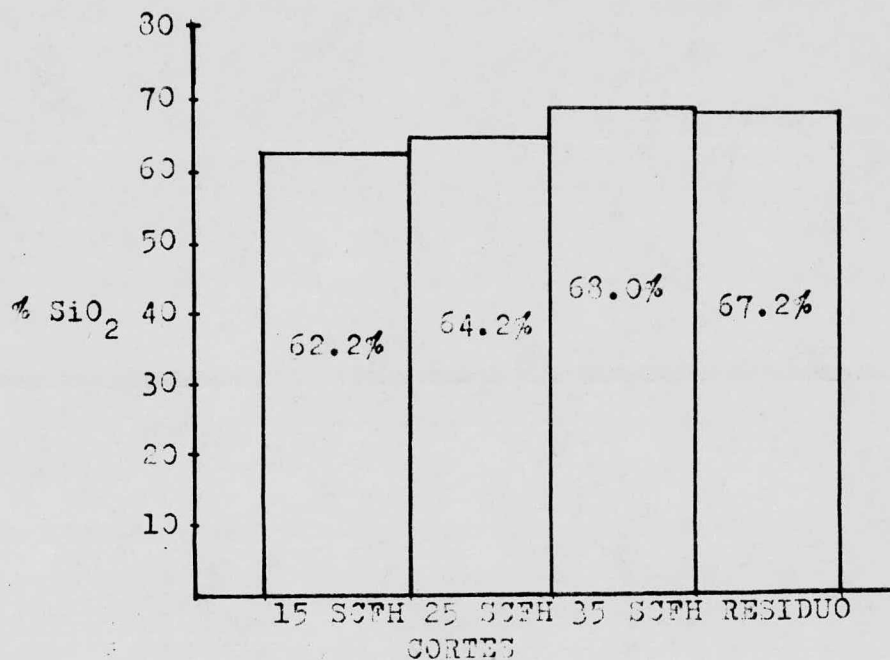


Fig. 4.2.a. % de SiO<sub>2</sub> en los diferentes cortes obtenidos durante la operación con la fracción 80-100 mallas.

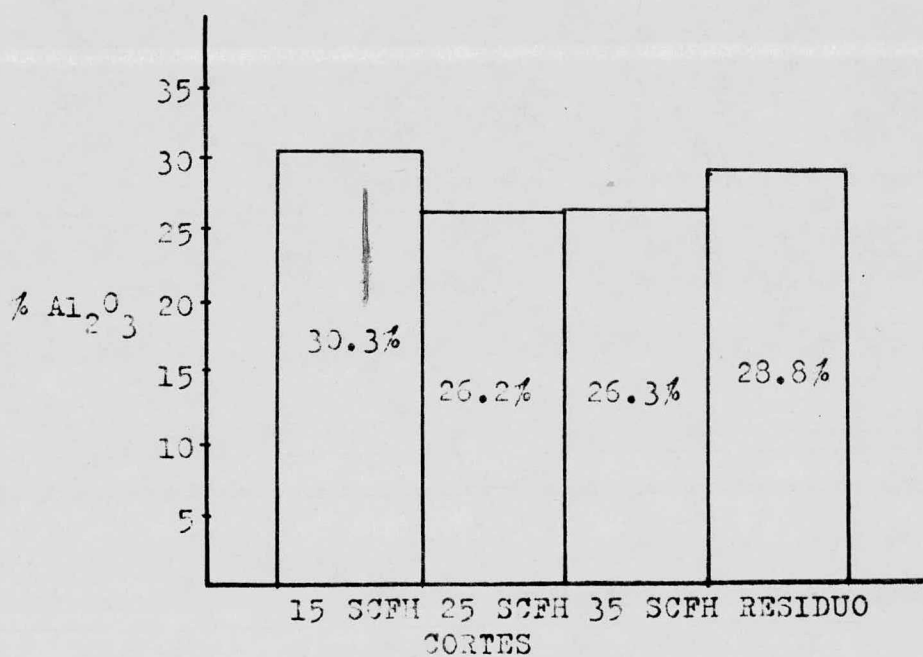


Fig. 4.2.b. % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en los diferentes cortes obtenidos durante la operación con la fracción 80-100 mallas.

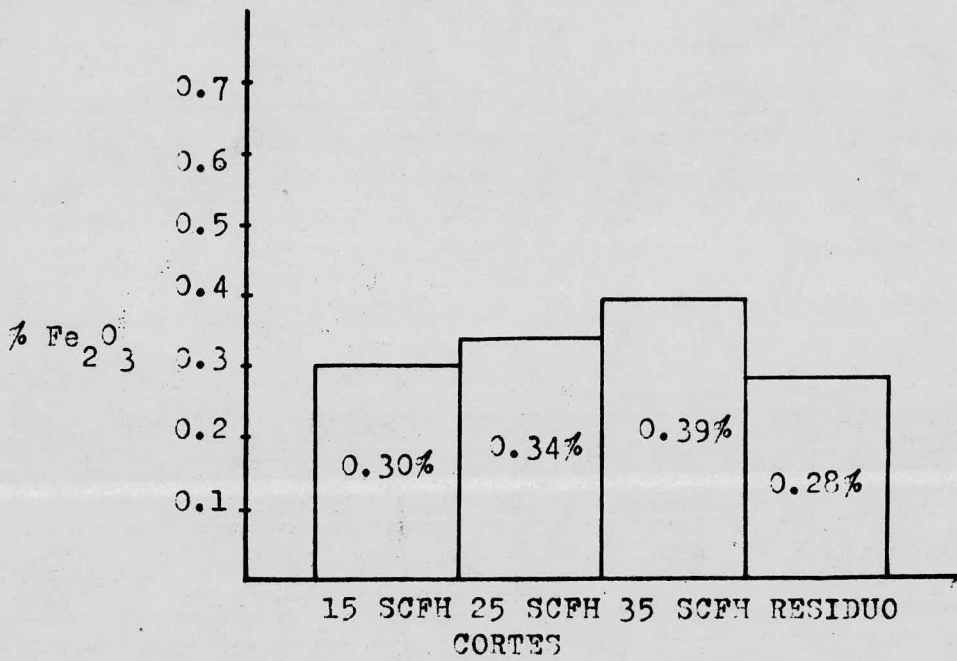


Fig. 4.2.c. % de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  en los diferentes cortes obtenidos durante la operación con la fracción 80-100 mallas.

## CAPITULO V

### DISCUSION DE RESULTADOS, CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1) En el presente capítulo se hará una discusión de los resultados obtenidos, los cuales fueron mostrados en el capítulo IV, orientando tal discusión a obtener alguna conclusión acerca de la eficiencia de la separación en el enriquecimiento en cuanto a la composición química de las diferentes fracciones obtenidas por elutiración.

Se puede observar en el capítulo anterior que las pruebas experimentales que se llevaron a cabo fueron hechas con dos tipos de muestras diferentes. Se trabajó con la muestra original y con la muestra A, las cuales estaban compuestas por partículas con tamaño de partícula distribuidos en un amplio rango -- que iba desde mayores de 190 micras hasta menores de 43 micras, lo cual impidió visualizar claramente el grado de separación debido a diferencias en densidad intrínseca de las partículas, -- sin embargo permitió la obtención de ciertas conclusiones como se verá más adelante.

El otro tipo de muestra con la que se trabajó fue la fracción constituida por las partículas que se separaban entre las mallas No. 80 y No. 100, con un rango de tamaño de partícula estrecho, comprendido entre 150 y 190 micras.

Los resultados de la operación con tales muestras nos indican que:

1.- En la operación con la mezcla A, la separación por --



elutriación, hasta el mayor de los gastos a los que se trabajó, se efectúa únicamente, en cantidades apreciables, con las partículas de tamaño menor de 100 micras, aún cuando se detectaron -- tamaños mayores, pero en baja proporción, como se observa en -- las tablas 4.3 a 4.5 y en las figs. 4.1.

2.- Analizando las figuras 4.1 se puede observar que la variación en la distribución de tamaños de partícula debida a -- la abrasión durante las corridas experimentales fue depreciable ya que como puede observarse en la tabla 4.5, las cantidades de cada tamaño de partícula se mantuvieron constantes, lo que se -- puede comprobar si se suman los porcentajes de cada tamaño rela -- tivos al total original, contenidos en las diferentes cortes.

3.- En las tablas 4.3 a 4.5 se observa que partículas con tamaños en el mismo rango aparecen en diferentes cortes obteni-- dos a diferentes gastos de aire, lo cual indica que al trabajar-- con muestras compuestas por fracciones de diferentes tamaños de -- partícula, la separación se da tanto por tamaños de partícula -- como por densidad intrínseca de las partículas, y por esto el -- resultado del análisis químico por fuorescencia de rayos X, de -- los cortes obtenidos de la operación con la muestra original no -- muestra diferencias marcadas en cuanto al contenido de  $\text{SiO}_2$ , --  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , como se puede observar en la tabla 4.7, sin em-- bargo sí existe diferencia en la composición, aunque como ya se -- dijo esta no es muy marcada.

4.- En base a lo anterior fue que se decidió hacer prue-



bas de elutriación utilizando una fracción con un rango de tamaños de partícula estrecho, para eliminar el factor tamaño de partícula para la separación y de esta forma poder observar únicamente el grado de separación, en cuanto a composición química, debido a la diferencia de densidades de las partículas. Del análisis químico de los cortes obtenidos durante esta operación y del residuo no arrastrado, mostrado en la tabla 4.8 y las figuras 4.2, se observa que existe una diferencia apreciable en la composición química de dichos cortes y además se observó una tendencia en cuanto que a menor contenido de  $\text{SiO}_2$  y mayor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en las partículas, menor es la densidad y por lo tanto se pueden separar estas partículas a una menor velocidad superficial del aire.

Observando el contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  para los diferentes cortes, aparentemente existe una correlación entre la densidad de la partícula y el contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , es decir, que a menor densidad existe un menor contenido de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , sin embargo el residuo que supuestamente debería contener mayor cantidad de óxido férrico por estar constituido por las partículas de mayor densidad, mostró en los análisis el menor contenido en comparación con las demás fracciones analizadas, lo cual no puede ser explicado en base a la experimentación hecha.

## 5.2) CONCLUSIONES.

A pesar de las limitaciones del sistema experimental utilizado, como se señaló en el capítulo III, puede concluirse que-

es factible la utilización de la operación de elutiración, como proceso para el tratamiento de caolines naturales, con el fin de enriquecerlos en su contenido de  $Al_2O_3$  y así aumentar su calidad para un uso determinado.

Tomando en cuenta que el uso que se les da a los caolines con los que se trabajó (yacimientos de Huayacocotla, Ver.), es básicamente en la industria del cemento, puede pensarse en un tratamiento a nivel industrial para mejorar su calidad y darles uso donde su valor sea más alto (pintura, papel, etc.)

### 5.3) RECOMENDACIONES.

1.- Dado que uno de los problemas que se encontraron a lo largo de este estudio, fue que en la operación de molienda aproximadamente el 50% de las partículas resultaron demasiado grandes para su manejo en el sistema de elutiración ( $> 190 \mu$ ), es conveniente el realizar estudios con muestras obtenidas de una molienda más fina y así acercarse más a las especificaciones comerciales de los caolines; también se recomienda el uso de un molino que dé un rango de tamaños de partícula más estrecho.

2.- Realizar estudios de tratamiento de estos mismos caolines por vía húmeda (sedimentación) y así poder establecer una comparación de la eficiencia de los dos métodos para un posible estudio posterior de su utilización a gran escala.

3.- En base a un estudio de mercado, se recomienda evaluar a nivel de anteproyecto la viabilidad de una instalación comercial utilizando el tratamiento descrito en este trabajo.

Como posibles alternativas de diagrama de flujo se proponen los mostrados en las figuras 5.1.

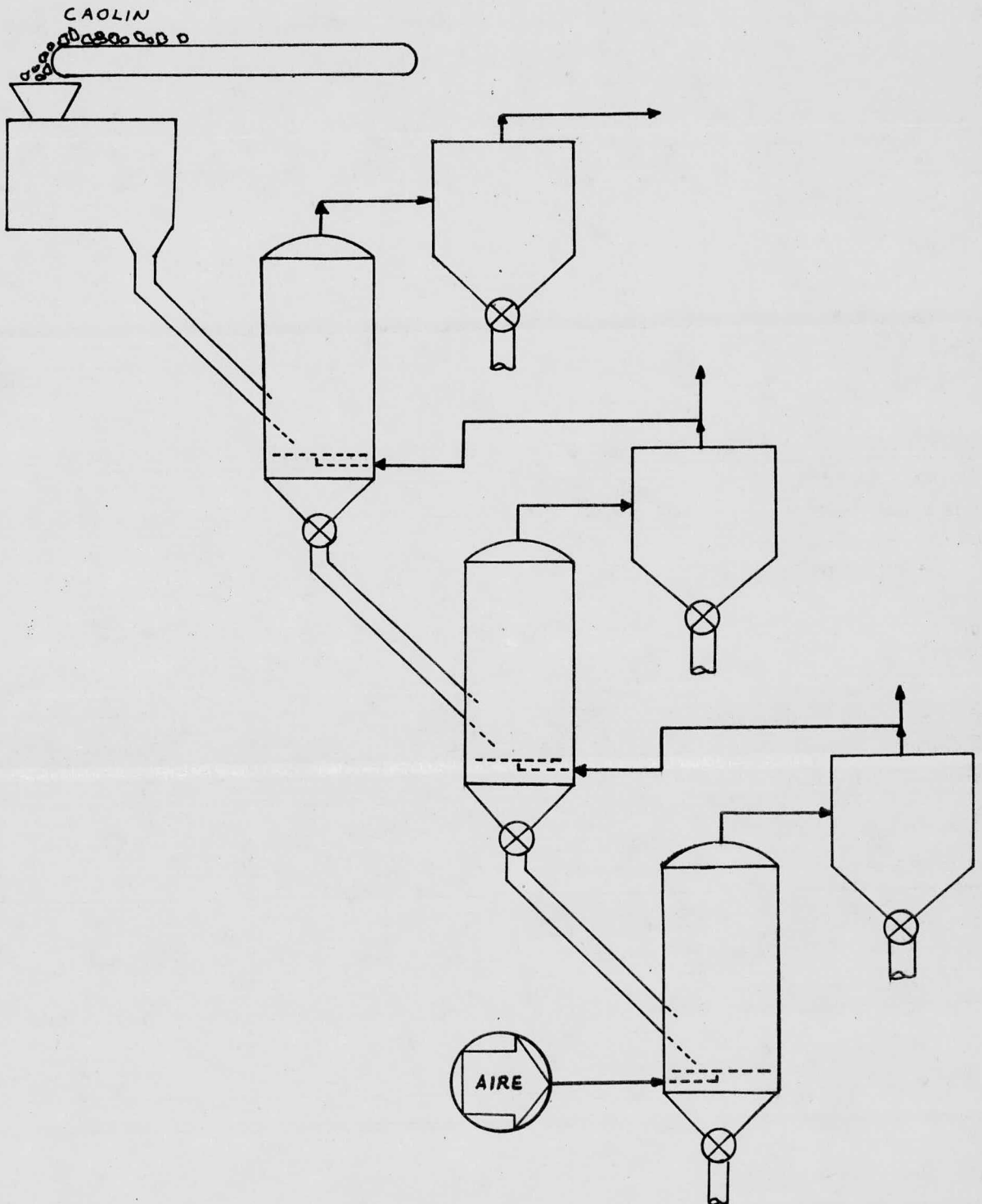


Fig. 5.1.a. Diagrama de flujo para clasificacación de caolín, lechos en cascada, diferentes gastos de aire.

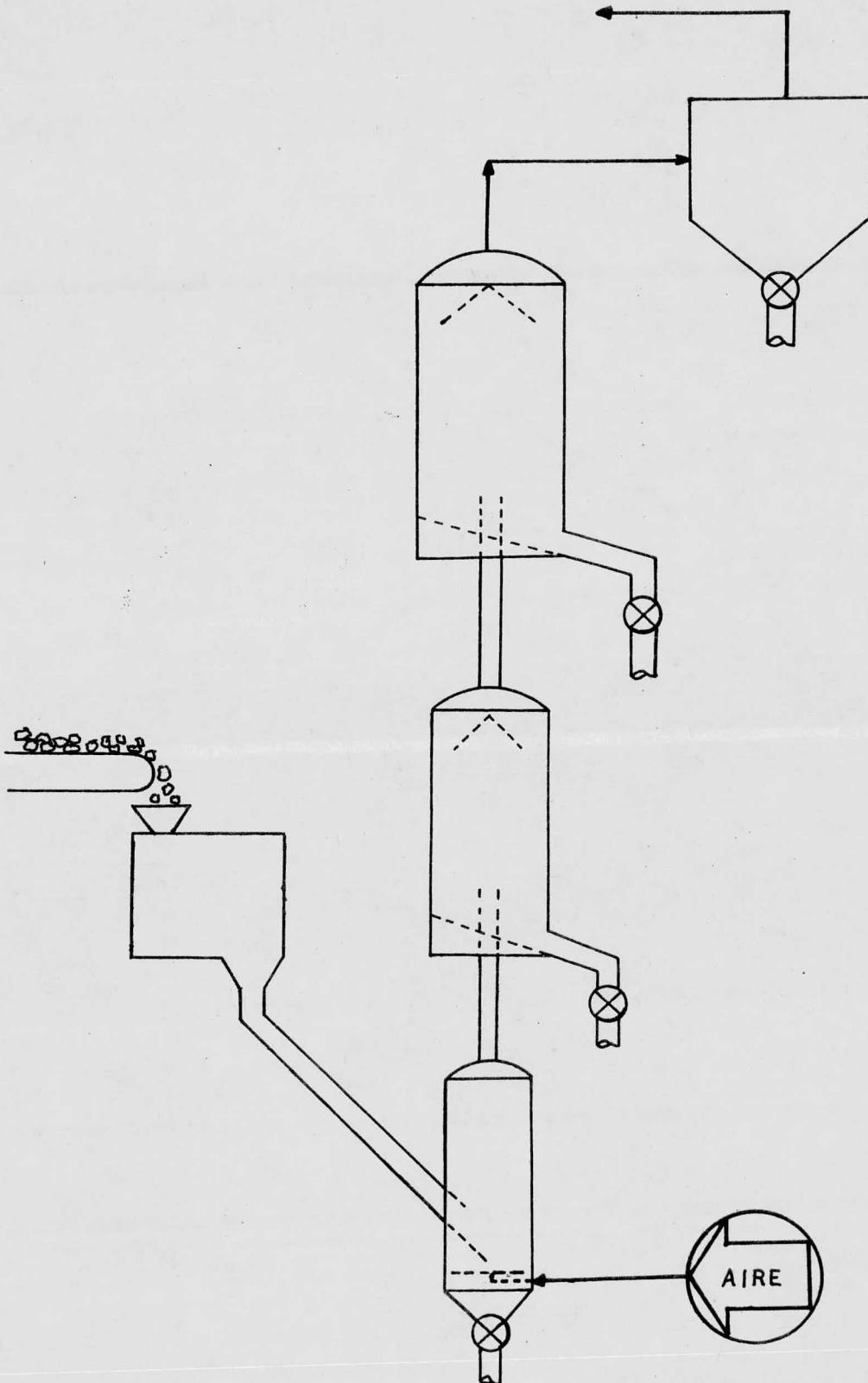


Fig. 5.1.b. Diagrama de flujo para clasificación de caolín, lechos en serie, diferente velocidad superficial de aire.

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- F. A. Zenz & D. F. Othmer, Fluidization and Fluid-Particle Systems, Reinhold Publishing Corp., New York, 1960.
- 2.- C. Y. Wen & Y. H. Yu, A. I. Ch. E. Journal, 12, 610 (1966)
- 3.- Dalla Valle, Heating Piping Air Conditioning, 4, 639-641 (1932)
- 4.- Wen & Simons, A. I. Ch. E. Journal, 5, 263-267, (1959)
- 5.- Osberg & Charlesworth, Chemical Engineering Progress, 47, - 566, (1951)
- 6.- Leva M. & Wen C. Y., Fluidization, Cap. 14 (Elutriation), - Academic Press Co., London New York, (1971)
- 7.- Harrison D., Davidson J. F. & de Kock J. W., Trans. Inst. - Chem. Eng., 39, 202, (1961)
- 8.- Kato & Wen, Chm. Eng. Sci., 24, 1351, (1969).
- 9.- Talmor E. & Benenati R. F., A. I. Ch. E. Jl., 6, 220, (1963)
- 10.- Levenspiel & Kuni, Fluidization Engineering, cap. 3, pp. - 64-100, John Willey & Cons Inc., 1969
- 11.- Perry R. H. & Chilton C. H. Chemical Engineer's Handbook, Fifth Ed. pp. 5-45--5-47, Mc. Graw-Hill, Japan, 1973.
- 12.- Flaschka, Barnard & Sturrok, Química Analítica Cuantitativa, Vol. I, C.E.C.S.A., México, 1974.
- 13.- Vogel A. I., Química Analítica Cuantitativa, Vol. I, Ed. Ka pelusz, Argentina, 1960.

## Fe de erratas.

- E<sub>1</sub> .- pag. 11. Dice: p (dp) dp ...  
Debe decir: p(dp)d(dp) ...
- E<sub>2</sub> .- pag. 11. Dice: fracción volumen (o fracción peso)...  
Debe decir: distribución de volumen (o peso)...
- E<sub>3</sub> .- pag. 23. Fig. 2.6 Gráfica para el cálculo de la velocidad terminal.

