

**EVALUACIÓN DEL LAVADO POR FLOTACIÓN DEL CARBÓN DE SAN LUIS A
PARTIR DE MEZCLAS DENSAS TIPO CCTA (CARBÓN-CRUDO-
TENSOACTIVO-AGUA)**

Alexis Javier Lizcano Meza

Maria del Pilar Meza Ríos

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

BUCARAMANGA

2006

**EVALUACIÓN DEL LAVADO POR FLOTACIÓN DEL CARBÓN DE SAN LUIS A
PARTIR DE MEZCLAS DENSAS TIPO CCTA (CARBÓN-CRUDO-
TENSOACTIVO-AGUA)**

**TRABAJO DE GRADO
PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIEROS QUIMICOS**

Alexis Javier Lizcano Meza

Maria del Pilar Meza Ríos

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS

ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

BUCARAMANGA

2006

TABLA DE CONTENIDO

| | Pág. |
|--|-------------|
| 1. INTRODUCCION | 1 |
| 2. CONCEPTOS TEORICOS | 3 |
| 2.1 FLOTACIÓN | 3 |
| 2.1.1 REACTIVOS DE FLOTACIÓN | 4 |
| 2.1.1.1 Promotores o colectores | 4 |
| 2.1.1.2 Modificadores | 4 |
| 2.1.1.3 Espumantes | 5 |
| 2.1.2 OPERACIÓN DE FLOTACIÓN | 5 |
| 2.1.3 FUNCIONES DE LA MAQUINA DE FLOTACIÓN | 6 |
| 2.1.3.1 TIPOS DE CELDAS DE FLOTACIÓN | 6 |
| 2.1.4 Velocidad de Ascensión | 7 |
| 2.1.5 FISICOQUIMICA DE LA FLOTACIÓN | 7 |
| 2.1.5.1 Termodinámica del mojado | 7 |
| 2.1.5.2 Fenómenos fisicoquímicos | 9 |
| 2.2 CCTA | 10 |
| 3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL | 11 |
| 3.1 REVISIÓN BIBLIOGRAFICA | 12 |
| 3.2 DESCRIPCIÓN DEL DISEÑO FACTORIAL | 12 |
| 3.3 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN | 14 |
| 3.3.1 Humedad | 14 |
| 3.3.2 Cenizas | 14 |
| 3.3.3 Materia Volátil | 14 |
| 3.3.4 Análisis de poder calorífico | 15 |
| 3.4 SISTEMA PROPUESTO PARA EL LAVADO DE LA CCTA | 15 |
| 3.4.1 Celda de flotación | 16 |
| 3.4.2 Agitador mecánico | 17 |

| | | |
|----------------|---|-----------|
| 3.4.3 | Rotámetro | 17 |
| 3.4.4 | Dispensor de aire | 17 |
| 3.5 | PROCESO DE LAVADO | 18 |
| 3.5.1 | Preparación de la CCTA | 18 |
| 3.5.2 | Dilución de la CCTA | 19 |
| 3.5.3 | Ajuste del pH | 20 |
| 3.5.4 | Acondicionamiento del silicato de sodio | 20 |
| 3.5.5 | Inicio del lavado | 20 |
| 3.5.5.1 | Blancos | 21 |
| 3.6 | TRATAMIENTO DEL CONCENTRADO | 21 |
| 4. | ANÁLISIS Y RESULTADOS | 24 |
| 4.1 | Resultados de las pruebas con CCTA | 24 |
| 4.1.1 | Efecto de la concentración de carbón | 26 |
| 4.1.2 | Efecto del diámetro de partícula | 26 |
| 4.1.3 | Efecto de la concentración de tensoactivo | 26 |
| 4.1.4 | Efecto de las concentraciones de carbón y tensoactivo | 26 |
| 4.1.5 | Efecto concentración de carbón-tamaño de partícula | 27 |
| 4.2 | Resultados de los blancos | 27 |
| 4.3 | Poder calorífico y porcentaje de azufre al carbón lavado | 28 |
| 5. | CONCLUSIONES | 30 |
| 6. | RECOMENDACIONES | 31 |
| 7. | BIBLIOGRAFIA | 32 |
| 8. | ANEXOS | 34 |

LISTA DE FIGURAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Figura 1. Adsorción de un colector sobre el mineral | 3 |
| Figura 2. Corrientes del proceso de flotación | 6 |
| Figura 3. Mojabilidad y ángulo de contacto | 8 |
| Figura 4. Diferentes casos de mojabilidad | 8 |
| Figura 5a. Adsorción del colector en la interfase partícula -agua | 9 |
| Figura 5b. Acción del espumante | 9 |
| Figura 6. Microestructura de la CCTA | 10 |
| Figura 7. Diagrama de bloques de la metodología experimental aplicada | 11 |
| Figura 8a. Representación gráfica del sistema de lavado | 16 |
| Figura 8b. Imagen real del sistema de lavado | 16 |
| Figura 9. Celda de flotación | 17 |
| Figura 10. Fotografía del dispersor de aire | 17 |
| Figura 11. Etapas en el lavado de la CCTA | 18 |
| Figura 12. CCTA diluida agitada | 20 |
| Figura 13. Lavado de la CCTA | 21 |
| Figura 14. Lavado de un blanco | 21 |
| Figura 15. Diagrama del tratamiento del concentrado | 22 |
| Figura 16. Gráfica de residuales para la recuperación y la remoción en el caso CCTA | 25 |
| Figura 17. Recuperación: CCTA vs. CTA | 28 |
| Figura 18. Remoción: CCTA vs. CTA | 28 |
| Figura 19. Poder calorífico y % azufre del carbón lavado | 29 |

LISTA DE TABLAS

| | Pág. |
|--|-------------|
| Tabla 1. Niveles de las variables del diseño experimental | 12 |
| Tabla 2. Características del carbón de San Luis | 15 |
| Tabla 3. CCTA al 15% de carbón | 19 |
| Tabla 4. CCTA al 25% de carbón | 19 |
| Tabla 5. Matriz del diseño factorial de la CCTA | 24 |
| Tabla 6. Efectos de los factores | 24 |
| Tabla 7. Resultados de los blancos | 27 |

LISTA DE ANEXOS

| | Pág |
|--|------------|
| Anexo A. Distribuciones de partícula de las fracciones de carbón de San Luis | 35 |
| Anexo B. Curva de mezclado crudo Castilla-crudo Zuria | 39 |
| Anexo C. Curva de calibración del agitador | 40 |
| Anexo D. Curva de calibración del rotámetro | 41 |
| Anexo E. Resultados de las pruebas de poder calorífico y porcentaje de azufre realizadas al carbón de San Luis | 42 |
| Anexo F. Resultados de las pruebas de poder calorífico y porcentaje de azufre realizadas al carbón de San Luis después del lavado | 43 |
| Anexo G. Reporte del análisis de varianza por NCSS | 44 |

TITULO: EVALUACIÓN DEL LAVADO POR FLOTACIÓN DE CARBÓN DE SAN LUÍS A PARTIR DE MEZCLAS DENSAS TIPO CCTA (CARBÓN -CRUDO- TENSOACTIVO - AGUA) *

AUTORES: ALEXIS JAVIER LIZCANO MEZA, MARIA DEL PILAR MEZA RIOS **

PALABRAS CLAVE: Flotación, Carbón, CCTA, diseño factorial, cenizas

CONTENIDO

La CCTA es un combustible líquido no convencional que posee varias ventajas como el manejo de carbón en forma líquida, más económico que el carbón, posee un mayor poder calorífico y es de fácil utilización en quemadores y calderas. Sin embargo debido al contenido de cenizas del carbón, durante su combustión se emite a la atmósfera material particulado, limitando el uso de la CCTA.

En el presente trabajo se estudiaron los efectos de la concentración de tensoactivo, la concentración de carbón y el diámetro de partícula, sobre el lavado de carbón a partir de mezclas tipo CCTA, utilizando un diseño factorial de experimentos 2^3 . Los modelos de regresión del diseño factorial permitieron establecer los efectos de las variables estudiadas sobre la recuperación de combustible y la remoción de cenizas. Se usó como método de lavado la flotación con espuma. Los reactivos empleados para la flotación de carbón fueron: Silicato de sodio (dispersante), crudo (colector) y Emulgrosson®, que actuó como tensoactivo.

Los resultados mostraron, que el diámetro de partícula y la concentración de tensoactivo dentro de los valores manejados en el estudio tienen efectos positivos sobre la recuperación, entre tanto la concentración de carbón tiene un efecto contrario. La presencia de crudo en la mezcla CCTA produce un aumento en la remoción de cenizas, por que genera un recubrimiento hidrofóbico sobre la superficie del carbón permitiendo su separación de las cenizas.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: M Sc. Jorge Luis Grosso Vargas.

TITLE: A EVALUATION OF THE WASHING BY FLOTATION OF THE COAL FROM SAN LUÍS USING COAL DENSE MIXTURES TYPE CCTA *

AUTORS: ALEXIS JAVIER LIZCANO MEZA, MARIA DEL PILAR MEZA RIOS **

KEYWORDS: Flotation, Coal, CCTA, Experiments design, Ashes

CONTENT:

The CCTA is not a conventional liquid fuel which have several advantages as the handling of coal in form liquid, more economic than coal, this have a bigger calorific value and it is easy to use into burners and boilers. However due to the content of ashes of the coal, during their combustion it is emitted to the atmosphere particles, limiting the use of the CCTA.

In the Present work the effects of the surfactant concentration, coal concentration and the particle diameter were studied, above the coal washing this start from mixtures type CCTA, using a 2^3 experiments factorial design. The regression models of the factorial design allowed establishing the effects of the studied variables on the recovery of fuel and the ashes removal. It was used as washing method the froth flotation. The reagents employees for the flotation of coal were: Sodium Silicate (dispersant), crude oil (collector) and Emulgrosson® that acted as surfactant.

The results showed that the particle diameter and the surfactant concentration inside the managed ranges in the study have positive effects on the recovery, on the other hand the coal concentration has a adverse effect. The presence of crude oil in the mixture CCTA produces an increase in the removal of ashes due to generate a hydrophobic layer on the surface of the coal allowing its separation of the ashes.

* Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: M Sc. Jorge Luis Grosso Vargas.

1. INTRODUCCION

Las minas de carbón de San Luís, ubicadas en el municipio del Carmen Chucurí, han retomado importancia debido a las propiedades térmicas de los carbones que allí se encuentran, ya que estudios realizados por INGEOMINAS ^[1], mostraron que el carbón de esta zona posee un elevado poder calorífico pero con un nivel considerable de cenizas. Estas circunstancias unidas al hecho que en los últimos años no se han encontrado reservas de petróleo que puedan garantizar la autosuficiencia energética en el país, ha generado grandes expectativas entorno al carbón y en ese orden de ideas al uso de combustibles fósiles no convencionales como la CCTA(carbón, crudo, tensoactivo, agua), y CTA(carbón, tensoactivo, agua), como una alternativa energética para el país; generando un valor agregado y no la simple exportación del carbón.

La CCTA como combustible líquido no convencional ofrece múltiples ventajas como, el manejo de carbón en forma líquida, más económico que el carbón, posee un mayor poder calorífico y es de fácil utilización en quemadores y calderas. Sin embargo debido al contenido de cenizas del carbón, durante su combustión se emite a la atmósfera material particulado, generando una limitante al uso de la CCTA.

Los motivos que conducen al desarrollo de este proyecto están ligados a la problemática técnica y ambiental generada por el contenido de cenizas del carbón. Por esto el objetivo de este trabajo se ha centrado en la implementación de un sistema de lavado de carbón a partir de mezclas tipo CCTA a nivel piloto, puesto que la tecnología existente ejecuta esta labor a partir de carbón pulverizado

húmedo o seco, por lo tanto se adaptó las tecnologías ya conocidas para lavar el carbón presente en la CCTA partiendo de un diseño factorial de experimentos 2^3 que estudió los efectos causados por el porcentaje de carbón, concentración del tensoactivo y el tamaño de partícula del carbón en el proceso.

El lavado de este tipo de mezclas es un proceso relativamente económico por que no se incurre en gastos excesivos en reactivos para la flotación, que son los que mayor repercusión tienen sobre el costo total de este procedimiento. En la composición de la CCTA forman parte dos clases de reactivos de suma importancia en este proceso como son, el tensoactivo que para efectos del lavado se podría usar como espumante e igualmente contiene petróleo que cumpliría también con la función de colector de la flotación.

El presente estudio se encuentra articulado al proyecto de investigación “selección de carbones para la aplicación del combustible tipo CCTA en hornos de cerámica dentro de esquemas de producción limpia y uso racional de energía” que integra a los departamentos de Boyacá, Norte de Santander y Santander.

El libro se encuentra organizado en siete capítulos, que contienen: los aspectos y fundamentos teóricos recopilados en la revisión bibliográfica realizada sobre el tema investigado para darle un soporte científico al estudio desarrollado; un resumen del procedimiento experimental aplicado para cumplir con los objetivos propuestos detallándose el montaje realizado para el lavado; en los capítulos finales se enuncian los resultados obtenidos durante el proceso con un posterior análisis de los mismos, las conclusiones derivadas de los resultados obtenidos durante el estudio, también se formulan algunas recomendaciones y sugerencias que pueden ser de gran utilidad en el desarrollo de futuros avances y progresos en la investigación, finalmente se muestran las fuentes bibliográficas consultadas que le dan soporte al estudio efectuado.

2. CONCEPTOS TEORICOS

2.1 FLOTACIÓN

El proceso de flotación es uno de los métodos más utilizados en la separación de partículas minerales en medio acuoso. Esta técnica se basa en las diferencias entre las propiedades superficiales de hidrofobicidad de los minerales involucrados; por lo tanto, en la flotación las propiedades de la interfase sólido/líquido constituyen el parámetro más importante. [2].

El proceso de flotación opera mediante la preparación de una suspensión de partículas de mineral finamente divididas inferiores a 150 μm . Por lo general se realiza en una cámara abierta (celda) en la parte superior y provista de agitación mecánica; posteriormente se dispersan burbujas finas de aire a través de la suspensión agitada, a la que se le ha agregado previamente un espumante (surfactante) para formar espuma que arrastra consigo hasta la superficie, las partículas minerales limpias de ganga o ceniza (en el caso del carbón). Las partículas que se humectan fácilmente con agua (hidrofilicas) tienden a permanecer en la suspensión, y las que no lo hacen (hidrofóbicas) tienden a recolectarse en la interfase burbuja-agua (ver figura 1) y son elevadas a la superficie [12].

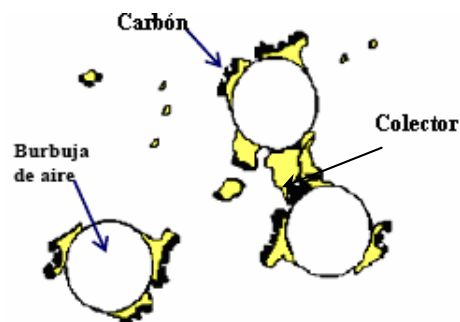


Figura 1. Adsorción de un colector sobre carbón

2.1.1 REACTIVOS DE FLOTACIÓN

Para hacer posible la flotación es necesario agregar a la suspensión acuosa del mineral pequeñas cantidades de reactivos, que tienen como fin mejorar las condiciones de la interfase mineral-agua (eliminación de iones, ajuste de pH, humectabilidad, etc.). Los reactivos de flotación se dividen de acuerdo con su función en los siguientes tipos^[12]:

2.1.1.1 Promotores o colectores: estos reactivos proporcionan a los minerales que van a flotar un recubrimiento repelente al agua que les confiere hidrofobicidad y adherencia al aire de modo que pueden unirse a las burbujas y ascender con ellas a la superficie de la celda de flotación. Estos reactivos son en general compuestos orgánicos hidrosolubles cuya molécula es heteropolar. La parte apolar de la molécula al adsorberse sobre la superficie del mineral, crea un revestimiento repelente al agua, creando las condiciones favorables para la unión con las burbujas de aire^[4].

El combustóleo, crudo y el queroseno se emplean como colectores para carbón, grafito, azufre y molibdenita, puesto que los adsorben con facilidad estos materiales naturalmente hidrofóbicos.

2.1.1.2 Modificadores: la función específica de estos reactivos es, modificar la naturaleza de la superficie de los minerales y con ello su afinidad para la adsorción del colector, estos reactivos se clasifican de la siguiente forma:

Activadores: se utilizan para lograr que la superficie de un mineral se preste al recubrimiento con el colector, para la flotación del carbón este reactivo no es necesario debido a la naturaleza hidrofóbica del mismo.

Reguladores de pH: son sustancias de naturaleza ácida o básica que se utilizan

para regular el pH dentro de un rango específico de acuerdo a las condiciones dadas para la flotación. En el caso del carbón se ha encontrado que se logra una buena separación en un rango de pH entre 7 y 8 ^[7,11].

Depresores: Ayudan a la selectividad o impiden la flotación de los materiales no deseados. Los habituales son los cianuros de sodio o calcio y el silicato de sodio.

Dispersantes: Dispersan lodos que a veces obstaculizan la selectividad y aumentan el consumo de reactivos. Por ejemplo como dispersantes se utilizan, cal, silicato de sodio y sulfonatos de lignina. Las cantidades de dispersante que se utiliza son del orden de 0.01-1 g/Kg. según sea el problema metalúrgico.

2.1.13 Espumantes: controlan la tensión interfacial solución acuosa/aire, evitando la coalescencia de las burbujas de aire cuando llegan a la superficie manteniendo una espuma persistente que luego permite la separación del mineral flotado. Deben ser sustancia que al concentrarse en las interfases aire-agua reduzcan la tensión superficial del agua ^[3].

2.1.2 OPERACIÓN DE FLOTACIÓN

En toda operación típica de flotación de minerales intervienen tres corrientes en el proceso, estas corrientes són:

- *Pulpa de alimento:* corresponde a la corriente de entrada del proceso. El mineral es alimentado en forma de suspensión acuosa a la maquina de flotación, a una concentración que depende de la especie mineral ^[12].
- *Concentrado:* contiene el mineral limpio de ganga o ceniza (caso carbón) que es arrastrado por la espuma hacia el exterior de la celda de flotación.
- *Colas:* es el producto de fondo del proceso. Está contenido en su mayor parte de ganga o ceniza (según el mineral) que ha sido retirada del mineral en el proceso de lavado.

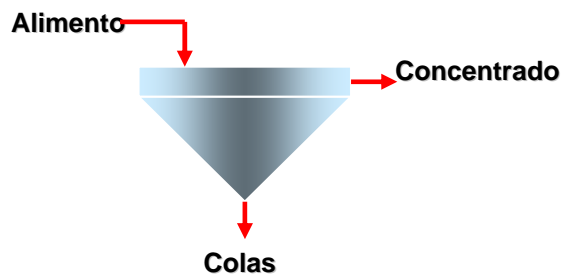


Figura 2. Corrientes del proceso de flotación

3.1.3 FUNCIONES DE LA MAQUINA DE FLOTACIÓN

Las máquinas de flotación poseen una amplia variedad de funciones y deben cumplirse tanto en cada celda como a través del banco de celdas. Algunas de las funciones más importantes son:

- Mantener todas las partículas aún las más gruesas o las más densas, en suspensión dentro de la pulpa.
- Aireación. Implica diseminación de burbujas finas de aire a través de la celda.
- Debe promover las colisiones partícula-burbuja y dar así la oportunidad para la adhesión selectiva y transporte del mineral deseado a la columna de espuma.
- Debe estar provista de un transporte eficiente de la alimentación de pulpa a la celda, y salida del concentrado desde el circuito.

2.1.3.1 TIPOS DE CELDAS DE FLOTACIÓN

Una forma típica de clasificar las celdas de flotación está basada en la manera como se introduce el aire a la celda. Según esto las celdas se pueden clasificar:

1. **Máquinas de subaireación:** disponen de un impeler para mantener la pulpa en dispersión y una entrada de aire en la parte superior del impeler, el cual induce el aire de la atmósfera por agitación. Es el método más usado. A este tipo pertenecen las máquinas Fagergren,

Agitair y Denver.

2. **Máquinas neumáticas:** considera el ingreso de aire bajo presión desde el fondo de la celda mediante tubos o sistemas porosos. La más conocida es la columna de flotación.
3. **Máquinas al vacío:** la pulpa saturada con aire a presión atmosférica es sometida a vacío para inducir la formación de las burbujas.

2.1.4 VELOCIDAD ASCENSIONAL

Durante el inicio de la flotación el conjunto partícula–burbuja de gas adquiere rápidamente una velocidad ascensional cuyo valor permanece constante, se trata de la velocidad límite de ascensión, que se calcula, al igual que las partículas sometidas a sedimentación por la ecuación de Stokes:

$$V = \frac{(\rho_e - \rho_s)g * d^2}{18\mu} \quad (1)$$

La velocidad ascensional constituye en ultimas, la velocidad adquirida por el conjunto partícula–burbuja que garantiza su ascenso hacia la superficie de la celda de flotación. Su magnitud debe ser superior a la velocidad de sedimentación de las partículas envueltas en el proceso.

2.1.2 FISICOQUIMICA DE LA FLOTACIÓN

La flotación es un proceso fisicoquímico que se relaciona con la interacción de tres fases: sólido, agua y aire. Al dispersar la fase sólida (mineral) en la líquida (agua) se obtienen dispersiones.

2.1.2.1 Termodinámica del mojado

En el caso de un sistema que contiene tres fases distintas se deben considerar las interacciones binarias. Con tal fin se usan las energías interfaciales por unidad de área (o tensión superficial), para comparar las fuerza relativas de adhesión. Según se favorezca o no la adhesión de una de las fases sobre las otras se dice que hay

una mayor o menor mojabilidad [3]. La mojabilidad es una propiedad que define la afinidad entre un líquido sobre un sólido, y el ángulo de contacto es la manifestación de esta afinidad. La Figura 3, muestra una situación típica en la cual una gota de un fluido 2 está en contacto con un sólido 3, todo bañado en un fluido 1. En la línea de contacto trifásico existe un equilibrio de fuerzas (por unidad de longitud):

$$\gamma_{12} + \gamma_{13} + \gamma_{23} = 0 \quad (2)$$

Donde γ indica la tensión interfacial o superficial por unidad de área.

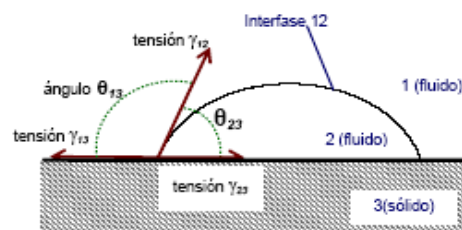


Figura 3. Mojabilidad y ángulo de contacto

En el caso de la Figura 3, el sólido es plano y el equilibrio de fuerzas se representa mediante la siguiente ecuación:

$$\gamma_{13} = \gamma_{23} + \gamma_{12} \cdot \cos \theta_{23} \quad (3)$$

Donde θ_{23} es el ángulo de contacto del fluido 2 con el sólido 3. Si este ángulo es muy pequeño se dice que el fluido 2 moja el sólido 3. Si al contrario este ángulo es superior a 90° , entonces es el fluido 1 el que moja al sólido 3. Estos casos se ilustran en la Figura 4.

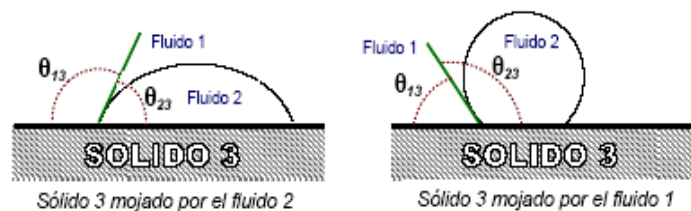


Figura 4. Diferentes casos de mojabilidad

Dependiendo si el fluido 1 o 2 mojan al sólido 3, se favorecerán los fenómenos interfaciales correspondientes a las interfases 1-3 o 2-3. La adición de surfactante puede cambiar una o varias de las tensiones superficiales que actúan en el sistema.

El objetivo fundamental de la flotación es poner en contacto partículas sólidas suspendidas en agua con burbujas de aire y producir su adherencia. La energía libre por unidad de área varía, de la forma:

$$\Delta G = \gamma_{13} - (\gamma_{23} + \gamma_{12}) \quad (4)$$

Si se combinan las ecuaciones (2) y (3), se obtiene:

$$\Delta G = \gamma_{12}(\cos \theta_{23} - 1) \quad (5)$$

Así para cualquier valor finito del ángulo de contacto, la variación en la energía libre resulta negativa, y el enlace burbuja-partícula puede tener lugar. Los sólidos polares tienen una elevada energía superficial y el agua les moja. Por tanto el ángulo de contacto tiende a cero.^[12]

2.1.2.2 Fenómenos fisicoquímicos

Varios fenómenos fisicoquímicos tienen lugar cuando se adicionan reactivos químicos a un sistema aire-agua-sólido. Algunos de los fenómenos que ocurren son: solubilidad y disociación de los reactivos en el agua, cambio en el pH de la solución, cambio de la tensión superficial aire-agua, adsorción de los reactivos sobre las superficies sólidas, enlaces hidrofóbicos y formación de enlaces químicos, en esencia todos estos fenómenos afectan el ángulo de contacto, la flotación de las partículas y su enlace con las burbujas. En la Figura 5 se muestra una representación sencilla de la adsorción de colector sobre la superficie de la partícula, y la acción del espumante sobre la burbuja de aire.

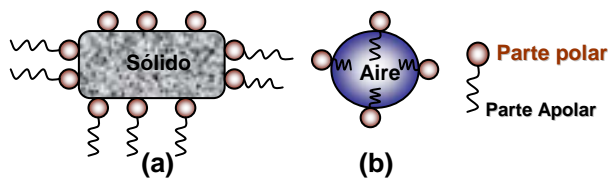


Figura 5. Esquemas de (a) Adsorción del colector en la interfase partícula agua, y (b) Acción del espumante.

La comprensión adecuada del papel que juegan los reactivos y su correcta elección para crear las condiciones adecuadas determina el éxito de la operación de flotación.

2.2 CCTA

La CCTA es una mezcla triple compuesta por *CARBÓN, CRUDO/COMBUSTOLEO, AGUA Y TENSOACTIVO*. A continuación se hace un breve resumen sobre las generalidades de la CCTA ^[15]:

- Esta formada en un 70% por material combustible (Carbón-Crudo/combustóleo) y el 30% restante lo compone el agua.
- El carbón se encuentra disperso en una fase continua constituida por una dispersión de gotas de combustóleo o crudo de tamaño microscópico en una fase acuosa del aditivo emulsificante (tensoactivo). (ver estructura en Figura 5).
- Es un sistema emulsionado en el cual se integran las propiedades energéticas tanto del carbón como del combustible líquido empleado, en una matriz de agua; sus características fisicoquímicas y de combustión se ven reflejadas en bajas viscosidades (que oscilan entre 80 y 250 cp), facilidad de manejo, transporte por tuberías, y mayor poder calorífico que el carbón, lo hace atractivo para ser utilizado en hornos y calderas como alternativa al fuel-oil o el carbón pulverizado.
- Es mas económico que el carbón, permite el manejo del carbón en forma líquida, produce menores emisiones contaminantes además reduce la frecuencia de mantenimiento de quemadores y filtros.

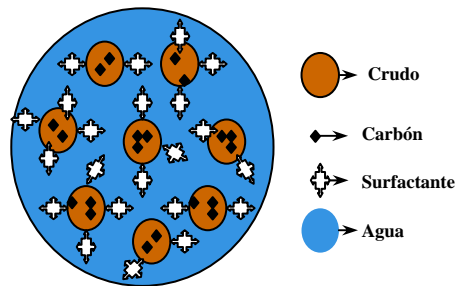


Figura 6. Microestructura de la CCTA

La implementación de estas nuevas tecnologías de combustibles alternativos a partir del carbón a nivel industrial contribuirá a un uso racional de las fuentes energéticas del mundo.

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

El siguiente diagrama de bloques recoge el procedimiento seguido para llevar a cabo la investigación dada y cumplir con los objetivos de la investigación:

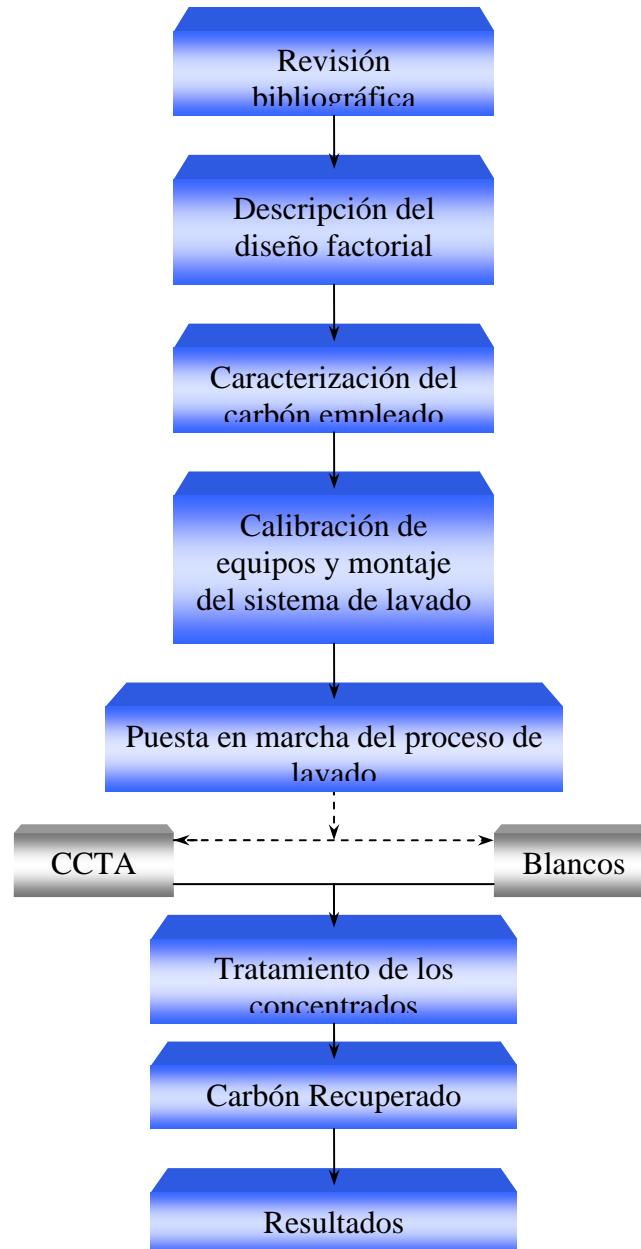


Figura 7. Diagrama de bloques de la metodología experimental aplicada

3.1 REVISIÓN BIBLIOGRAFICA

La revisión bibliografica fue la primera etapa del proceso investigativo e implicó la consulta de material científico reciente como artículos de revistas, textos, páginas de Internet, para darle credibilidad a los resultados obtenidos en el estudio realizado.

3.2 DESCRIPCIÓN DEL DISEÑO FACTORIAL

La operación de flotación de minerales como tal, permite someter a estudio una gran cantidad de variables por que se ve afectada por muchos factores tales como: el tiempo de burbujeo, diámetro promedio de partícula, concentración del slurry, concentraciones de los reactivos de la flotación, ph, etc. Pero como el objetivo en este trabajo no es abordar todos los efectos causados por los factores anteriormente descritos, solo se limitará a estudiar tres de ellos que son: porcentaje de carbón (en la CCTA), diámetro promedio de partícula y concentración de espumante, que de acuerdo a las fuentes científicas consultadas son las que mas incidencia tienen en el proceso de flotación del carbón y en particular de la CCTA, no obstante se mantendrán algunas de ellas constantes dentro de las mejores condiciones reportadas en la bibliografía [5,7,10,14].

Para llevar a cabo el estudio se decidió realizar un diseño factorial 2^3 , en el que las variables (ya citadas anteriormente) se colocaron a prueba entre dos niveles, como se observa en la tabla 1. El nivel máximo fue designado como '+' y el mínimo como '-'. El nivel básico corresponde al nivel intermedio, que se empleará para calcular el error experimental [10].

Tabla 1. Niveles de las variables del diseño experimental

| Variables | Nivel (-) | Nivel básico (0) | Nivel (+) |
|--|------------------|-------------------------|------------------|
| % Carbón en la CCTA | 15 | 20 | 25 |
| Diámetro de partícula | 12 μm | 16 μm | 20 μm |
| Concentración de Tensoactivo en CCTA (ppm) | 8000 | 10000 | 12000 |

Los niveles escogidos para el porcentaje de carbón en la CCTA, corresponden a valores dentro de los cuales la mezcla es estable ^[13].

El espumante que se utilizó para el proceso de lavado fue EMULGROSSON[®] que a su vez es el mismo tensoactivo utilizado en la preparación de la CCTA, o sea en otras palabras no se generaron gastos adicionales en este reactivo; como también vale mencionar que el crudo que conforma la CCTA actúa como colector en el proceso de lavado lo que implica un ahorro adicional.

Dentro del proceso de lavado se mantuvieron constantes las siguientes variables:

- pH, que se mantuvo entre 7 y 8
- Velocidad de agitación, en 300 rpm.
- Velocidad de aireación, a una tasa de 4.2 L/min.
- Concentración de Silicato de sodio (dispersor/ depresor), 0.2 g/Kg de carbón.

Las variables de respuesta del estudio fueron las siguientes:

- ❖ **Recuperación de combustible sólido**, que proporciona una idea de que tan efectivo ha sido el proceso de flotación, mostrando la cantidad de carbón (libre de cenizas) que ha sido flotado. Se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ Recuperación} = \frac{\text{carbón libre de cenizas en el concentrado}}{\text{carbón libre de cenizas en el alimento}} * 100 \quad (6)$$

Carbón libre de cenizas en el concentrado = peso del concentrado*(100-A_c)

Carbón libre de cenizas en el alimento = peso del alimento*(100-A_f)

- ❖ **Remoción de cenizas**, que indica la reducción de cenizas en el carbón lavado, se evalúa de la siguiente manera:

$$\% \text{ Remoción} = \frac{A_f - A_c}{A_f} * 100 \quad (7)$$

Donde:

A_c = es el porcentaje de cenizas del carbón lavado.

A_f = es el porcentaje de cenizas del carbón alimentado

3.3 CARACTERIZACIÓN DEL CARBÓN

El carbón empleado en la investigación fue tomado del flanco oriental de las minas de la zona de San Luís ubicada en el municipio del Carmen de Chucuri, departamento de Santander ^[1].

Para caracterizarlo se le practicó un análisis próximo y una prueba de poder calorífico a una muestra representativa del carbón recogido. Las pruebas se repitieron varias veces para obtener resultados más precisos y confiables, siguiendo atentamente las instrucciones reportadas en las normas internacionales ASTM.

3.3.1 Humedad

Este análisis consiste en someter una muestra de carbón (de aproximadamente 1 g.) a calentamiento por una hora, en una estufa a una temperatura comprendida entre 110-120 °C. Para determinarlo se siguió la norma ASTM D3173 ^[16].

3.3.2 Cenizas

En este análisis se toma una muestra de carbón de 1 g. de peso y se deja calentando en una mufla desde temperatura ambiente hasta 750 °C; esta temperatura final debe alcanzarse en dos horas, y posteriormente debe permanecer por espacio de una hora más a temperatura constante, según la norma ASTM D3174 ^[16].

3.3.3 Materia Volátil

La norma por la que se rige la determinación de este parámetro es la ASTM D3175 [16]. El porcentaje de materia volátil se calcula, evaluando primero el porcentaje de pérdidas (que están conformadas por la humedad y los volátiles), al que luego se le sustrae el porcentaje de humedad. Las formulas para determinar estos porcentajes son las siguientes:

$$\% \text{Pérdidas} = \frac{\text{Peso muestra con tapa} - \text{Peso residuo con tapa}}{\text{Peso muestra}} * 100 \quad (8)$$

$$\% \text{ Volátiles} = \% \text{ Pérdidas} - \% \text{ Humedad} \quad (9)$$

3.3.4 Análisis de poder calorífico

Para establecer el poder calorífico del carbón estudiado, se efectuaron dos ensayos en una bomba calorimétrica BICASA estandarizada con ácido benzoico, bajo las condiciones que establece la norma ASTM D3296 [16].

Conforme a los análisis practicados y que fueron descritos anteriormente, el carbón de San Luís presenta las siguientes características:

Tabla 2. Características del carbón de San Luís

| | |
|----------------------------------|------------------|
| Humedad * | 1.006 % |
| Cenizas * | 16.2366 % |
| Volátiles * | 25.6383 % |
| Carbono fijo*₊ | 57.1191 % |
| Poder calorífico | 12387 Btu/lb. |
| % Azufre | 0.7785 % |

* conforman el análisis próximo del carbón

+ calculado: 100 – (Humedad + Cenizas + Volátiles)

3.4. SISTEMA PROPUESTO PARA EL LAVADO DE LA CCTA

Para llevar a cabo el lavado de la CCTA, se utilizó el método de flotación con espuma, para esto es necesario introducir burbujas de aire en la suspensión-emulsión formada de finos de carbón, crudo y tensoactivo, preparado en agua bajo agitación continua que permita el acondicionamiento y la homogenización de la mezcla.

A continuación se presenta el montaje que se realizó para lavar el carbón de la CCTA. Este diseño resultó de una adaptación de una celda de flotación tipo DENVER, a partir de elements disponibles en el laboratorio de procesos de la escuela de Ingeniería Química.

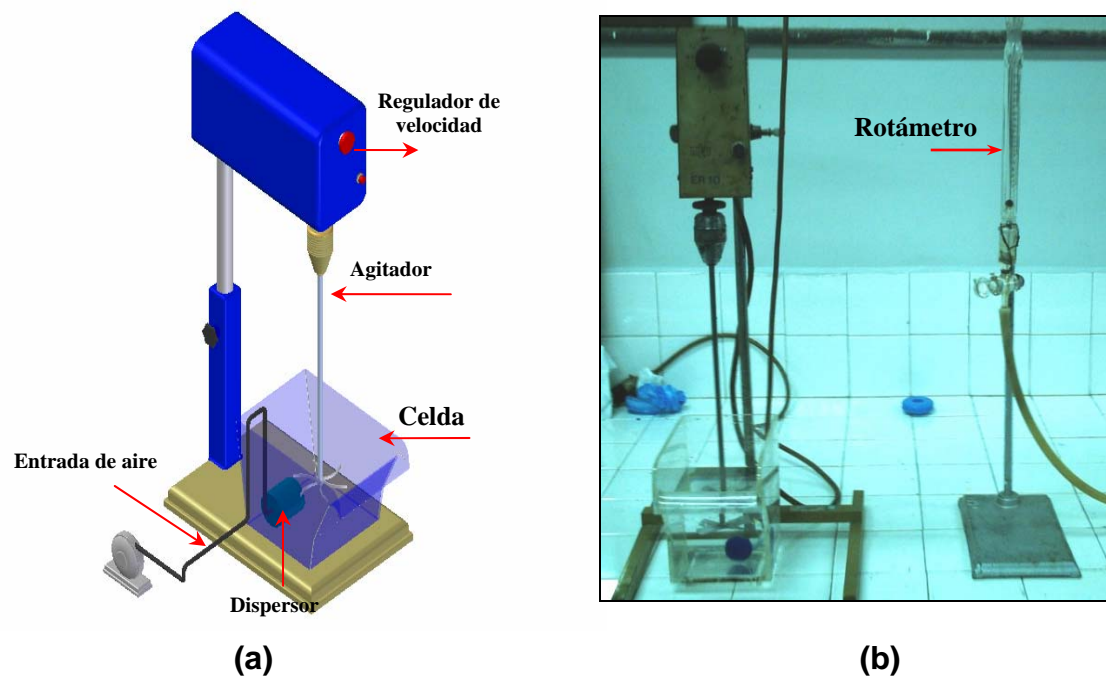


Figura 8:(a) Representación gráfica del sistema de lavado, (b) imagen real

Como se observa en la Figura 8 el sistema de lavado está conformado por: un agitador mecánico con regulador de velocidad, una celda, un dispersor, un rotámetro y una entrada de aire. A continuación se describirán en detalle algunos de estos elementos.

3.4.1 Celda de flotación

La celda de flotación usada, en el proceso está construida en acrílico, posee una capacidad de 1 litro y dispone de un derramadero (ver Figura 9) por donde es evacuado el concentrado de la flotación.



Figura 9. Celda de flotación

3.4.2 Agitador mecánico

El agitador mecánico, posee un regulador de velocidad y un impeler con hélices inclinadas para producir una mejor distribución de la mezcla; ha sido calibrado para poder establecer de acuerdo a la posición del regulador, la velocidad de rotación que entrega el agitador. (Ver curva de calibración en anexos)

3.4.3 Rotámetro

El rotámetro que se empleó posee un límite de medición de flujo de aire de aproximadamente 20 L/min (ver figura 8b). La calibración de este instrumento se realizó, haciendo pasar un flujo de aire de tal forma que la esfera del rotámetro se ubicara dentro de un valor específico de su escala de graduación. Posteriormente se midió el caudal generado para ese determinado flujo de aire.

3.4.4 Dispensador de aire

Es una piedra difusora utilizada para suministrar aire y su función principal es permitir que el aire que se introduzca en el sistema se distribuya uniformemente a lo largo de la celda generando un mayor área de contacto y una mejor adherencia del colector a las partículas de carbón. Fue dispuesto justo por debajo del agitador para mejorar la diseminación de las burbujas dentro de la celda.



Figura 10. Fotografía del dispersor de aire

3.5 PROCESO DE LAVADO

El procedimiento seguido para efectuar el lavado de la CCTA se explicará conforme se esquematiza en la figura 11.

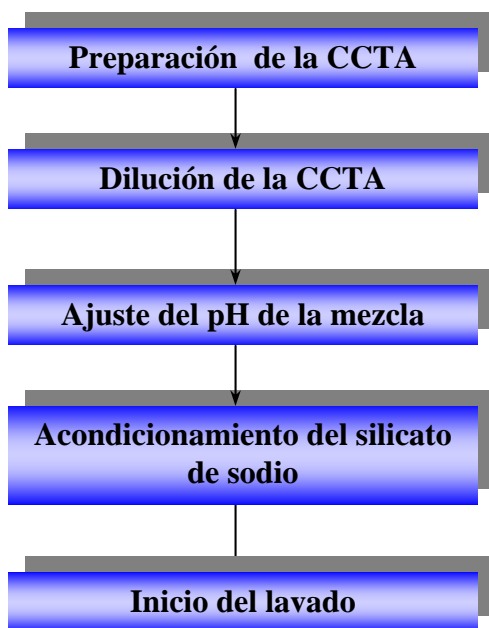


Figura 11. Etapas en el lavado de la CCTA

3.5.1 Preparación de la CCTA

La preparación de esta mezcla, dependió de la formulación correspondiente al diseño factorial propuesto, razón por la que se prepararon dos tipos de mezcla: CCTA al 15% y al 25% de carbón. Para cada prueba de lavado se prepararon 500 g de CCTA; cuyo procedimiento se sintetiza a continuación:

1. Se preparó una suspensión de carbón, que contuviera aproximadamente entre 60 y 70 % del carbón necesario (ver tablas 3 y 4). Posteriormente se agregó la mitad del tensoactivo (del total necesario según el diseño factorial, ver tabla 1), procurando que humedeciera el carbón. Finalmente se agitó la mezcla por 3 minutos hasta que el carbón se incorporara bien a la suspensión.
2. Se formó una emulsión de crudo y agua, al que se le adicionó la otra mitad del tensoactivo para darle estabilidad a la emulsión. Luego fue sometida a agitación durante 5 minutos y en el momento en el que se verificó la formación de la emulsión, se fue agregando poco a poco el resto del carbón manteniendo la agitación.

En esta etapa vale resaltar que el crudo empleado para la formación de la emulsión, estaba constituido por una mezcla 60/40 (relación de volúmenes) de crudo castilla y crudo Suria, que poseía una viscosidad de 180 cp y 20.6 ° API. (ver curva de mezcla de crudos en ANEXOS). La mezcla de crudos se empleó en esta proporción, atendiendo algunos estudios realizados que dan cuenta de los buenos resultados obtenidos en el lavado de la CCTA, bajo viscosidades de ese orden ^[11].

3. La suspensión y la emulsión se mezclaron bajo agitación hasta la formación de una mezcla homogénea, que se verificó cuando las dos fases: acuosa y aceitosa, no se alcanzaran a diferenciar a simple vista.

La composición de las mezclas preparadas se detalla en las tablas 3 y 4:

Tabla 3. CCTA al 15% en peso de carbón

| Componente | Composición | Cantidad [g] |
|------------|-------------|--------------|
| Carbón | 15% | 75 |
| Crudo | 55% | 275 |
| Agua* | 30% | 150 |
| Total | 100% | 500 |

* Se incluye el tensoactivo.

Tabla 4. CCTA al 25% en peso de carbón

| Componente | Composición | Cantidad [g] |
|------------|-------------|--------------|
| Carbón | 25% | 125 |
| Crudo | 45% | 225 |
| Agua* | 30% | 150 |
| Total | 100% | 500 |

3.5.2 Dilución de la CCTA

La CCTA se diluyó en agua a un volumen de 1000 ml, de tal manera que la concentración de la CCTA se redujera al 50% p/v; para tal fin se agitó por espacio de 15 minutos aproximadamente de tal manera que se homogenizara.

La dilución se realizó para facilitar la operación de lavado, ya que algunas pruebas preliminares mostraron que bajo esta condición se genera una espuma más estable, factor de vital importancia para la flotación del carbón.



Figura 12. CCTA diluida agitada

3.5.3 Ajuste del pH

El pH de la mezcla fue ajustado en un rango de 7 y 8, empleando soluciones de NaOH y HCl, según la conveniencia.

3.5.4 Acondicionamiento del silicato de sodio

Una vez que se ajusta el pH de la mezcla, se prosigue con la etapa de acondicionamiento de reactivos, que consiste en incorporar a la mezcla los reactivos de la flotación mediante agitación por 3 a 5 minutos. Los reactivos empleados en este caso son: el espumante (que es el mismo tensoactivo de la CCTA), el colector (crudo) y el silicato de sodio que actúa como dispersante y depresor. El silicato de sodio, al no formar parte de la CCTA se incorporó por aparte.

3.5.5 Inicio del lavado

Cuando culmina la etapa del acondicionamiento de los reactivos se procede a iniciar el lavado, inyectando aire a la mezcla a un flujo de 4.2 l/min. El concentrado se recogió en bandejas, ya sea por descenso espontáneo o por que fue arrastrada de la superficie de la celda mediante una espátula. Observándose esto cuando la formación de espuma cesa y por la interrupción del descenso de la espuma a través del derramadero de la celda. Durante el lavado de la CCTA, se notó que el crudo y el carbón se dispusieron en la interfase liquido-aire de la espuma. En general los tiempos de lavado de las mezclas tardaron entre 20 y 30 minutos. En la figura 13 se muestra una imagen del proceso de lavado de la CCTA.



Figura 13. Lavado de la CCTA



Figura 14. Lavado de un blanco

3.5.5.1 Blancos

Para establecer la influencia que ejerce el crudo sobre la flotación de la CCTA, se llevaron a cabo las mismas pruebas realizadas con esta mezcla pero en ausencia de crudo. Se mantuvieron las mismas concentraciones de carbón, de tensoactivo, el mismo pH, la misma dosis de silicato de sodio y se mantuvo la tasa de flujo de aire en 4.2 l/min. En la figura 14 se aprecia una imagen del lavado de un blanco.

3.6 TRATAMIENTO DEL CONCENTRADO

El producto arrastrado por la espuma hacia el exterior de la celda, recibe el nombre de *concentrado*. El concentrado tiene una importante cantidad de agua y de crudo adheridos, razón por la cual deben ser removidos del carbón para realizar los análisis de cenizas respectivos.

El procedimiento seguido para tratar el concentrado (ver Figura 15), constó de 5 etapas que fueron:

1. *Decantación y filtración*: una vez recogido el concentrado de la flotación (del Blanco o de la CCTA), se almacenó en frascos y se dejó varias días decantando para facilitar la filtración. En esta primera etapa se elimina el agua contenida en el concentrado.

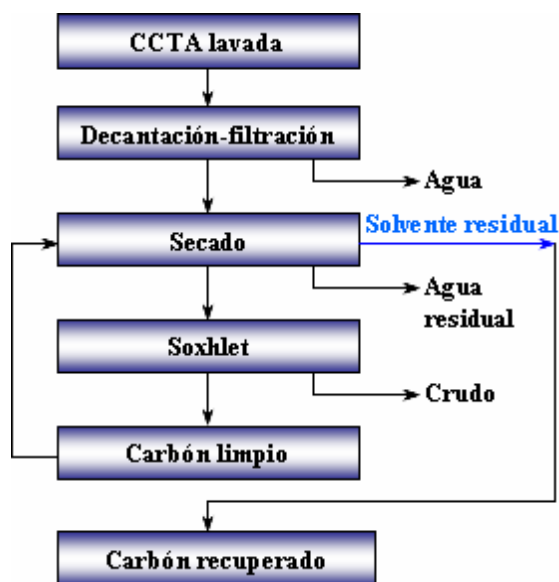


Figura 15. Diagrama del tratamiento del concentrado

2. *Secado*: en el proceso de filtración no se alcanza a retirar todo el agua contenida en el concentrado, quedando el carbón ligeramente humedecido, por ello se somete a secado en una estufa a 110 °C por una hora aproximadamente para eliminar el agua residual.
3. *Soxhlet*: en las dos etapas anteriores el concentrado ha quedado libre de humedad, pero aun contiene crudo adherido. Para retirarlo se realizó una lixiviación con un soxhlet empleando como solvente hexano. Esta etapa se omite para el tratamiento del concentrado de los blancos.
4. *Secado*: de la etapa anterior se ha retirado el crudo que permanecía adherido al carbón, pero el carbón ha quedado impregnado de hexano, para ello se realiza un secado menos intenso que el anterior en procura de volatilizarlo.
5. *Carbón recuperado*: en esta instancia el carbón contenido en el concentrado se dice recuperado, por que se ha liberado del agua y del crudo que permanecían con él. Al carbón en estas condiciones, se le puede practicar la prueba de cenizas para establecer mediante la evaluación de las variables de respuesta escogidas en el diseño factorial, la eficiencia del lavado realizado.

El cuidado con el que se realice este proceso, posterior al lavado del carbón, determinará la precisión de los resultados obtenidos en la investigación, dado que un mal tratamiento de las muestras recogidas en el proceso de flotación (concentrado) echará a perder todo el esfuerzo realizado en esta última, generando un aumento en el error de los datos obtenidos de las pruebas de cenizas realizadas a las muestras, conllevando a un incremento de la incertidumbre de los resultados finales, por lo tanto merece mucha atención.

4. ANALISIS Y RESULTADOS

Los resultados obtenidos en el estudio se muestran siguiendo el mismo orden en que aparecen en la metodología experimental. Los efectos de las variables fueron cuantificados e interpretados.

En total se efectuaron dos diseños del mismo orden, uno para la CCTA y el otro para los blancos. De acuerdo al principio básico del diseño de experimentos se llevaron a cabo tres experimentos adicionales en los niveles básicos de las variables para estimar el error y la desviación estándar ^[10]. Para realizar el análisis estadístico de los diseños se emplearon dos programas para ello, STATGRAPHICS® y NCSS.

4.1 Resultados de las pruebas con CCTA

En la tabla 5 se recogen los resultados de la experimentación. Las variables codificadas x1, x2 y x3 (asumen valores de -1 y 1), corresponden al % carbón, diámetro de partícula y concentración de tensoactivo respectivamente. En la tabla 6 se consignan los efectos de los factores calculados por medio de STATGRAPHICS®. Las ecuaciones de respuesta obtenidas, se han depurado realizando análisis de significancia al 95% de confianza a los efectos

Tabla 5. Matriz del diseño factorial de la CCTA

| Ensayo | x1 | x2 | x3 | Recuperación | Remoción |
|--------|----|----|----|--------------|----------|
| 1 | - | - | - | 32,4 | 33,5 |
| 2 | + | - | - | 20,3 | 24,9 |
| 3 | - | + | - | 32,0 | 23,9 |
| 4 | + | + | - | 31,0 | 31,5 |
| 5 | - | - | + | 39,1 | 22,4 |
| 6 | + | - | + | 24,9 | 17,8 |
| 7 | - | + | + | 42,8 | 24,6 |
| 8 | + | + | + | 28,9 | 27,0 |
| 9 | 0 | 0 | 0 | 31,4 | 22,6 |
| 10 | 0 | 0 | 0 | 28,9 | 27,5 |
| 11 | 0 | 0 | 0 | 30,4 | 25,3 |

“0” es el nivel básico de la variable en cuestión.

Tabla 6. Efectos de los factores

| Efectos | | |
|----------|---------------|--------------|
| Factor | Recuperación | Remoción |
| Promedio | 31,172 | 25,5455 |
| x1 | -5,075 | -0,4 |
| x2 | 2,175 | 1,05 |
| x3 | 2,45 | -2,75 |
| x1x2 | 1,35 | 2,9 |
| x1x3 | -1,925 | -0,15 |
| x2x3 | -0,275 | 1,8 |

Los efectos que se encuentran marcados en negrita corresponden a los factores significantes al 95% de confianza.

calculados para cada caso, mediante el programa NCSS. (Para observar estos análisis, remitirse a los ANEXOS). Las correlaciones de estas respuestas son las siguientes:

➤ **Recuperación** = $31.17273 - 5.075 \cdot x_1 + 2.175 \cdot x_2 + 2.45 \cdot x_3 - 1.925 \cdot x_1 \cdot x_3$ (9)

Error estándar = 2.229

➤ **Remoción** = $25.545 - 2.75 \cdot x_3 + 2.9 \cdot x_1 \cdot x_2$ (10)

Error estándar = 2.414

En la figura 16 se observa la grafica de residuales para ambas respuestas del diseño.

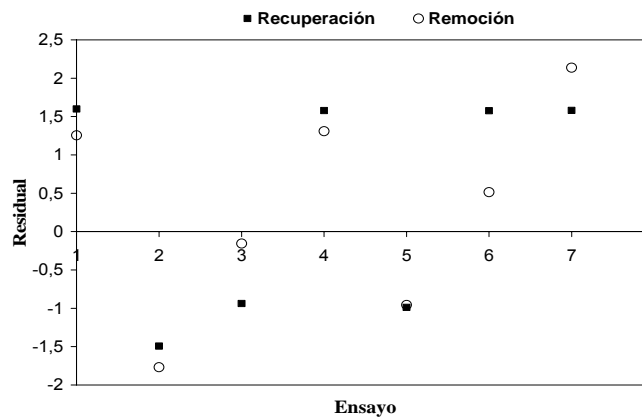


Figura 16. Gráfica de residuales para la recuperación y la remoción en el caso CCTA

El residual está definido como la diferencia entre el valor observado y el predicho o ajustado de la respuesta del diseño. De acuerdo a la figura 16, se aprecia que la dispersión de los residuales de la recuperación y la remoción se encuentra en los intervalos de [-1.5, 1.6] para el primero y [-1.8, 2.1] en el segundo, que para efectos de predicción de estas respuestas cuyos valores promedios son del orden de 31.2 y 25.5 respectivamente (ver tabla 6), son satisfactorias.

A continuación se limitará a explicar los efectos que por ser significantes al 95% de confianza (ver ecuaciones 8 y 9), inciden con mayor predominancia sobre los modelos encontrados.

4.1.1 Efecto de la concentración de carbón (x1). Este efecto actúa negativamente sobre la recuperación, dado que el aumento de la concentración de carbón produjo la disminución de la estabilidad de la espuma, al observarse durante la flotación, que las partículas de carbón penetraban la interfase aire/agua (de la espuma), ocasionando que la presión capilar acelerará el drenaje del líquido [10], por lo tanto al existir una mayor reserva de partículas en la CCTA este fenómeno se daba en forma más pronunciada.

4.1.2 Efecto del diámetro de partícula (x2). Una partícula causa que una película se rompa cuando las dos líneas límites de las tres fases (sólido-aire-agua) son forzadas a migrar al mismo punto en la partícula y la película líquida es adelgazada a la mitad o menos del diámetro de la partícula, lo cual indica que las partículas más pequeñas desestabilizan las películas de líquidos más rápido que las grandes. Las pruebas de flotación de Dippenaar [6] mostraron que 0.16 mg de partículas hidrofóbicas de 5 μm tienen el mismo poder de rompimiento de espuma que 18.8 mg de partículas de 54.5 μm . En pruebas de flotación con carbones de diferente tamaño de partícula, Tao [10] encontró que las partículas de tamaños comprendidas entre 30 – 150 μm estabilizaron la espuma y aquellas más pequeñas a 30 μm la desestabilizaban. Se concluye entonces que las partículas más finas provocan una disminución de la recuperación.

4.1.3 Efecto de la concentración de tensoactivo (x3). La adición de tensoactivo reduce la tensión superficial en la interfase líquido-aire, lo que resulta en la producción de burbujas más finas, mejorando de esta forma la recuperación. En cuanto a la remoción de cenizas se trata, esta variable afecta negativamente tal operación, por que al incrementarse la cantidad de burbujas la unión burbuja-partícula será poco selectiva, arrastrando a su vez carbón y cenizas.

4.1.4 Efecto de las concentraciones de carbón y tensoactivo (x1x3). Este efecto de interacción, provoca una disminución de la recuperación, por que el aumento en la concentración de tensoactivo no es suficiente para contrarrestar la

influencia negativa que sobre la recuperación ejerce el tamaño de partícula.

4.1.5 Efecto concentración de carbón-tamaño de partícula (x1x2). Al aumentar la concentración de partículas de mayor tamaño, aumenta de igual forma las posibilidades de unión efectiva burbuja-carbón limpio, al aminorarse la tendencia a la desestabilización de la espuma causada por las partículas mas pequeñas. Luego al aumentar la selectividad del proceso, se ve traducido en una mayor remoción de las cenizas.

4.2 Resultados de los blancos

Los resultados obtenidos de los ensayos practicados a los blancos se resumen en la tabla 7. Los blancos constituyen en últimas sistemas CTA, por que están conformados por carbón tensoactivo y agua.

Tabla 7. Resultados de los blancos

| Ensayo | x1 | x2 | x3 | Recuperación | Remoción |
|--------|----|----|----|--------------|----------|
| 1 | - | - | - | 66,4 | 11,1 |
| 2 | + | - | - | 66,5 | 6,5 |
| 3 | - | + | - | 41,5 | 32,0 |
| 4 | + | + | - | 55,0 | 28,5 |
| 5 | - | - | + | 38,9 | 13,5 |
| 6 | + | - | + | 39,8 | 21,9 |
| 7 | - | + | + | 49,4 | 27,7 |
| 8 | + | + | + | 51,2 | 35,2 |
| 9 | 0 | 0 | 0 | 58,6 | 17,2 |
| 10 | 0 | 0 | 0 | 55,2 | 19,7 |
| 11 | 0 | 0 | 0 | 51,1 | 22,3 |

Los modelos obtenidos mediante NCSS, para las dos respuestas son los siguientes:

$$\begin{aligned} \text{➤ Recuperación} &= 52.14545 + 2.0375 \cdot x_1 - 1.8125 \cdot x_2 - 6.2625 \cdot x_3 + 1.7875 \cdot x_1 \cdot x_2 - \\ &1.3625 \cdot x_1 \cdot x_3 + 7.2875 \cdot x_2 \cdot x_3 \end{aligned} \quad (11)$$

Error estándar. = 4,488

$$\begin{aligned} \text{➤ Remoción} &= 21,4173 + 0,97625 \cdot x_1 + 8,80125 \cdot x_2 + 2,52625 \cdot x_3 + 0,02375 \cdot x_1 \cdot x_2 + \\ &2,99875 \cdot x_1 \cdot x_3 - 1,92625 \cdot x_2 \cdot x_3 \end{aligned} \quad (12)$$

Error estándar. = 2,509

En las figuras 17 y 18 se muestra gráficamente las diferencias en las respuestas encontradas para los lavados realizados con CCTA y CTA.

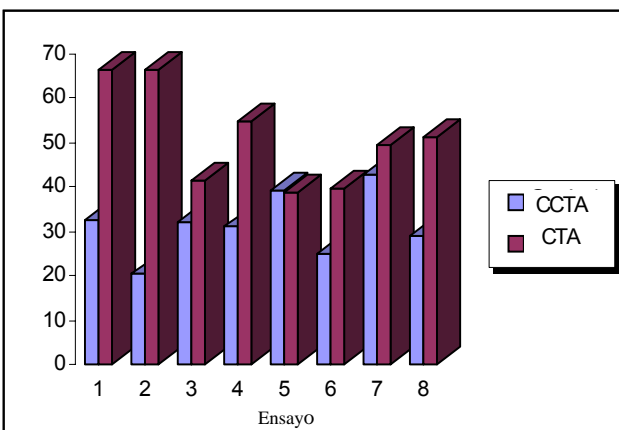


Figura 17. Recuperación: CCTA vs. CTA

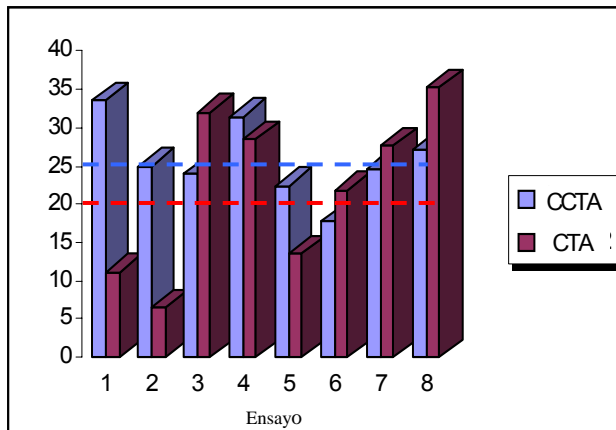


Figura 18. Remoción: CCTA vs. CTA

En la figura 17 se observa claramente, que se logra una mayor recuperación mediante los sistemas CTA, manifestándose esta tendencia a lo largo de los ocho ensayos. Este comportamiento se explica en el aumento de la viscosidad producido por el contenido de crudo en las mezclas CCTA, lo que genera una resistencia al arrastre de carbón durante la flotación. En la figura 18 se aprecia en las líneas entrecortadas que indican los niveles promedios de las remociones encontradas para ambos casos (25.5 y 21.4), que el crudo proporciona un recubrimiento hidrofóbico al carbón y por tal razón la remoción promedio en la CCTA es mayor al de la CTA. Sin embargo, la diferencia entre las dos no es tan sensible, debido a las proporciones en las que se encuentra el crudo dentro de la CCTA que rebasan ampliamente las dosis habituales usadas para los colectores, que son del orden de 0.05-5 g/g de carbón ^[12], proporcionando hidrofobicidad tanto al carbón como a las cenizas, lo que disminuye la selectividad del proceso.

4.3 Poder calorífico y porcentaje de azufre del carbón lavado

El propósito primordial del lavado de carbón es reducir su contenido de cenizas, pero como las cenizas se encuentran formadas en parte por pirita es de esperarse, que el lavado del carbón produzca una reducción en el contenido de azufre. Para evaluar la reducción alcanzada en el lavado de carbón a partir de la

CCTA, se escogió una muestra representativa de carbón perteneciente al número 1 (ver tabla 5). En la figura 19 se observa la mejoría alcanzada en este parámetro.

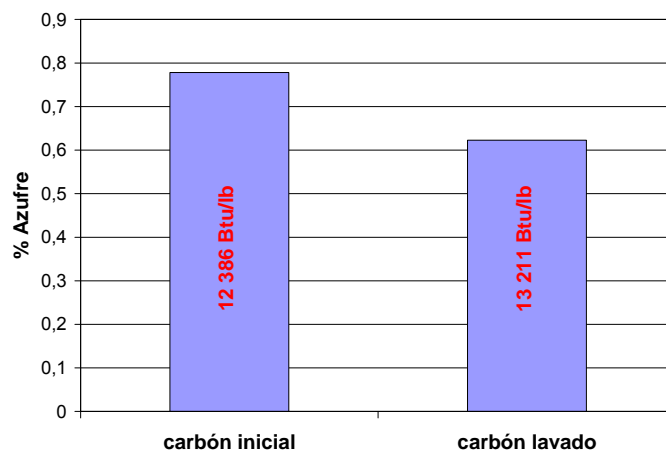


Figura 19. Poder calorífico y % azufre del carbón lavado

La reducción de azufre después del lavado del carbón fue de 19.9 %, al pasar de 0.77% al inicio (sin tratar) a 0.62% luego del lavado, aunque la reducción de cenizas no fue tan sensible, vale decir que a estos niveles de azufre es difícil lograr reducciones mas elevadas, además el lavado propende por la eliminación del azufre piritico, mientras tanto el azufre de tipo estructural no puede eliminarse mediante esta técnica. De otra parte, en la figura 19 también se observa que la reducción de cenizas en el carbón produce un incremento sustancial del poder calorífico llevándolo hasta 13 211 Btu/lb , que lo convierte en un carbón de excelentes propiedades térmicas.

En general, el lavado de CCTA es una operación novedosa que implica poca inversión de reactivos y poco gasto energético, en donde se aprovechan la versatilidad de los componentes de la mezcla para realizar la “limpieza” del carbón, obteniéndose en consecuencia una disminución apreciable de las emisiones contaminantes producidas por el azufre y una mejora ostensible de su poder calorífico.

5. CONCLUSIONES

- El proceso de lavado de carbón a partir de la CCTA mediante flotación por espuma, es una operación relativamente económica, por que no produce gastos onerosos en inversión de reactivos, ya que en la estructura de la CCTA forman parte el crudo y el tensoactivo, que pueden cumplir con la función de colector y espumante respectivamente en este proceso.
- La recuperación de combustible en la CCTA dentro de los intervalos de las variables manejadas en este trabajo, se ve afectada positivamente por la concentración de tensoactivo y el diámetro de partícula, mientras la concentración de carbón produce un efecto contrario a las dos anteriores.
- La concentración de tensoactivo incide de forma opuesta sobre la recuperación y la remoción, por que en el primer caso una mayor generación de espuma permite incrementar el arrastre de carbón, sin embargo el arrastre excesivo va en detrimento de la remoción al disminuirse la eficiencia de la separación carbón limpio-cenizas.
- Las concentraciones de crudo del orden de 55 y 45% en peso, constituyen dosis excesivas de colector para la flotación de carbón, por que proporcionan hidrofobicidad tanto al carbón como a las cenizas siendo poco selectivo, ante lo que se aconseja realizar el lavado de carbón a partir de CCTA con formulaciones menores de crudo.

6. RECOMENDACIONES

- Para emulsionar la mezcla CCTA se aconseja en futuras investigaciones emplear EMULGROSSON[®] a base de sodio, por que de acuerdo con algunos ensayos realizados este emulsionante mostró mejores resultados que EMULGROSSON[®] a base de potasio, permitiendo crear mezclas uniformes a concentraciones superiores de 8000 ppm bajo las condiciones escogidas para este trabajo; de otra parte el emulsionante a base de potasio, no permitía una adecuada incorporación de las fases acuosa y aceitosa en la mezcla a concentraciones menores de 12000 ppm.
- Se aconseja la implementación de un sistema de lavado en serie para mejorar la recuperación y la remoción mediante el aprovechamiento de los fondos inutilizados en el presente estudio, y permita la reconversión de la CCTA a partir de las corrientes separadas en el proceso.
- La flotación mediante el uso de celdas de flotación presenta algunas limitantes en cuanto a la formación de puntos muertos que se concentran en los vértices de la celda, impidiendo el arrastre del carbón ubicado en esas zonas, repercutiendo finalmente sobre la eficiencia del proceso. Ante esta limitante de tipo técnico se recomienda la implementación de un sistema de lavado que incorpore un recipiente cilíndrico que elimine esos puntos muertos.
- Se recomienda preparar la CCTA agitando los componentes de la mezcla, por espacio de media hora o más, puesto que este aspecto es determinante para lograr una adecuada homogeneización y una mejor flotación.

7. BIBLIOGRAFIA

- [1]. _____. "Carbón Colombiano: Recursos, Reservas y Calidad". INGEOMINAS. Bogotá, 1995.
- [2]. BLAZY, Pierre. El beneficio de los minerales. Colección Rocas y Minerales. Madrid, 2001.
- [3]. CAÑAS MENDOZA, Luz Adriana. Estudio fisicoquímico del proceso de flotación para el sistema Caolín/Anatasa. Tesis de postgrado en ingeniería metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería metalúrgica y ciencia de los materiales. Bucaramanga, 2005.
- [4]. CASTRO, S. Fundamentos fisicoquímicos del proceso de flotación. Universidad de Concepción. Concepción, Chile 1980.
- [5]. CULFAZ, Miujgan. Removal of mineral matter and sulfur from lignites by alkali treatment. Fuel Processing Technology 47 (1996) 99-109.
- [6]. DIPPENAAR, A. The desestabilization of froth by solids I. The mechanism of film rupture. Int J. Process 9 (1982a) 1-14.
- [7]. DING, Kejian., LASKOWSKI, Janusz S. Coal reverse flotation . Part II: Cleaning of a subbituminous coal. Minerals Engineering xxx (2005) xxx–xxx. Article in press.
- [8]. ESTUPIÑAN QUINTERO, Magdalena. Flotación primaria de sulfuros auríferos de la mina San Celestino. Tesis de grado en Ingeniería Metalúrgica. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería metalúrgica y ciencia de los materiales. Bucaramanga, 1989.

- [9]. GROSSO, Jorge Luís. Evaluación de lavado de mezclas carbón-tensoactivo-agua, carbón -combustóleo-tensoactivo-agua utilizando celdas de flotación. Informe final parte IV. Instituto Colombiano del Petróleo. 1995
- [10]. NAIK, Pradyumna K. Interpretation of interaction effects and optimization of reagents dosages for fine coal flotation. *Int J. Miner. Process* 75 (2005) 83-90.
- [11]. OASERE, O. F. Relation of contact angle data to hallimond tube flotation of coal with coagulants and flocculants. *Fuel* 79 (2000) 193-199.
- [12]. PERRY, Robert H. Manual del Ingeniero químico. Mc Graw Hill. Séptima edición. Volumen III. Madrid, 2001.
- [13]. SUAREZ, Oscar J. Influencia del porcentaje de carbón pulverizado en el comportamiento reológico de emulsiones combustibles (combustóleo-agua). Tesis de postgrado en Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. Bucaramanga, 1994.
- [14]. TAO, D., LUTTRELL, G. H. A parametric study of froth stability and its effect on column flotation of fine particles. *Int. J. Miner. Process.* 59 (2000) 25–43.
- [15]. U.S PATENT 5,902,359. On line and/ or batch process for production of fuel mixtures consisting of coal/ asphaltenes, fuel oil/heavy crude oil, surfactant and water (CCTA). 1999
- [16]. NORMAS ESTANDAR ASTM D3173, ASTM D3174 ASTM D3175 y ASTM D3296.

ANEXOS

Anexo A. Distribuciones de partícula de las fracciones de carbón de San Luis

Distribución acumulativa: Carbón Diámetro promedio de partícula: 20 µm

```

01.01.80          R E T S C H - L U M O S E D          00:45:43

Company : U.I.S.          Run : Carbon San luis 200-270
Operator  : Jesus Manuel Mendoza

***** SAMPLE DATA *****          ***** LIQUID DATA *****

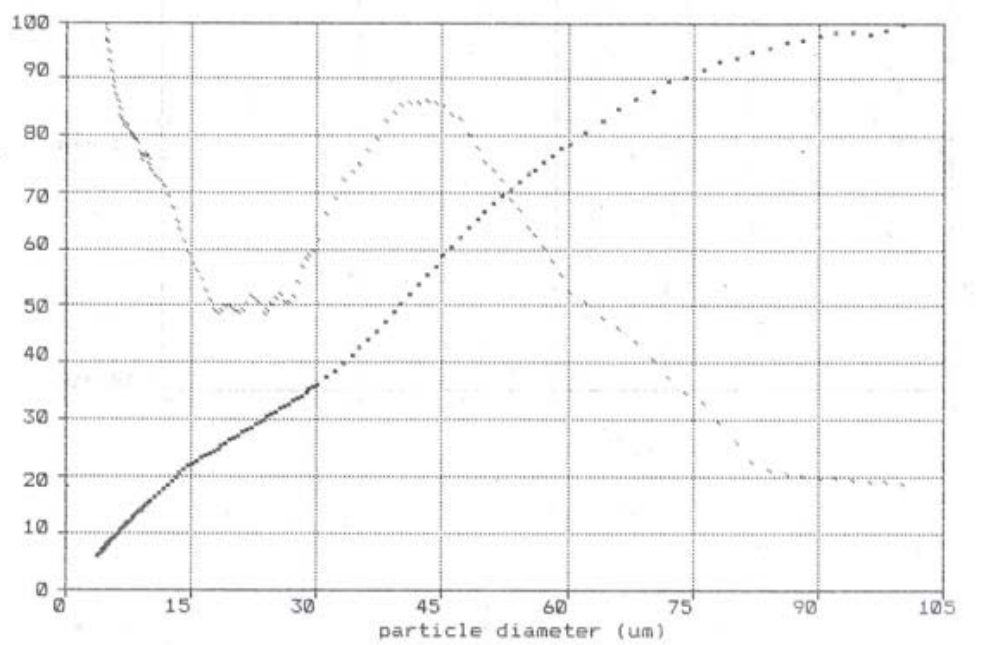
Type : Carbon          Type : AGUA
Calibration No.: 0          Viscosity (Pa.s) : 0.00090
Density (kg/m3): 1298          Density (kg/m3) : 996
Agent :

***** MEASUREMENT DATA *****

Time (3...120 min) : 10          Particle size : 3.75 - 143.30 um
Cut-size of sieve (um): 0          Temperature (5...40 °C) : 26
Sieve undersize (%) : 100

Q(%)    D(um)    Q(%)    D(um)    Q(%)    D(um)    Q(%)    D(um)
5.0  -->  .   .   30.0 --> 23.13   55.0 --> 42.43   80.0 --> 61.20
10.0 --> 5.90   35.0 --> 28.44   60.0 --> 45.44   85.0 --> 65.98
15.0 --> 9.25   40.0 --> 32.75   65.0 --> 48.58   90.0 --> 72.34
20.0 --> 12.82  45.0 --> 36.33   70.0 --> 52.13   95.0 --> 81.98
25.0 --> 17.82  50.0 --> 39.49   75.0 --> 56.50  100.0 --> 105.00

Q3 (%) cumulative volume undersize  - q/qmax  qmax(%/um) = 1.9
    
```



Distribución acumulativa: Carbón Diámetro promedio de partícula: 12 µm

01.01.80

RETSCH - LUMOSE D

01:04:27

Company : U.I.S.
Operator : Jesus Manuel Mendoza

Run : Carbon San luis -270

***** SAMPLE DATA *****

***** LIQUID DATA *****

Type : Carbon
Calibration No.: 0
Density (kg/m3): 1298

Type : AGUA
Viscosity (Pa.s) : 0.00090
Density (kg/m3) : 996
Agent :

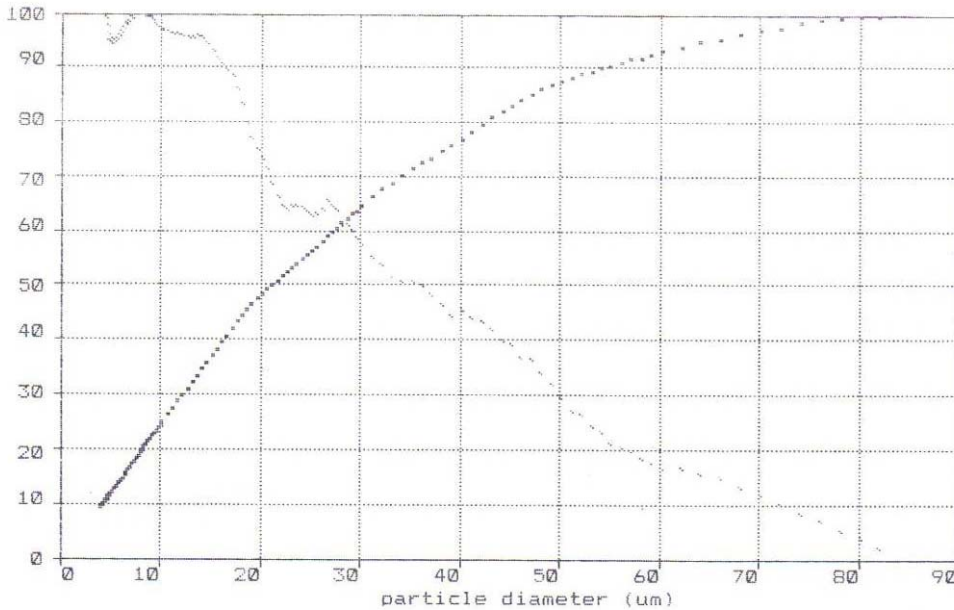
***** MEASUREMENT DATA *****

Time (3...120 min) : 10
Cut-size of sieve (um): 0
Sieve undersize (%) : 100

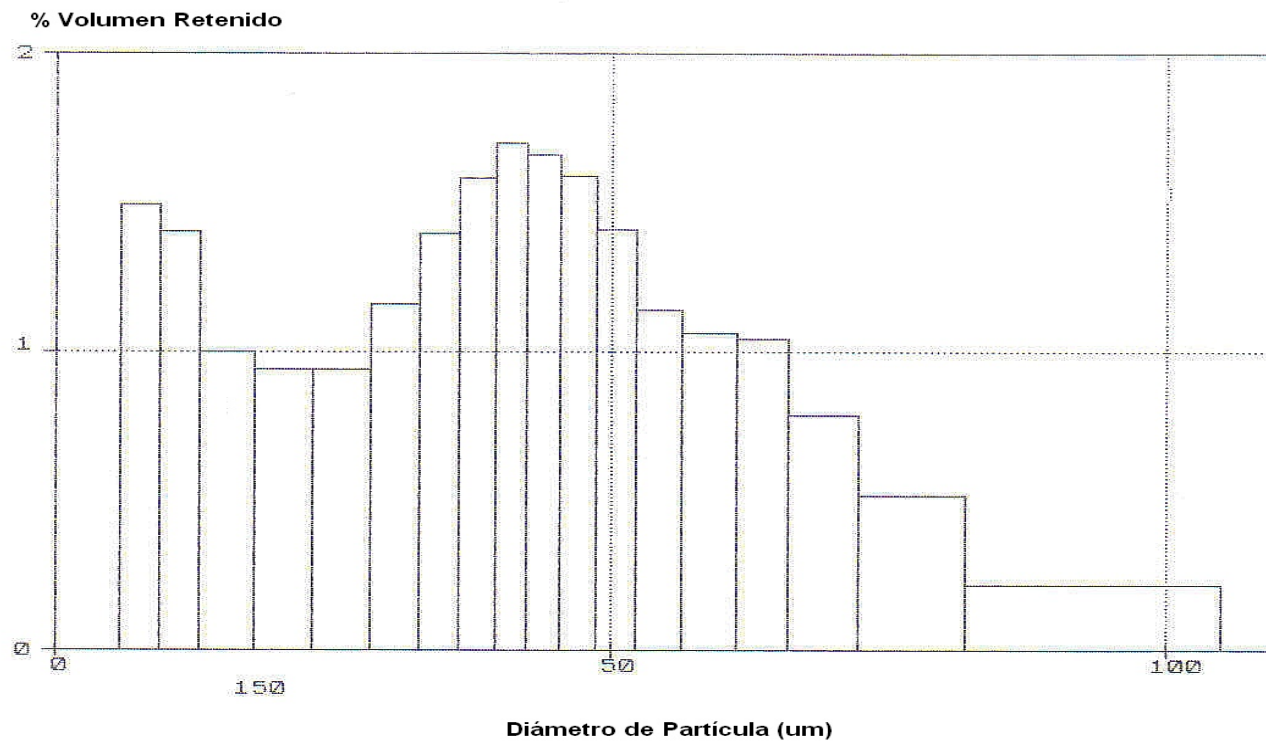
Particle size : 3.75 - 143.30 um
Temperature (5...40 °C) : 26

| Q(%) | D(um) | Q(%) | D(um) | Q(%) | D(um) | Q(%) | D(um) |
|------|-------|------|-------|------|-------|-------|-------|
| 5.0 | 3.91 | 30.0 | 11.92 | 55.0 | 23.95 | 80.0 | 42.13 |
| 10.0 | 5.98 | 35.0 | 14.03 | 60.0 | 26.94 | 85.0 | 46.70 |
| 15.0 | 7.91 | 40.0 | 16.06 | 65.0 | 29.97 | 90.0 | 53.46 |
| 20.0 | 9.89 | 45.0 | 18.10 | 70.0 | 33.62 | 95.0 | 63.78 |
| 25.0 | | 50.0 | 20.79 | 75.0 | 38.03 | 100.0 | 80.00 |

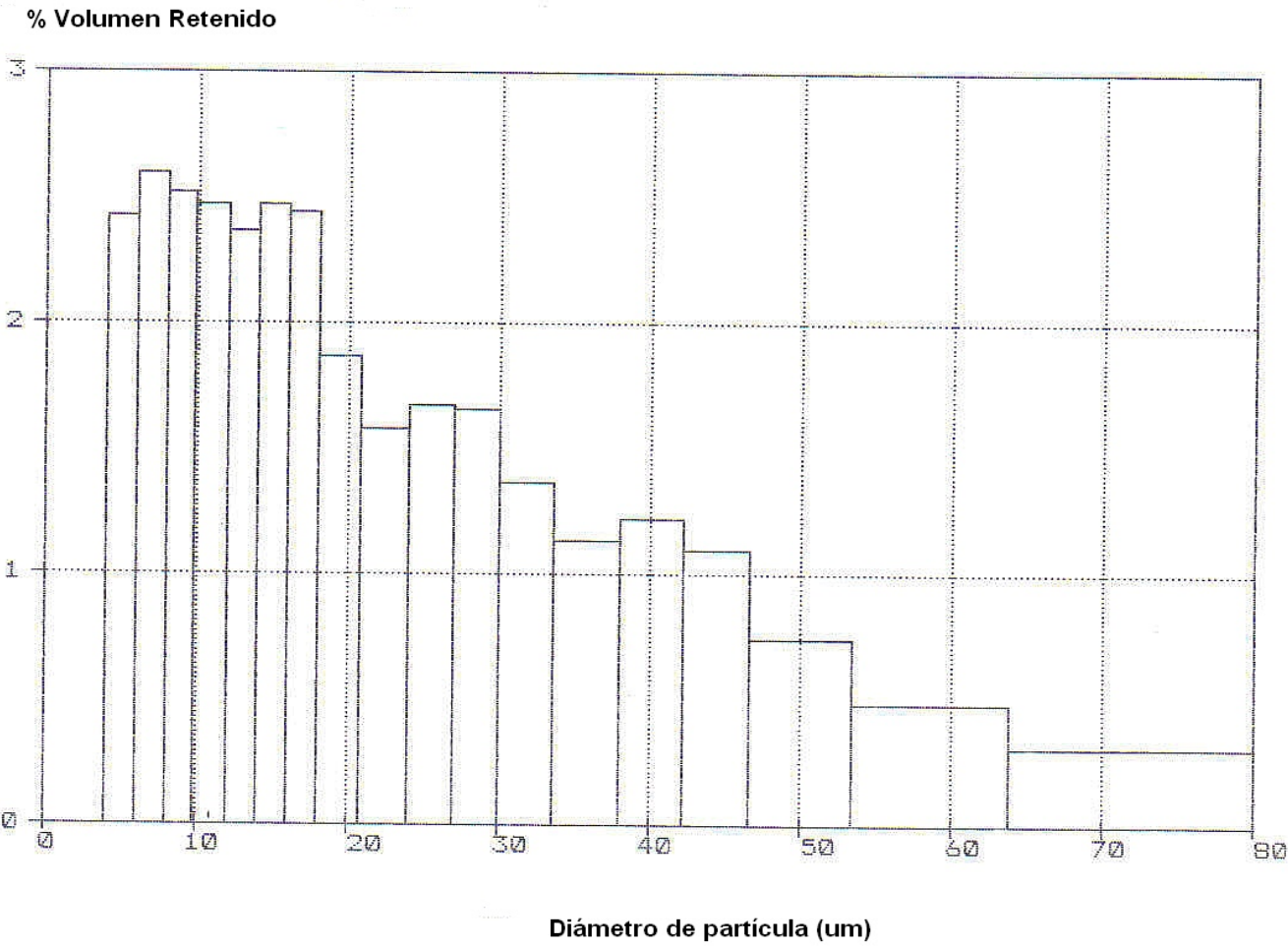
Q3 (%) cumulative volume undersize q/qmax qmax(%/um) = 2.6



Distribución diferencial: Carbón Diámetro promedio de partícula: 20 μm

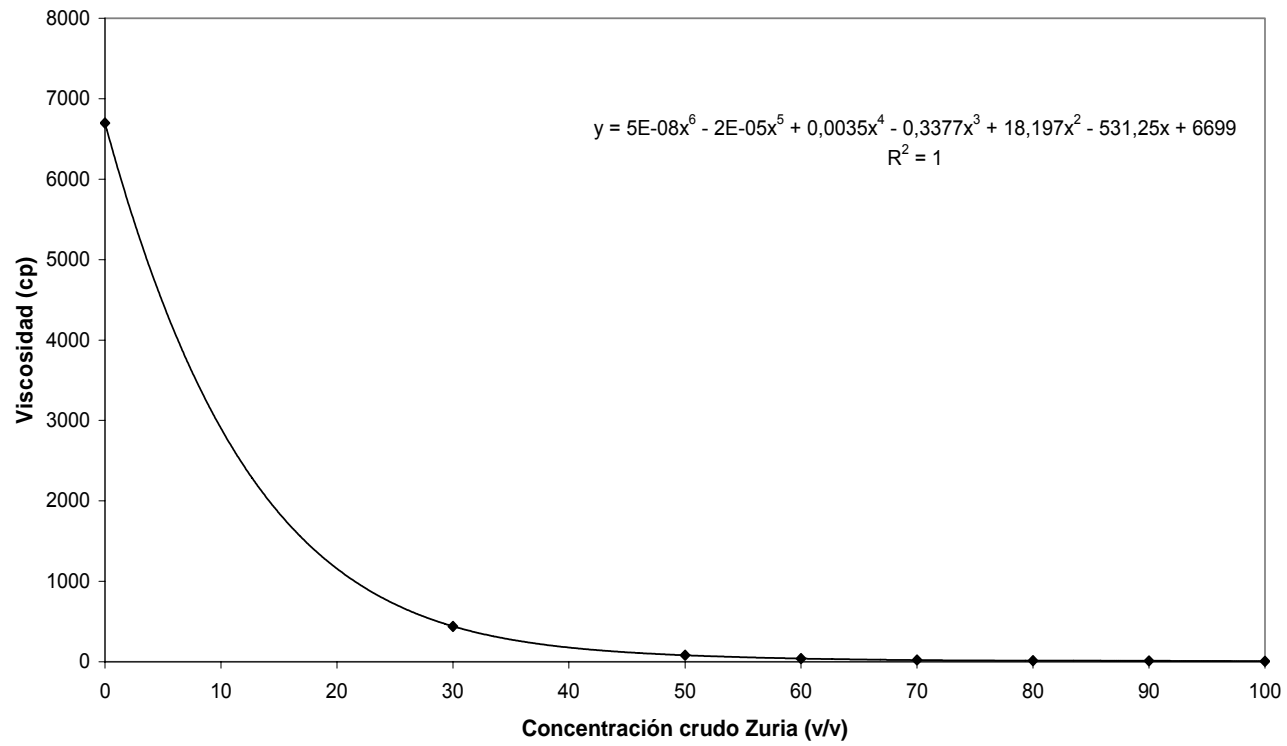


Distribución diferencial: Carbón Diámetro promedio de partícula: 12 μm

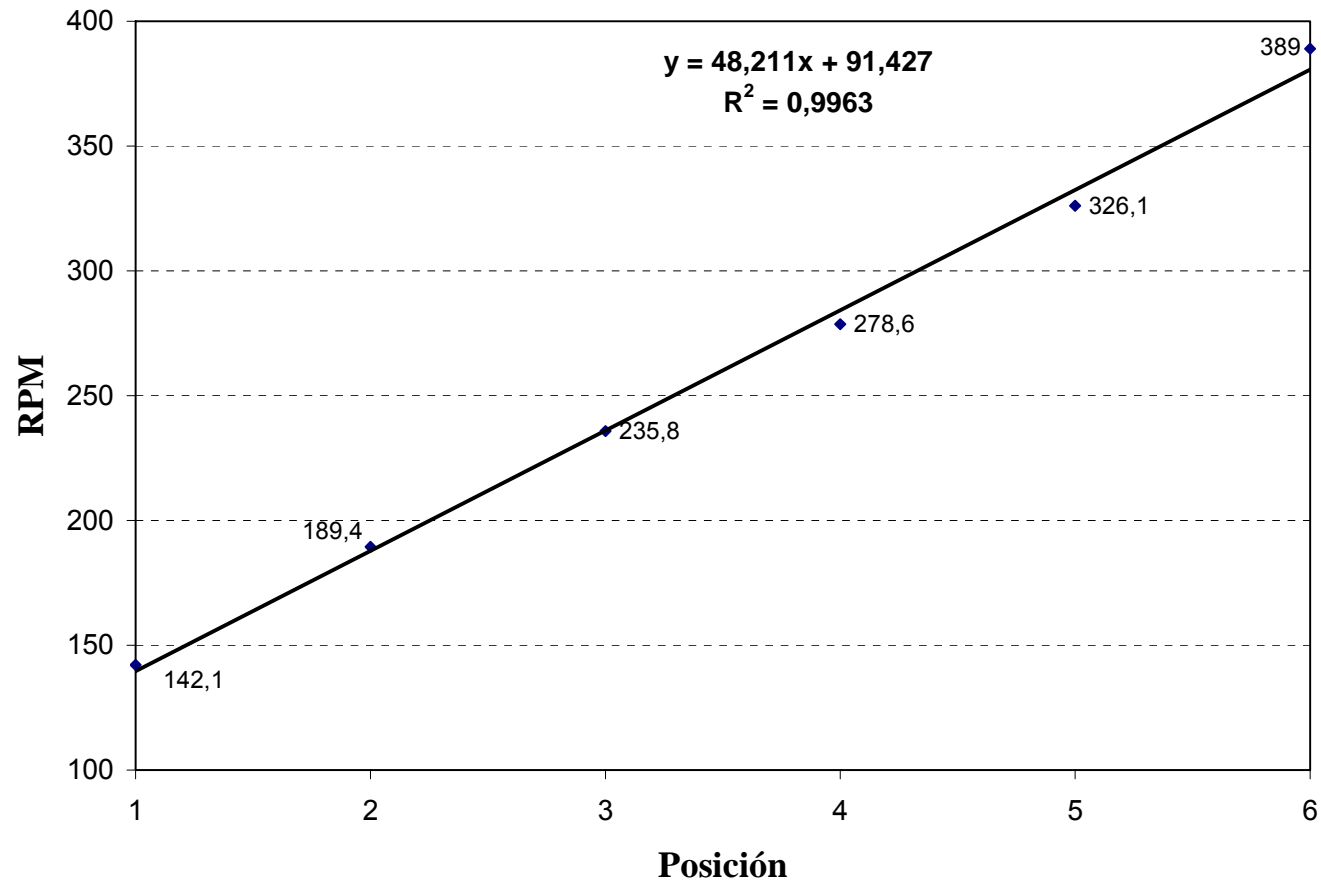


Anexo B. Curva de mezclado crudo Castilla-crudo Zuria

Variación de la viscosidad

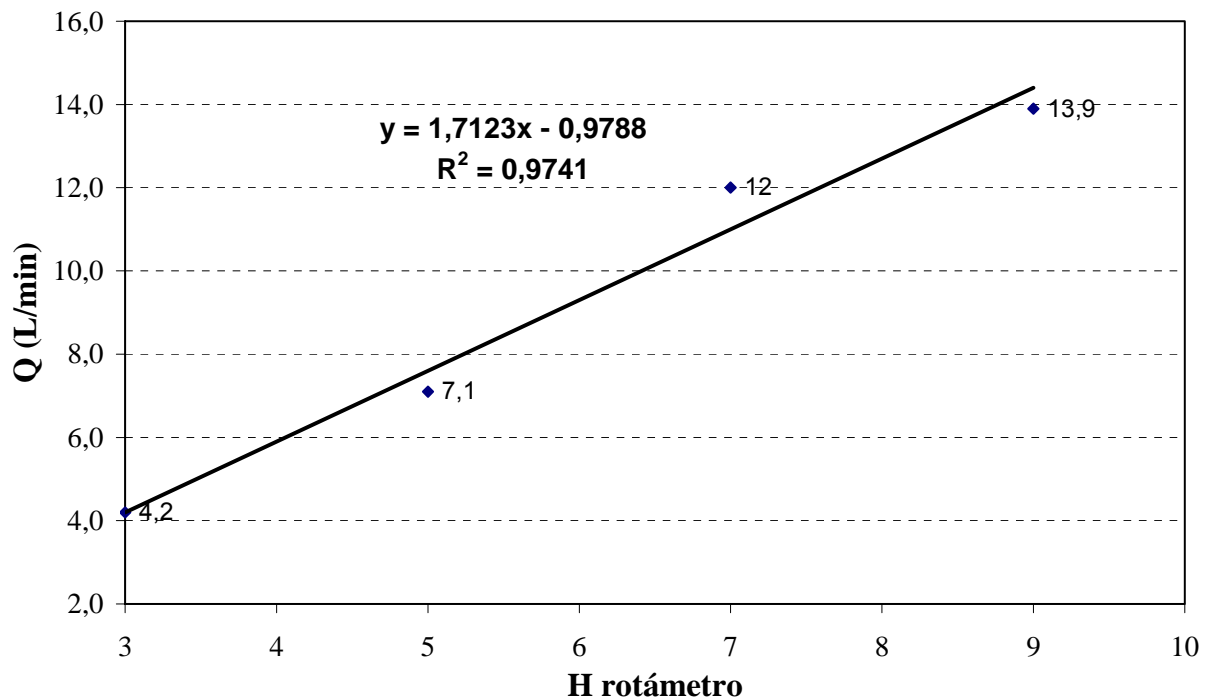


Anexo C. Curva de calibración del agitador



Anexo D. Curva de calibración del rotámetro

La medición del caudal se efectuó haciendo pasar el flujo de aire al interior de una probeta dispuesta en forma invertida dentro de un balde de mayor altura que estaba lleno de agua. El caudal se calculó dividiendo el volumen de agua desplazado por el aire en la probeta entre el tiempo que tardó en suspenderse el flujo. Esta operación se realizó varias veces haciendo cambiar la posición del rotámetro. A continuación se observa la curva de calibración del instrumento.



Anexo E: Resultados de las pruebas de poder calorífico y porcentaje de azufre realizadas al carbón de San Luis

Se realizaron en el laboratorio de carbones dos ensayos en la bomba calorimétrica de acuerdo a la norma ASTM D3296.

La ecuación utilizada para calcular el poder calorífico del carbón de San Luis utilizando la bomba calorimétrica es la siguiente:

$$Q = \frac{T * C - e_1 - e_2 - e_3}{m}$$

Donde:

Q = El poder calorífico del carbón (Btu/ lb.)

T = La diferencia de temperatura entre el momento en que se estabiliza y el comienzo de la combustión (°C) = T_F-T_I

C = Capacidad calorífica del calorímetro 5088.366 (Btu/ lb.*°C)* g

E₁ = calor desprendido al quemar el alambre de Ni-Cr (Btu/ lb.) * g

E₂ = calor de formación del BaSO₄ (Btu/ lb.) * g

E₃ = calor de formación del ácido nítrico (Btu/ lb.) * g

m = peso de la muestra de carbón (g.)

Parámetro medidos:

| Muestra | T(°C) | E ₁ | E ₂ | E ₃ | m |
|---------|-------|----------------|----------------|----------------|---------|
| Nº 1 | 2.43 | 26.739 | 21.171 | 40 | 1.00145 |
| Nº 2 | 2.49 | 32.087 | 15.837 | 46 | 1.00491 |

Resultados:

| Muestra | Poder calorífico | % de azufre |
|----------|------------------|-------------|
| Nº 1 | 12259 (Btu/lb) | 0.892 |
| Nº 2 | 12514 (Btu/lb) | 0.665 |
| Promedio | 12386 (Btu/lb) | 0.778 |

Anexo F: Resultados de las pruebas de poder calorífico y porcentaje de azufre realizadas al carbón de San luis después del lavado

Para establecer estas características del carbón lavado, se seleccionó una muestra representativa de carbón, del experimento en el que se produjo la mayor remoción de cenizas durante el lavado de la CCTA.

El experimento en el que se removió la mayor cantidad de cenizas fue el N° 1 (ver tabla 5) alcanzándose una remoción de 33.5%.

Los parámetros medidos para este experimento fueron los siguientes (ver anexo anterior para observar definición y unidades):

| | |
|----------------------|-----------|
| T(°C) | 2.62 |
| E₁ | 35.65 |
| E₂ | 14.76 |
| E₃ | 19 |
| m | 1.00385 g |

Resultados:

Poder calorífico: 13211 (Btu/lb), se mejoró el poder calorífico en 6.7%

% AZUFRE : 0.623, lo que representó una disminución de 19.9% con respecto al carbón sin lavar

Anexo G. Reporte del análisis de varianza por NCSS

Lavado CCTA

Response-Surface Regression Report

Response: **Recuperación**

Descriptive Statistics Section

| Variable | Count | Mean | Minimum | Maximum |
|--------------|-------|------|---------|---------|
| x1 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x2 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x3 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| Recuperación | 11 | 31,1 | 20,3 | 42,8 |

Hierarchical Model Summary Section

| | |
|---------------------------|----------|
| Number of Terms Removed | 0 |
| Number of Terms Remaining | 6 |
| R-Squared Cutoff Value | 0,000100 |
| R-Squared of Final Model | 0,943470 |

Sequential ANOVA Section

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 347,895 | 57,9825 | 11,13 | 0,017759 | 0,943470 |
| Linear | 3 | 302,68 | 100,8933 | 19,36 | 0,007615 | 0,820849 |
| Lin x Lin | 3 | 45,215 | 15,07167 | 2,89 | 0,165718 | 0,122620 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Sequential ANOVA Section Using Pure Error

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 347,895 | 57,9825 | 36,62 | 0,026817 | 0,943470 |
| Linear | 3 | 302,68 | 100,8933 | 63,72 | 0,015490 | 0,820849 |
| Lin x Lin | 3 | 45,215 | 15,07167 | 9,52 | 0,096553 | 0,122620 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Response-Surface Regression Report

Response: **Recuperación**

ANOVA Section

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|--------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 256,55 | 85,51667 | 16,41 | 0,010319 | 0,695748 |
| x2 | 3 | 57,59 | 19,19667 | 3,68 | 0,120041 | 0,156181 |

| | | | | | | |
|-------------|---|----------|----------|------|----------|----------|
| x3 | 3 | 78,97 | 26,32333 | 5,05 | 0,075837 | 0,214162 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

ANOVA Section Using Pure Error

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 256,55 | 85,51667 | 54,01 | 0,018233 | 0,695748 |
| x2 | 3 | 57,59 | 19,19667 | 12,12 | 0,077153 | 0,156181 |
| x3 | 3 | 78,97 | 26,32333 | 16,63 | 0,057269 | 0,214162 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Estimation Section

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 31,1 | | | | |
| x1 | 1 | -5,15 | 0,8070974 | -6,38 | 0,003095 | 0,575419 |
| x2 | 1 | 2,25 | 0,8070974 | 2,79 | 0,049425 | 0,109833 |
| x3 | 1 | 2,5 | 0,8070974 | 3,10 | 0,036308 | 0,135597 |
| x1*x2 | 1 | 1,425 | 0,8070974 | 1,77 | 0,152221 | 0,044055 |
| x1*x3 | 1 | -1,875 | 0,8070974 | -2,32 | 0,080858 | 0,076273 |
| x2*x3 | 1 | -0,325 | 0,8070974 | -0,40 | 0,707778 | 0,002292 |

Model

$$31.1 - 5.15 * x1 + 2.25 * x2 + 2.5 * x3 + 1.425 * x1 * x2 - 1.875 * x1 * x3 - 0.325 * x2 * x3$$

Estimation Section Using Pure Error

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 31,1 | | | | |
| x1 | 1 | -5,15 | 0,4448783 | -11,58 | 0,007380 | 0,575419 |
| x2 | 1 | 2,25 | 0,4448783 | 5,06 | 0,036942 | 0,109833 |
| x3 | 1 | 2,5 | 0,4448783 | 5,62 | 0,030238 | 0,135597 |
| x1*x2 | 1 | 1,425 | 0,4448783 | 3,20 | 0,085195 | 0,044055 |
| x1*x3 | 1 | -1,875 | 0,4448783 | -4,21 | 0,051949 | 0,076273 |
| x2*x3 | 1 | -0,325 | 0,4448783 | -0,73 | 0,541049 | 0,002292 |

Model

$$31.1 - 5.15 * x1 + 2.25 * x2 + 2.5 * x3 + 1.425 * x1 * x2 - 1.875 * x1 * x3 - 0.325 * x2 * x3$$

Response-Surface Regression Report

Response: **Remoción**

Descriptive Statistics Section

| Variable | Count | Mean | Minimum | Maximum |
|----------|-------|----------|---------|---------|
| x1 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x2 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x3 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| Remoción | 11 | 25,54545 | 17,8 | 33,5 |

Hierarchical Model Summary Section

| | |
|---------------------------|----------|
| Number of Terms Removed | 0 |
| Number of Terms Remaining | 6 |
| R-Squared Cutoff Value | 0,000100 |
| R-Squared of Final Model | 0,875460 |

Sequential ANOVA Section

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 163,98 | 27,33 | 4,69 | 0,078330 | 0,875460 |
| Linear | 3 | 70,6 | 23,53333 | 4,04 | 0,105579 | 0,376921 |
| Lin x Lin | 3 | 93,38 | 31,12667 | 5,34 | 0,069714 | 0,498539 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Sequential ANOVA Section Using Pure Error

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 163,98 | 27,33 | 4,54 | 0,191580 | 0,875460 |
| Linear | 3 | 70,6 | 23,53333 | 3,91 | 0,210469 | 0,376921 |
| Lin x Lin | 3 | 93,38 | 31,12667 | 5,17 | 0,166405 | 0,498539 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Response-Surface Regression Report

Response: **Remoción**

ANOVA Section

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|--------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 68,74 | 22,91333 | 3,93 | 0,109664 | 0,366991 |

| | | | | | | |
|-------------|---|----------|----------|------|----------|----------|
| x2 | 3 | 102,02 | 34,00667 | 5,83 | 0,060758 | 0,544667 |
| x3 | 3 | 86,6 | 28,86667 | 4,95 | 0,078201 | 0,462342 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

ANOVA Section Using Pure Error

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 68,74 | 22,91333 | 3,80 | 0,215117 | 0,366991 |
| x2 | 3 | 102,02 | 34,00667 | 5,65 | 0,154157 | 0,544667 |
| x3 | 3 | 86,6 | 28,86667 | 4,79 | 0,177467 | 0,462342 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Estimation Section

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 25,54545 | | | | |
| x1 | 1 | -0,4 | 0,8538017 | -0,47 | 0,663823 | 0,006834 |
| x2 | 1 | 1,05 | 0,8538017 | 1,23 | 0,286161 | 0,047088 |
| x3 | 1 | -2,75 | 0,8538017 | -3,22 | 0,032253 | 0,322999 |
| x1*x2 | 1 | 2,9 | 0,8538017 | 3,40 | 0,027364 | 0,359196 |
| x1*x3 | 1 | -0,15 | 0,8538017 | -0,18 | 0,869077 | 0,000961 |
| x2*x3 | 1 | 1,8 | 0,8538017 | 2,11 | 0,102697 | 0,138382 |

Model

$$25.54545 - .4 * x1 + 1.05 * x2 - 2.75 * x3 + 2.9 * x1 * x2 - .15 * x1 * x3 + 1.8 * x2 * x3$$

Estimation Section Using Pure Error

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 25,54545 | | | | |
| x1 | 1 | -0,4 | 0,8677077 | -0,46 | 0,690084 | 0,006834 |
| x2 | 1 | 1,05 | 0,8677077 | 1,21 | 0,349859 | 0,047088 |
| x3 | 1 | -2,75 | 0,8677077 | -3,17 | 0,086794 | 0,322999 |
| x1*x2 | 1 | 2,9 | 0,8677077 | 3,34 | 0,079056 | 0,359196 |
| x1*x3 | 1 | -0,15 | 0,8677077 | -0,17 | 0,878666 | 0,000961 |
| x2*x3 | 1 | 1,8 | 0,8677077 | 2,07 | 0,173741 | 0,138382 |

Model

$$25.54545 - .4 * x1 + 1.05 * x2 - 2.75 * x3 + 2.9 * x1 * x2 - .15 * x1 * x3 + 1.8 * x2 * x3$$

Lavado de la CTA

Response-Surface Regression Report

Response: **Recuperación**

Descriptive Statistics Section

| Variable | Count | Mean | Minimum | Maximum |
|--------------|-------|------|---------|---------|
| x1 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x2 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x3 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| Recuperación | 11 | 31,1 | 20,3 | 42,8 |

Hierarchical Model Summary Section

| | |
|---------------------------|----------|
| Number of Terms Removed | 0 |
| Number of Terms Remaining | 6 |
| R-Squared Cutoff Value | 0,000100 |

Sequential ANOVA Section

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 347,895 | 57,9825 | 11,13 | 0,017759 | 0,943470 |
| Linear | 3 | 302,68 | 100,8933 | 19,36 | 0,007615 | 0,820849 |
| Lin x Lin | 3 | 45,215 | 15,07167 | 2,89 | 0,165718 | 0,122620 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Sequential ANOVA Section Using Pure Error

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 347,895 | 57,9825 | 36,62 | 0,026817 | 0,943470 |
| Linear | 3 | 302,68 | 100,8933 | 63,72 | 0,015490 | 0,820849 |
| Lin x Lin | 3 | 45,215 | 15,07167 | 9,52 | 0,096553 | 0,122620 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Response-Surface Regression Report

Response: **Recuperación**

ANOVA Section

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 256,55 | 85,51667 | 16,41 | 0,010319 | 0,695748 |
| x2 | 3 | 57,59 | 19,19667 | 3,68 | 0,120041 | 0,156181 |
| x3 | 3 | 78,97 | 26,32333 | 5,05 | 0,075837 | 0,214162 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |

| | | | | | | |
|------------|---|----------|----------|--|--|----------|
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |
|------------|---|----------|----------|--|--|----------|

ANOVA Section Using Pure Error

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 256,55 | 85,51667 | 54,01 | 0,018233 | 0,695748 |
| x2 | 3 | 57,59 | 19,19667 | 12,12 | 0,077153 | 0,156181 |
| x3 | 3 | 78,97 | 26,32333 | 16,63 | 0,057269 | 0,214162 |
| Total Error | 4 | 20,845 | 5,21125 | | | 0,056530 |
| Lack of Fit | 2 | 17,67833 | 8,839167 | 5,58 | 0,151915 | 0,047943 |
| Pure Error | 2 | 3,166667 | 1,583333 | | | 0,008588 |

Estimation Section

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 31,1 | | | | |
| x1 | 1 | -5,15 | 0,8070974 | -6,38 | 0,003095 | 0,575419 |
| x2 | 1 | 2,25 | 0,8070974 | 2,79 | 0,049425 | 0,109833 |
| x3 | 1 | 2,5 | 0,8070974 | 3,10 | 0,036308 | 0,135597 |
| x1*x2 | 1 | 1,425 | 0,8070974 | 1,77 | 0,152221 | 0,044055 |
| x1*x3 | 1 | -1,875 | 0,8070974 | -2,32 | 0,080858 | 0,076273 |
| x2*x3 | 1 | -0,325 | 0,8070974 | -0,40 | 0,707778 | 0,002292 |

Model

$$31.1 - 5.15 * x1 + 2.25 * x2 + 2.5 * x3 + 1.425 * x1 * x2 - 1.875 * x1 * x3 - 0.325 * x2 * x3$$

Estimation Section Using Pure Error

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 31,1 | | | | |
| x1 | 1 | -5,15 | 0,4448783 | -11,58 | 0,007380 | 0,575419 |
| x2 | 1 | 2,25 | 0,4448783 | 5,06 | 0,036942 | 0,109833 |
| x3 | 1 | 2,5 | 0,4448783 | 5,62 | 0,030238 | 0,135597 |
| x1*x2 | 1 | 1,425 | 0,4448783 | 3,20 | 0,085195 | 0,044055 |
| x1*x3 | 1 | -1,875 | 0,4448783 | -4,21 | 0,051949 | 0,076273 |
| x2*x3 | 1 | -0,325 | 0,4448783 | -0,73 | 0,541049 | 0,002292 |

Model

$$31.1 - 5.15 * x1 + 2.25 * x2 + 2.5 * x3 + 1.425 * x1 * x2 - 1.875 * x1 * x3 - 0.325 * x2 * x3$$

Response-Surface Regression Report

Response: **Remoción**

Descriptive Statistics Section

| Variable | Count | Mean | Minimum | Maximum |
|----------|-------|----------|---------|---------|
| x1 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x2 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| x3 | 11 | 0 | -1 | 1 |
| Remoción | 11 | 25,54545 | 17,8 | 33,5 |

Hierarchical Model Summary Section

| | |
|---------------------------|----------|
| Number of Terms Removed | 0 |
| Number of Terms Remaining | 6 |
| R-Squared Cutoff Value | 0,000100 |
| R-Squared of Final Model | 0,875460 |

Sequential ANOVA Section

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 163,98 | 27,33 | 4,69 | 0,078330 | 0,875460 |
| Linear | 3 | 70,6 | 23,53333 | 4,04 | 0,105579 | 0,376921 |
| Lin x Lin | 3 | 93,38 | 31,12667 | 5,34 | 0,069714 | 0,498539 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Sequential ANOVA Section Using Pure Error

| Source | df | Sequential Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Incremental R-Squared |
|-------------|----|------------------------|-------------|---------|------------|-----------------------|
| Regression | 6 | 163,98 | 27,33 | 4,54 | 0,191580 | 0,875460 |
| Linear | 3 | 70,6 | 23,53333 | 3,91 | 0,210469 | 0,376921 |
| Lin x Lin | 3 | 93,38 | 31,12667 | 5,17 | 0,166405 | 0,498539 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Response-Surface Regression Report

Response: **Remoción**

ANOVA Section

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 68,74 | 22,91333 | 3,93 | 0,109664 | 0,366991 |
| x2 | 3 | 102,02 | 34,00667 | 5,83 | 0,060758 | 0,544667 |
| x3 | 3 | 86,6 | 28,86667 | 4,95 | 0,078201 | 0,462342 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

ANOVA Section Using Pure Error

| Factor | df | Last Sum-Squares | Mean Square | F-Ratio | Prob Level | Term R-Squared |
|-------------|----|------------------|-------------|---------|------------|----------------|
| x1 | 3 | 68,74 | 22,91333 | 3,80 | 0,215117 | 0,366991 |
| x2 | 3 | 102,02 | 34,00667 | 5,65 | 0,154157 | 0,544667 |
| x3 | 3 | 86,6 | 28,86667 | 4,79 | 0,177467 | 0,462342 |
| Total Error | 4 | 23,32727 | 5,831818 | | | 0,124540 |
| Lack of Fit | 2 | 11,28061 | 5,640303 | 0,94 | 0,516420 | 0,060225 |
| Pure Error | 2 | 12,04667 | 6,023334 | | | 0,064315 |

Estimation Section

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 25,54545 | | | | |
| x1 | 1 | -0,4 | 0,8538017 | -0,47 | 0,663823 | 0,006834 |
| x2 | 1 | 1,05 | 0,8538017 | 1,23 | 0,286161 | 0,047088 |
| x3 | 1 | -2,75 | 0,8538017 | -3,22 | 0,032253 | 0,322999 |
| x1*x2 | 1 | 2,9 | 0,8538017 | 3,40 | 0,027364 | 0,359196 |
| x1*x3 | 1 | -0,15 | 0,8538017 | -0,18 | 0,869077 | 0,000961 |
| x2*x3 | 1 | 1,8 | 0,8538017 | 2,11 | 0,102697 | 0,138382 |

Model

$$25.54545-.4*x1+ 1.05*x2-2.75*x3+ 2.9*x1*x2-.15*x1*x3+ 1.8*x2*x3$$

Estimation Section Using Pure Error

| Parameter | df | Regression Coefficient | Standard Error | T-Ratio | Prob Level | Last R-Squared |
|-----------|----|------------------------|----------------|---------|------------|----------------|
| Intercept | 1 | 25,54545 | | | | |
| x1 | 1 | -0,4 | 0,8677077 | -0,46 | 0,690084 | 0,006834 |
| x2 | 1 | 1,05 | 0,8677077 | 1,21 | 0,349859 | 0,047088 |
| x3 | 1 | -2,75 | 0,8677077 | -3,17 | 0,086794 | 0,322999 |
| x1*x2 | 1 | 2,9 | 0,8677077 | 3,34 | 0,079056 | 0,359196 |
| x1*x3 | 1 | -0,15 | 0,8677077 | -0,17 | 0,878666 | 0,000961 |
| x2*x3 | 1 | 1,8 | 0,8677077 | 2,07 | 0,173741 | 0,138382 |

Model

$$25.54545-.4*x1+ 1.05*x2-2.75*x3+ 2.9*x1*x2-.15*x1*x3+ 1.8*x2*x3$$

