

REPUBLICA DE CUBA

Ministerio de Educación Superior
Instituto Superior Minero Metalúrgico
MOA - HOLGUIN

*

*

*

TRABAJO DE DIPLOMA

*

*

*

Titulo: Algunas consideraciones acerca del
espesamiento de la pulpa en el proceso
metalúrgico de la Fábrica "Cmdte. Pedro
Sotto Alba".

Autora: Martha Montero Matos.



Tutora: Elsy Ferrer.



Curso: 1988 - 1989.

* * *

DEDICATORIA

Dedico este trabajo que ha sido el resultado de un gran esfuerzo durante muchos años a quienes me dieron vida, me supieron educar y enseñar el camino correcto.

A mis padres y hermanos.

A mis futuros hijos.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer con gran sinceridad a todas las personas que me han ayudado, no sólo en la realización de este trabajo, sino a todos los que me han dado su ayuda intelectual o espiritualmente para poder llegar hasta aquí:

Muy especialmente: A mi amor Rafael García; a mis grandes amigas Caridad Terrero, Adela Triana y Rafaela Fuentes; a Rogelio García, a mi compañera de mesa en el aula durante los seis años, Josefina Olmos a los profesores que he tenido durante la carrera, a mis compañeros de trabajo especialmete Luis Rojas Purón, Gerardo Orozco Melgar y al profesor José Falcón, a los compañeros del Laboratorio de Microscopía Electrónica de Sanidad Vegetal en Holguín y en la Habana: Alexander (asesor sovietico), Javier Sanpedro, Wilma Estelvina, René García, Alberto (kiko), Dagoberto Rodriguez. A los compañeros del CIME en la Habana, Julio Bregado, a mi tutora Elsy Ferrer.

Agradesco en general a todos los que se han preocupado porque este trabajo saliera bien.

INDICE

	Pág.
Introducción	1
PARTE GENERAL.	
CAPITULO I. - Nociones Generales del Proceso Hidrometalúrgico de la fábrica "Cmde. Pedro Sotto Alba de Moa. Esquema tecnológico.....	3
I.1. - Características del mineral tratado...	6
I.2. - Proceso de Espesadores de Pulpa. Esquema tecnológico.....	8
I.3. - Características de los Espesadores....	11
I.4. - Aspectos teóricos sobre el espesa- miento de las pulpas.....	12
I.5. - Factores que influyen en el espesamiento.....	14
CAPITULO II. - Estudio bibliográfico de trabajos realizados sobre el mineral limonítico y el proceso de sedimentación en la fábrica Cmde. Pedro Sotto Alba de Moa.....	18
PARTE ESPECIAL.	
CAPITULO II. - Materiales y Métodos de investigación utilizados.....	23
I.1. - Espectrofotometría de Absorción Atómica.....	25

I.2. - Fluorescencia de rayos X.	26
I.3. - Análisis por difracción de rayos X.	27
I.4. - Resultados del trabajo.	29
CAPITULO II. - Microscopía Electrónica. Aspectos teóricos.	36
II.1. - Análisis en el Microscopio Electrónico de transmisión.	40
II.2. - Análisis en el Microscopio Electrónico de Barrido.	47
II.2.1. - Tamaño de partícula. Método de Realización y de cálculo.	48
II.3. - Análisis Roentgenométrico por el Microscopio Electrónico.	55
II.4. - Resultado del trabajo.	57
PARTE FINAL.	
CAPITULO I.1. - Conclusiones.	64
I.2. - Recomendaciones.	67
I.3. - Bibliografía.	69
I.4. - Anexos gráficos y tablas.	71

INTRODUCCION

Obtener el porcentaje de sólido requerido en la pulpa limonítica (47,8 %) en la Planta de Espejadores de Pulpa de la empresa Cmdte. Pedro Sotillo Alba de Moa, implicaría un mejor aprovechamiento de los índices técnico - económico en el proceso hidrometalúrgico beneficiando esto nuestra economía.

Alrededor del 45 % de sólido son los valores que generalmente se obtienen en el proceso; para mejorar estas cifras se han realizado varios trabajos investigativos que en la mayoría de los casos los resultados obtenidos a escala de laboratorio fueron buenos, pero al trasladarlo a escala industrial la respuesta no ha sido la misma. De aquí se desprende que el proceso de sedimentación aunque parezca sencillo, consta de una gran complejidad y que la búsqueda de soluciones a este problema sea constante haciendo uso de todos los medios que nos brindan los grandes logros de la ciencia y la técnica.

Es por esto que el objetivo de nuestro trabajo está encaminado a brindar información que posibilite estudiar mejor los factores que influyen en el proceso de sedimentación.

Para ello se hizo un muestreo en un momento sedimentación regular (43,5 %) de sólido ; valorandose la composición, mineralógica y química de muestras representativas del material limonítico mediante las siguientes técnicas de investigación.

- Análisis Químico por Absorción Atómica y Fluorescencia de rayos - X.
- Difracción de Rayos - X.
- Microscopía Electrónica de Transmisión.
- Microscopía Electrónica de Barrido.

Constituye un logro fundamentalmente los resultados obtenidos por el método de microscopía electrónica ya que nos permitió estudiar las formas, distribución, asociación y tamaño de las partículas minerales en el seno de la suspensión dentro del espesador.

Trabajo de
Diploma

Instituto Superior Minero Metalúrgico
FACULTAD METALURGIA ELECTROMECHANICA

HOJA

No. _____

P A R T E G E N E R A L

CAPITULO I.

NOCIONES GENERALES DEL PROCESO HIDROMETALURGICO DE LA FABRICA "CMDTE. PEDRO SOTTO ALBA" DE MOA.

Esta fábrica está proyectada para separar los valores metálicos de níquel y cobalto de los minerales de limonita de la zona de Moa y producir un concentrado de níquel cobalto en forma de sulfuro [1].

La misma procesa alrededor de 1 745 100 tn de mineral por año ó 4 986 tn por día, con un análisis de 1,38 % de níquel y 0,12 % de cobalto.

De este mineral tratado se producen alrededor de 120 tn de concentrados de níquel por día con un contenido de 55,8 % de níquel y 5,1 % de cobalto. El presente estimado demuestra que hay una reserva de mineral suficiente como para operar la planta a la capacidad mencionada por un período de 50 años aproximadamente.

El mineral extraído a cielo abierto es enviado a la Planta de Preparación de Pulpa y sometido a un proceso de beneficio donde es mezclado con agua y pasado a través de diferentes mallas, las cuales tienen la finalidad de obtener una pulpa con partículas menores e iguales que $5,84 \times 10^{-3} \text{ m}$, (0,023 pulg), que cae en un colector de donde se alimenta por gravedad a través de una línea de concreto de $6,09 \times 10^{-1} \text{ m}$ (24 pulg.) de diámetro a la Planta de Espesadores de Pulpa, aquí el propósito primordial de

esta planta es producir una pulpa espesada de aproximadamente 47,8 % de sólido, de la pulpa que se recibe, la cual llega con 25 - 30 % de sólido.

Esta pulpa espesada es alimentada a los reactores de Lixiviación, cuyo objetivo es disolver los óxidos de níquel y cobalto en forma de sulfatos mediante el H_2SO_4 al 98 % como reactivo químico.

Estos reactores operan a 246 °C y 3 657 880,4 Pa (37,3 kg/cm²). Bajo estas condiciones de temperatura y presión, el níquel y el cobalto son disueltos como sales de sulfatos, dejando un residuo de mineral: la pulpa lixiviada, consistente en mineral lixiviado y licor que contienen níquel y cobalto, la cual enviada a la Planta de Lavaderos, donde mediante un sistema de decantación de 7 etapas y lavado a contracorriente se logra:

- a. separar la parte líquida de la sólida.
- b. lavar el mineral sedimentado para extraerle la mayor cantidad de níquel y cobalto posible.

El mineral lixiviado y lavado es enviado a un estanque o presa de colas donde se conserva para un futuro proceso como mineral de hierro (47 %) aproximadamente.

El líquido "licor" conteniendo sulfato de níquel y cobalto es bombeado a la Planta de Neutralización donde se crean las condiciones para la posterior precipitación de níquel y cobalto. Aquí se eleva el

pH mediante la adición de pulpa de coral (CaCO_3) y se elimina H_2S .

El licor producto es calentado posteriormente a la neutralización y bombeado hacia la Planta de Precipitación de Sulfuros. En esta planta el licor producto es tratado con H_2S para precipitar el níquel y el cobalto mediante reacciones químicas de reducción lo que se ejecuta en autoclaves horizontales con agitación mecánica bajo la temperatura, agitación y acción del H_2S , el níquel y el cobalto son precipitados como sulfuros en forma de partículas negras y densas.

La pulpa de sulfuros (65 % de sólido) es enviada a la Planta de Secado en el Puerto, mediante camiones trompos o sulfoterías, donde se almacena y se envasa en contenedores, se le disminuye la humedad, secándolo hasta un 15 - 25 % en el propio contenedor. Finalmente se almacena y rotula para su embarque como sulfuro de níquel y sulfuro de cobalto. Ver (fig. 1).

I.1 - CARACTERISTICAS DEL MINERAL TRATADO.

La materia prima principal de la fábrica es la limonita que se encuentra en la parte superior del yacimiento.

Su composición mineralógica esta dada por:

- | | | |
|---|---|--|
| - Goethita | } | → óxidos e hidróxidos
de hierro con contenido
de níquel y cobalto. |
| - Magnetita | | |
| - Hematita | | |
| - Magemita | | |
| - Cuarzo | | |
| - Hidrargilita | → | mineral de aluminio. |
| - Cromita | | |
| - Caolinita | | |
| - La serpentina es un horizonte por debajo del
horizonte limonítico compuesta por: | | |
| - Antigorita o Lisardita | } | → silicatos de Mg
con contenido de
níquel e hierro. |
| - Cloritas | | |
| - Cuarzo | | |
| - Goethita | | |
| - Magnetita | | |
| - Nepouita | → | silicato de níquel
y magnesio. |

La composición química de la limonita está dada por:

Fe - 47,5 %

Al - 5,0 %

Cr - 2,0 %

Ni - 1,38 %

Mg - 0,70 %

Co - 0,14 %

Cu - 0,024 %

Zn - 0,04 %

Mn - 0,76 %

SiO₂ - 4,2 %.

1.2 - PROCESO DE ESPESADORES DE PULPA.

La sección de espesadores de pulpa es el paso final de la producción de una pulpa de mineral acuosa, para la consiguiente operación de lixiviación [5].

El propósito primordial de esta planta es producir una pulpa espesada, de aproximadamente 47,8 % de sólido. Para ello se recibe el mineral (pulpa) de 25 - 30 % de sólido y con un tamaño aproximadamente de las partículas que provienen de la sección de preparación de $5,84 \times 10^{-4}$ m (0,023 pulg.).

El mineral se transporta por gravedad, a través de una línea de concreto de $6,09 \times 10^{-1}$ m (24 pulg.) de diámetro y es descargado en el compartimiento de alimentación de una caja distribuidora diseñada para distribuir dos flujos: el de la pulpa de alimentación para los tanques de espesadores y el de la pulpa espesada. Esta última, a su vez, puede ser transferida en tres flujos más: recirculación para el mismo tanque, recirculación de un tanque espesador para otro y abastecimiento a la planta de lixiviación. Las tres últimas operaciones pueden realizarse a la vez cuando así lo requiera el proceso. Durante la operación normal las esclusas de la caja distribuidora son dispuestas de manera que la pulpa de alimentación (25 al 30 % de sólido) sea distribuida en uno o en ambos espesadores conjuntamente con la parte excesiva del producto final que se bombea a lixiviación.

El proceso de espesamiento se realiza en tres tanques espesadores de 113 m (376 pie)de diámetro en la parte superior. Estos con capacidad para almacenar de 18 000 a 25 000 tn y están diseñados para manipular pulpa de 52- 54 % de sólido. Además, están provistos de un mecanismo de rastrillos de dos brazos que giran dando una vuelta completa cada 45 min.

La pulpa, debidamente espesada, es extraída de los sedimentadores o espesadores por medio de bombas centrífugas y enviada a la planta de lixiviación.

Esta operación puede realizarse directamente o pasándola por el compartimiento correspondiente de la caja distribuidora.

El agua de reboso de los espesadores es succionada por bombas centrífugas y enviada, a través de una tubería de acero al carbono de $2,54 * 10^{-1}$ m (10 pulg.) de diámetro a la planta de preparación de pulpa.

Como protección contra cualquier golpe de agua que pueda ocurrir en el sistema referido, esta instalado un tanque de amortiguamiento, acoplado a un compresor. Este tiene la función de mantener un 50 % de la capacidad del tanque ocupado por aire y el resto por agua, para lograr de esta forma el efecto de amortiguamiento. El tanque se encuentra al principio de la línea para absorber cualquier impacto repentino que pueda ocurrir, producto del retorno del agua.

El aire en este amortiguador se suministra automáticamente y el nivel de agua se controla, de igual modo, por un nivel de flota.

En el caso en que el nivel de agua en los espesadores esté por debajo del deseado, se restablece mediante las bombas que succionan de la alimentación, procedente de la planta de agua "A". Estas mismas bombas se utilizan para alimentar agua al cono de los espesadores cuando presentan sobrecargas (sólido excesivo) o en caso de obstáculos en la salida de los mismos, además para el agua de servicio doméstico.

En esta planta todas las bombas utilizadas, tanto para el bombeo de la pulpa como para el agua de reboso o las de dilución, son centrífugas y accionadas por motores eléctricos. Ver (fig. 2).

I.3 - CARACTERISTICAS DE LOS ESPESADORES

Los espesadores son tanques de forma cilíndrica y fondo cónico. Poseen un diámetro mayor con relación a su altura con gran área de espesamiento. Están provistos de brazos o rastrillos los cuales son accionados por un mecanismo eléctrico, moviéndolos radialmente cercano al fondo del tanque; la función de estos rastrillos es transportar el sólido espesado desde la periferia hacia el centro del tanque y al mismo tiempo ayudar al espesamiento por acción mecánica sobre la pulpa pero sin agitar.

La pulpa espesada es evacuada del sedimentador por el fondo del tanque por medio de bombas centrífugas y conducida a la caja distribuidora o directamente a la planta de lixiviación.

En la parte superior del tanque existe una canal de reboso; su función es retornar el agua liberada producto del espesamiento de la pulpa, a través de bombas y por una tubería hasta la planta de Preparación de Pulpa, para lavar el mineral.

Según teoría del espesamiento [12] a medida que este proceso tiene lugar dentro del tanque se diferencian 4 etapas fundamentales.

- 1ra. etapa. Licor clarificado.
- 2da. etapa. Sedimentación libre.
- 3ra. etapa. Sedimentación contrariada o transición.
- 4ta. etapa. Pulpa espesada o compresión.

El trabajo se ha realizado en las 3 primeras etapas que a la vez se subdividen en varias capas (fig 3).

I.4 - ASPECTOS TEORICOS SOBRE EL ESPESAMIENTO DE LAS PULPAS.

Fundamento teóricos sobre sedimentación.

La separación de partículas en suspensión constituye una etapa previa a cualquier procedimiento motivado por la presencia de sólidos precipitables o en suspensión.

El modelo hidrodinámico para el movimiento de partículas en medios fluidos resulta de la consideración de las diferentes fuerzas intrínsecas y externas que actúen simultáneamente, cuya entidad relativa, como es sabido, depende en gran medida del del rango de tamaños de las partículas. Así, la presencia dominante de fuerzas de agitación térmicas, fuerzas gravitacionales, electrostáticas, de inercia electromagnéticas, fuerzas de adhesión y cohesión y fuerzas de rozamiento de forma y superficie, pueden determinar la transición entre el mecanismo de difusión y el de sedimentación, la relación entre la tendencia a la dispersión y a la coagulación [2].

La sedimentación, de acuerdo con la concentración de partículas y el estado de agregación de las mismas, presenta diversas formas. En realidad, y durante el fenómeno de sedimentación, la transición entre cada una de estas formas es gradual a medida que aumenta la concentración, por lo que estas formas pueden considerarse como las distintas etapas en el

mecanismo de sedimentación.

La compresión de partículas sedimentadas se produce con suspensiones altamente concentradas, donde las partículas o agregados están en contacto físico unos con otros y el fluido comienza a ser desalojado de una especie de esponja sólida que incluso con manifestación de pequeñas erupciones, se comprimen progresivamente.

A este respecto, es bien diferente el comportamiento de soluciones floculadas y no floculadas. Realmente en las suspensiones no floculadas no existe la compresión, sino un reagrupamiento final en torno a la porosidad de equilibrio.

Los diferentes grados de compactación se pueden clasificar, de acuerdo con la intensidad de las fuerzas presentes en:

. Agrupación, empaquetamiento de partículas, inclusión sólida, fusión de cristales.

I.5 - FACTORES QUE INFLUYEN EN EL ESPESAMIENTO.

- CONCENTRACION INICIAL:

Al aumentar la concentración inicial disminuye la velocidad de sedimentación y la claridad del sobrenadante.

Talmage y Fitch realizaron experimentos discontinuos de igual altura inicial, pero variando la concentración inicial de suspensión, encontrando que a mayor concentración inicial se obtiene mayor concentración en el fondo.

Sin embargo para Pearse, al aumentar la concentración inicial disminuye la concentración en el fondo hasta un mínimo, a partir del cual aumenta. Este mínimo se produce como consecuencia de la disminución de la compresión en bajas concentraciones con menor capa superior de lodos para prevenir el escape de fluido, aumentar la compresión, y más pequeño empaquetamiento de flóculos en altas concentraciones.

También es muy importante conseguir una suspensión homogénea; de lo contrario, aparecerán fenómenos de sedimentación diferencial.

Los mejores métodos de homogenización son los de inversión de la probeta y el empleo de plunger.

- TAMAÑO DE PARTICULAS:

Las partículas de mayor tamaño tienden a sedimentar más rápidamente, pero si son partículas muy pequeñas tienden a flotar y el proceso se hace más lento.

- DENSIDAD:

Posee estrecha relación con el tamaño, si la densidad de la partícula es menor que la del fluido en el cuál se introducen, flotarán en el seno del líquido, y si es superior irán al fondo.

- AGITACION:

Se consideran dos formas de agitación: integral y localizada.

• Agitación de toda la suspensión.

Se emplean diversos métodos: inyección de aire, bombas, paletas y emisión ultrasónica. Estos métodos tratan de romper las fuerzas entre partículas, aunque según Vesilind sirve para minimizar el efecto pared (incluso encontró que el efecto de agitación disminuye al aumentar el diámetro de la probeta).

• Agitación del fondo de la suspensión.

Pretende destruir la consolidación en el fondo consiguiendo una mayor concentración del sólido.

Una agitación suave aumenta la velocidad de sedimentación, aunque no se han encontrado relaciones cuantitativas entre la intensidad de la agitación y la velocidad de sedimentación.

Todo esto serviría para soportar la hipótesis de que las fuerzas interpartículas son responsables de las desviaciones del comportamiento ideal, pero no contribuyen a la descripción cuantitativa de las características de la sedimentación.

- TEMPERATURA:

Generalmente la velocidad de sedimentación aumenta al incrementar la temperatura y consecuentemente disminuir la viscosidad del medio.

Sin embargo, no se cumple la relación.

$$v_{s1} = v_{s2} \frac{\mu_{F1}}{\mu_{F2}}$$

v_s - velocidad de sedimentación; $m s^{-1}$.

μ_F - viscosidad del fluido; $kg^{-1}m^{-1} s$.

Y esto es debido a que la temperatura da lugar a fenómenos contrapuestos.

- EFEECTO DEL TIEMPO:

Free establece que el aumento de la concentración con el tiempo el fondo del tanque discontinuo se debe a que las fuerzas compresivas, aumentan con el tiempo, a causa del incremento del peso de los sólidos en la zona de compresión.

Por su parte, Coe y Cleverger, establecieron que una suspensión en una probeta de baja altura comprime más rápidamente que una de mayor altura, y que por lo tanto, para la misma duración del experimento permanece más tiempo espesando.

De ahí concluyen que la compresión es función del tiempo.

Shirato y Cols encontraron experimentalmente que la distribución de concentraciones con el tiempo

varía. Al principio la concentración en el fondo aumenta rápidamente, mientras que en la parte superior permanece casi constante; después de la zona de concentración constante desaparecerá gradualmente y aumenta la concentración hasta el total desarrollo de la distribución de concentración.

CAPITULO II.

ESTUDIO BIBLIOGRAFICO DE TRABAJOS REALIZADOS SOBRE EL MINERAL LIMONITICO Y EL PROCESO DE SEDIMENTACION EN LA FABRICA CMDTE. PEDRO SOTTO ALBA DE MOA.

En el trabajo [6] se plantea que los dos factores principales más influyentes en el proceso de sedimentación son: a). la composición granulométrica del componente sólido en la pulpa y b). la composición iónica de fase líquida en la pulpa.

La primera se explica porque más del 60 % de las partículas tienen un tamaño menor de 10 micrones, explicándose que en el yacimiento, estas partículas, junto con las de mayor tamaño forman concreciones (terrones) los cuales comienzan a desintegrarse en el proceso de lavado a que es sometido el mineral. El rompimiento de las concreciones, hasta lograr toda la separación de las partículas sólidas, depende de la maceración (tiempo de contacto del mineral con el agua) y de la agitación mecánica a que es sometida la pulpa; por lo que se plantea que el proceso de preparación de pulpa (lavado), el tiempo de contacto del mineral con el agua y también las condiciones naturales del mineral deben resultar factores influyentes en el grado de rompimiento de las concreciones y por lo tanto en la composición granulométrica de la pulpa que llega a espesadores.

La composición iónica de la pulpa, o sea, la presencia de los diferentes iones en una u otra concentración, van a influir decisivamente en el fenómeno de dispersión (repulsión) y coagulación (adhesión) de las partículas muy pequeñas entre sí o con las partículas mayores.

El trabajo [7] presenta resultados preliminares de las investigaciones mineralógicas de la pulpa cruda de la planta "Pedro Sotto Alba" de Moa, tomando tres muestras una en la planta de preparación de pulpa, una a la salida de esta planta y la tercera de la pulpa que entra a los tanques de sedimentación.

En el análisis granulométrico por vía húmeda, obtuvieron 4 clases de tamaño: + 0,10 mm; - 0,10 mm; + 0,074 mm; - 0,074 mm; + 0,044 y - 0,044 mm. Destacando un aumento significativo de los por ciento recuperados hacia la clase - 0,044 mm en todas las muestras observandose un aumento de 8,28 % de esta misma clase, del mineral a la pulpa.

A la clasificación microgranulométrica sometieron la clase 0,044 mm, experimentando el predominio de la clase 44-30 μ m en cada una de las muestras, además detectando que hacia la muestra 3 hay un aumento del 3 %. No conociendo como puede reflejarse este aumento de las clases finas del mineral hacia la pulpa en la sedimentación.

En el análisis mineralógico - petrográfico, realizado por medio de un microscopio binocular estereoscópico y microscopio de luz polarizada, les permitieron determinar los minerales presentes en las mismas: Goethita, Magnetita, Gibbsita, Cromo - espinelas, Serpentina, minerales de manganeso, Cuarzo y Pirita.

En el trabajo [8], se realizó un estudio granulométrico de la pulpa cruda laterica en el que se plantea que la fracción dispersa ($< 37 \mu\text{m}$) es de un 82 - 87 %, en la cual la fracción $< 1 \mu\text{m}$ alcanza valores de 37 - 48 %. El contenido de grumos de diferentes tamaños de 5 - 53 % alcanza valores de 15 hasta 25 % de la masa de la pulpa cruda, incrementándose aparentemente el grado de polidispersidad de la fracción dispersa.

En el trabajo [9], se realizó el análisis físico - mineralógico de las fracciones dispersas ($< 37 \mu\text{m}$) de la pulpa cruda del mineral laterico, mediante las técnicas de difracción de rayos - X y análisis térmico.

En él se plantea que la goethita constituye un mineral muy abundante y posiblemente es el principal mineral portador de níquel. En los roentnogramas de la fracción ($< 1 \mu\text{m}$) se detectan los reflejos característicos de la goethita, hidrogóethita y hematita, donde estos minerales presentan

probablemente desorden reticular, debido entre otras cosas a sustituciones isomórficas reticulares de Fe^{3+} , por Ni^{2+} y Mn^{2+} .

Al calentar la goethita empieza a destruirse y a los 250°C y que durante una hora a 300°C la destrucción escasi total transformandose lentamente en hematita. La hidargilita en la fracción ($< 1 \mu$), su comportamiento roentignográfico al ser tratada la muestra de polvo térmicamente a 300°C y a 1000°C durante una hora, lo que se observó la extinción de todos los reflejos que determinaban la fase hidrargilita, ya a los 1000°C determinó la presencia de óxido e hidróxidos de Al en la fracción y por lo tanto la presencia de Hidrargilita.

Según el predominio de las fases minerales Mn_2O_3 y MnO_2 en las muestras temperizadas hace suponer la existencia predominante de psilomeno en las muestras sin temperizar.

En las curvas de ATD de las diferentes fracciones aparece una deflexión aproximadamente de 80 a 105°C que según criterios de varios autores esto se debe a un efecto de tamaño muy pequeño del cristal de goethita principalmente.

Se concluye entonces que la fracción ($< 37 \mu$) de la pulpa cruda laterítica está constituida fundamentalmente por goethita + hidrogoethita, hematita, magnetita, magemita, lepidocrosita; y oxihidróxidos de Al, Mn y Cr, el contenido de estos

últimos parece que a medida que aumenta el tamaño del grano, él se incrementa.

Plantea además que la goethita e hidrogoethita se manifiestan con cierto grado de desorden reticular ante la difracción de rayos - X y el análisis térmico, debido en cierta medida a sustituciones isomórficas de Fe por Al.

Expone finalmente que las sustituciones isomórficas en los oxihidróxidos de Fe como de Al, Mn son las causas directas e indirectas de la retención adicional del agua percola entre los grumos y dentro de los mismos, así como en su formación.

Trabajo de
Diploma

Instituto Superior Minero Metalúrgico
FACULTAD METALURGIA ELECTROMECHANICA

HOJA

No. _____

P A R T E E S P E C I A L

CAPITULO I.

MATERIALES Y METODOS DE INVESTIGACION UTILIZADOS.

Muestreo:

El muestreo fue realizado en el tanque "A" de la planta por ser el que menor porcentaje de sólido tenía en el nivel (0,0) ó pulpa espesada hasta ese momento, según análisis realizado en la planta en cada turno (transverso) este era igual a 43,5 %. Fueron tomadas 10 muestras a diferentes niveles de profundidad correspondientes a la parte de la pulpa que se no ha sedimentado; con el objetivo de realizar un muestreo más uniforme dentro del tanque se tomaron un número mayor de muestras a las analizadas en el transverso; por esta razón encontraremos algunas muestras de las que no tenemos el porcentaje de sólido en su lugar (*).

"TK- 1A". Espesadores de Pulpa. 43,5 % de sólido.

TURNO: 11.00 A.M - 7.00 PM.		FECHA: 28-3-1989
MUESTRA	NIVEL EN TANQUE	% SOLIDO
1	PULPA DE ENTRADA	25 - 30
2	9,00 M (30 PIE)	AGUA DE REBOSO
3	8,70 M (29,0 PIE)	AGUA DE REBOSO
4	8,40 M (28,0 PIE)	19,72
5	7,95 M (26,5 PIE)	20,13
6	7,50 M (25,0 PIE)	*
7	6,90 M (23,0 PIE)	*
8	6,45 M (21,5 PIE)	27,72
9	5,40 M (18,0 PIE)	*
10	4,95 M (16,5 PIE)	33,29

De acuerdo al tipo de método empleado para la realización del análisis, las muestras de pulpa se clasificarán en:

- sólido en suspensión: pequeñas partículas que macroscópicamente su presencia se denota por ofrecer cierta turbidez al agua (lamas).
- sólido seco: es la pulpa homogénea y secada a temperatura menor de 40 °C.

Los métodos de investigación utilizados para analizar las muestras anteriores son:

1. Análisis químico por Espectrofotometría de Absorción Atómica y Fluorescencia de rayos - X.
2. Difracción de rayos X.
3. Microscopía Electrónica de Transmisión.
4. Microscopía Electrónica de Barrido.

I.1 - ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.

Se realizó en el Laboratorio Central de la Pedro Sotto Alba; este método es muy utilizado para la determinación de los elementos presentes en una solución, ya sea en trazas o en concentraciones.

La muestra líquida se pulveriza y el aerosol así producido se conduce a una llama de acetileno - aire.

Los elementos contenidos en la disolución se transforman en la llama ampliamente en el estado base atómico. Los átomos absorben con preferencia radiación de la longitud de onda que corresponden al paso del estado base. La raya de resonancia necesaria para la absorción se suministra por una lámpara de cátodo hueco de ancho de banda extremadamente pequeño, cuyo material catódico se compone del elemento a determinar. El flujo luminoso del radiador de fondo, atenuado por la absorción atómica, llega a través del monocromador de red al receptor, después de la amplificación realizada la señal llegará a rectificarse de forma sensible a la fase, a promediarse por medio de una constante de tiempo y se indicará.

Metodología para la preparación de las muestras.

El sólido seco; se tritura, se pasa por una malla de 400 mm, se lleva a la estufa y se seca a 110 °C para eliminarle toda la humedad, posteriormente pesamos 1g de la muestra, se disuelve con una mezcla de ácidos

nítrico y clorhídrico en una relación de 3:1, en caliente, llevamos hasta sequedad, redisolvemos con clorhídrico 1:1 y se lleva a volumen exacto para de aquí tomar las diferentes alícuotas para los análisis.

I.2 - FLUORESCENCIA DE RAYOS - X.

La fluorescencia de rayos - X, es un método eficaz para la determinación de los elementos químicos en la muestra. Esta técnica consiste en la excitación de una muestra con radiaciones procedentes de una fuente de rayos - X, la cual al excitarse emite un espectro característico para cada elemento que la integra, de esta forma se selecciona una línea analítica para cada elemento que estamos analizando, mediante el uso de cristales.

La metodología empleada para la elaboración fue el método de compactación. Este método se emplea cuando la composición de la muestra no es muy variada y por lo general en sustancias que puedan ser pulverizadas fácilmente.

Luego de la preparación de la muestra (trituration, homogenización y tamaño de 100 μm), se hace una tableta añadiendo al fondo del troquel Acido Bórico como base de la tableta y posteriormente la muestra. Esta tableta es la que se introduce en el equipo para el análisis.

I.3 - ANALISIS POR DIFRACCION DE RAYOS - X.

El análisis por difracción de rayos - X, constituye un método racional y rápido para la identificación y caracterización de minerales y mezclas de minerales, especialmente para aquellas que se presentan en fracción menor de 1 micrón, o sea criptogranulares. Para aplicar este método es muy importante tener los análisis químicos de las muestras para utilizarlo como una guía o patrón en la búsqueda de los minerales.

El fenómeno de difracción que ocurre al hacer incidir un haz de rayos - X sobre una muestra cristalina en donde bajo las condiciones experimentales según ecuación de Bragg, permite el diagnóstico de los minerales y otras sustancias cristalinas estableciendo una relación entre las características estructurales de la sustancia que se procesa y las condiciones experimentales en que se realiza el ensayo.

Expresión matemática de la Ley de Bragg.

$$n\lambda = 2d \cdot \sin \theta$$

donde:

n. - orden de difracción de la radiación X;
 $n = 1, 2, 3 \dots \text{etc.}$

λ . - longitud de onda que caracteriza la radiación X con que se trabaja, y depende del tubo (cátodo al vacío) utilizando en este caso el de Co; A^0 .

d. - distancia interplanar que caracteriza la familia de planos reticulares de la sustancia cristalina; A^0 .

θ . - ángulo de incidencia de la radiación X con respecto a las principales familias de planos reticulares.

El análisis fué realizado en el goniómetro HZG-4, con generador de alto voltaje TUR - M-62, el régimen de trabajo fué Co K α ; 40 Kv, 30 mA, 2°/min, T -3, ángulo de barrido 20-65°, 079/079.

La metodología empleada por la preparación de las muestras fue la propuesta por Grin. [3]

La muestra tiene que ser sólida, por este motivo sólo se le pudo realizar éste tipo de análisis a 8 muestras (1,4,5,6,7,8,9,10).

I.4 RESULTADOS DEL TRABAJO.

Por medio del análisis químico pudimos conocer el resultado de 12 elementos, cada muestra se hizo por triplicado y se tomó el valor promedio. Ver (tabla No. 1).

Al comparar la pulpa de entrada (muestra 1) con la última capa de sólido en suspensión antes de la pulpa espesada (muestra 10), apreciamos que la concentración de casi todos los elementos analizados, excepto el hierro, varía ligeramente al a travesar las diferentes capas dentro del espesador, esta variación se cuantifica de la siguiente forma para cada elemento:

- Ni - 0,08	- Co - 0,012	- Cu - 0,001
- Mn - 0,070	- Zn - 0,002	- Mg - 0,115
- Na - 0,003	- K - 0,005	- Cr - 0,771
- Si - 2,11.		

Para el hierro ocurre lo contrario, a medida que el sólido desciende hacia la pulpa espesada su concentración tiende a aumentar la diferencia notable es de Fe - 2,19 %, esto nos da una idea de que como el Hierro está presente en grandes cantidades dentro de la muestra y por tener éste un peso específico mayor que el resto de los elementos tienda a sedimentar con mayor rapidéz y en mayor cantidad; sucediendo que las partículas menos pesadas

vayan quedando en los diferentes niveles o capas durante su recorrido, restándole éste suceso % de sólido al producto espesado.

En la etapa de interpretación de los difractogramas pudimos valorar la composición mineralógica de las muestras analizadas representativas de los diferentes niveles dentro del espesador:

Muestra # 1 (representativo de la pulpa de entrada). La fase principal es la GOETHITA con las siguientes distancias interplanares en Å y sus correspondientes intensidades relativas; 4,16(100); 2,45(62,9); 2,70 33,7 ; 1,71(25,8); 2,19(21,3); 4,97(22,4); 2,57 17,9); como fases minerales secundarias tenemos HIDRARGILITA con 4,86(70,7); 4,37 (R. A); 3,34(21,3). MAGNETITA con 2,51(69,6); 2,95(24,7 ; 2,08(13,48); 1,71(R. A). Espinela Férrica con 2,473(42,6); 2,08(13,48); 4,75(24,7); 2,89(5,6). HEMATITA con 2,70 33,7); 1,71(25,8); 2,51(R. A); 2,22(11,9). CUARZO con 3,34 21,3); 4,24(R. A); 1,80(8,9).

* En lo adelante la descripción de las otras muestras será como en el caso anterior; siempre el primero será el mineral principal y el resto minerales secundarios.

Muestra # 4 (representativa del nivel de 28 pie)

GOETHITA con 4,19(100); 2,44(71,5); 2,70(41,5);
1,71(29,4); 2,57(29,4); 2,17(26,3); 4,97(21,05).
MAGNETITA 2,51(68,4); 2,95(27,3); 2,09 21,05;
1,71(R. A). HIDRARGILITA 4,86(62,1); 4,73(R. A);
4,30 R. A); 3,34(35,7). ESPINELA FERRICA con
2,46 52,6; 2,09 21,05; 4,73 17,8; 2,04 10,5;
2,89 6,31). HEMATITA 2,70(41,0); 1,71(29,4);
2,51 R. A); 2,21 18,9). CUARZO 3,34(35,7); 4,24(R. A);
1,81(14,7).

Muestra # 5 (representativa del nivel 26 pie).

GOETHITA con 4,16(100); 2,44(82,4); ; 2,69(48,3);
1,71(36,2); 2,19 35,16; 2,57(31,8); 4,97 21,9).
MAGNETITA con 2,51(7,02); 2,94(34,06); 2,10(20,8);
1,71(R. A). HIDRARGILITA con 4,81(61,5); 4,37(R. A); ;
4,30(R. A); 3,33 27,4). HEMATITA con 2,69 48,3);
1,71(36,2); 2,51 R. A); 2,21 26,37). ESPINELA FERRICA
con 2,46(45,3); 2,04(16,48); 2,89 17,58; 4,73(23,1).
CUARZO con 3,33(27,4); 4,24(R. A); 1,80(20,3).

Muestra # 6 (representativa del nivel 25 pie).

GOETHITA con 4,18 4,18; 2,44(81,7); 2,68(48,7);
1,70(40,2); 2,18(34,1); 2,57(30,4); 4,97(24,3).
MAGNETITA con 2,51 80,4); 2,94(36,5); 2,08(23,1);
1,70(R. A). HIDRARGILITA con 4,84(60,9); 4,37(R. A);
4,30(R. A); 3,34(25,6). HEMATITA 2,68(48,8);
1,70(40,2); 2,51(R. A); 2,22(26,8). ESPINELA FERRICA

con 2,46(57,31); 2,03(17,07); 2,89(14,6); 4,73(R. A).
CUARZO 3,34(25,6); 4,24(R. A); 1,81(20,73).

Muestra # 7 (representativa del nivel 23 pie).

GOETHITA con 4,16(100); 2,43(73,9); 2,68(46,8);
1,69 36,4); ; 2,18 36,4); 2,18 27,08). MAGNETITA con
2,51(81,7); 2,93(32,2); 2,11(17,1); 1,69(R. A).
HIDRARGILITA con 4,81(65,6); 4,37(R. A); 4,30(R. A);
3,34 27,0. HEMATITA con 2,68(46,8); 1,69 36,4);
2,51 R. A); 2,22(30,3). ESPINELA FERRICA con
2,46(57,3); 2,06(29,1); 2,89(12,5); 4,73(R. A). CUARZO
con 3,34 27,0); 4,24(R. A); 1,81(16,6).

Muestra # 8 (representativa del nivel 21 pie).

GOETHITA con 4,16(100); 2,44(74,4); 2,69(51,0);
1,71(35,1); 2,18(29,7); 2,57(27,6); 4,93(25,0).
MAGNETITA con 2,51(7,2); 2,94(30,4); 2,08(26,5);
1,71(R. A). HIDRARGILITA con 4,81(69,1); 4,36(R. A);
4,30(R. A); 3,33(30,5). HEMATITA con 2,69(51,0);
1,71(35,1); 2,51(R. A); 2,23(31,9). ESPINELA FERRICA
con 2,46(55,3); 2,06(12,7); 2,89(17,02); 4,73(R. A).
CUARZO con 3,33 30,5); 4,24(R. A); 1,81(15,0).

Muestra # 9 (representativa del nivel 18 pie).

GOETHITA con 4,18(100); 2,44(82,5); 2,70(51,2);
1,71(42,5); 2,19(36,2); 2,57(33,75); 4,97(25,0).
MAGNETITA con 2,52(90,0); 2,97(31,2); 2,09(27,5);
1,71(R. A). HIDRARGILITA con 4,84(77,5); 4,36(27,5);

4,30(R. A) ; 4,36 22,5 HEMATITA con 2,70(51,2);
1,71(4 5); 2,52(R. A); 2,23(28,25). ESPINELA FERRICA
con 2,46(66,2); 2,05(15,0 ; 2,70(R. A); 4,73 R. A).
CUARZO con 3,36(22,5); 4,24(R. A); 1,81(17,7).

Muestra # 10 (representativa del nivel 16,5 pie).

GOETHITA con 4,20(100); 2,44(77,1); 2,70(45,6);
1,71(36,2); 2,19(32,7); 2,57(30,4); 4,97(25,0 .
MAGNETITA con 2,55(88,8); 2,95(30,4); 2,11(21,05);
1,71(R. A). HIDRARGILITA con 4,85(60,8 ; 4,36(R. A);
4,30(R. A); 3,34(35,0). HEMATITA con 2,70(45,6);
1,71(36,2); 2,55(R. A); 2,23(32,7). ESPINELA FERRICA
con 2,46(60,8); 2,04(18,1); 2,70(R. A); 4,73(R. A).
CUARZO con 3,34(35,0); 4,24(R. A); 1,81(19,9).

Algunas valoraciones sobre la interpretación de los difractogramas.

1. El mineral principal debido a que es el posee sus reflejos característicos más intenso en todas los niveles es la Goethita, siendo este uno de los minerales de hierro mayor portador de níquel.
2. Existe una peculiaridad que aunque no nos atrevemos a afirmarla de forma general, si podemos decir que en nuestro caso la fase secundaria encontrada en la muestra # 1 (pulpa de entrada al espesador), es la Hidrargilita; mientras que en el

resto de las muestras (correspondiente a los diferentes niveles dentro del tanque), la fase mineral que se determina como secundaria es la Magnetita.

3. Aparecen además reflejos nuevos para el mineral laterítico que aunque algunos autores habian hablado sobre la posibilidad de existencia de esta fase mineral en el material limonítico [7], no se conocen muchos trabajos realizados en la búsqueda o determinación del mismo. Esta fase mineral cuyos reflejos principales aparecen en el cuadro difractométrico es una Espinela férrica ($Mg_6.8Fe_5.8Al_{11}O_{32}$).

4. Que para realizar el análisis rengtnométrico, la muestra mineral debe ser sometida a un proceso de beneficio o preparación previa es decir separación granulométrica de partículas por clase de tamaño y separación magnética, electromagnética y no magnética, ya que de esta forma obtendríamos un material a procesar más monomineral donde se podran diferenciar con mayor claridad cada una de las fases presentes.

5. En nuestro caso que el resultado del difractograma es de una muestra polimineral donde su interpretación se hace más difícil, en ocasiones un mismo reflejo corresponde a más de un mineral y debido a la gran concentración de algunos minerales la intensidad de

su reflejo es muy grande y esto trae consigo que se solape el reflejos de otros minerales menos concentrados no pudiendose determinar con claridad la intensidad del mineral menos concentrado o de la sensación que sus reflejos secundarios puedan ser más intenso que el principal.

CAPITULO II.

MICROSCOPIA ELECTRONICA. ASPECTOS TEORICOS.

Microscopio: instrumento de optica con el cual pueden verse considerablemente aumentados, objetos pequenísimos, incluso los que no son perceptibles a simple vista ni con la lupa.

Microscopio electrónico: instrumento mucho más potente que el microscopio óptico, en el cual los haces luminosos son remplazados por haces de electrones.

Los métodos de cálculo de los recorridos electrónicos en los campos electromagnéticos (independientemente si se utilizan los métodos de la mecánica o de la óptica geométrica) permiten establecer las condiciones, bajo las cuales los electrones que salen de algún punto (fuente) se reúnen de nuevo en otro punto (imagen astigmática). El conjunto de campos eléctricos o magnéticos, en los cuales debe moverse el electrón para la obtención de tal imagen, representa "las lentes electrónicas" (magnéticas o electrostáticas) que en la óptica electrónica juegan el mismo rol que las lentes ordinarias en la óptica geométrica). En condiciones favorables (haces paraxiales o lentes electrónicas "corregidas", calculadas de manera correspondientes) la fuente de electrones puede dar una imagen lo suficientemente buena [4].

Esta imagen puede ser fotografiada (si los electrones inciden sobre una placa fotográfica) u observada directamente por el ojo (si los electrones inciden sobre una pantalla fluorescente, la cual se ilumina al ser golpeada por estos). Este es el principio, en que basa su funcionamiento el Microscopio Electrónico, el cual desempeña un papel importante en la técnica moderna.

El microscopio electrónico consta de elementos que son completamente equivalentes a los de un microscopio óptico corriente.

El objeto puede ser "autoluminoso", es decir, el mismo sirve de fuente de electrones (cátodo incandescente o un fotocátodo iluminado) o "iluminado" constituyendo la preparación, sobre la cual incide el flujo de electrones (generalmente desde un cátodo incandescente); por supuesto, la preparación debe ser lo suficientemente fina, y los electrones, lo suficientemente rápidos, para que ellos pasen a través de la preparación y lleguen hasta el sistema "óptico". El cálculo del microscopio electrónico según las reglas de la óptica geométrica es completamente natural, ya que, como vimos, la longitud de onda correspondiente a los electrones es muy pequeña. Ella es del orden de algunas milésimas de nanómetro, ya que generalmente se emplean electrones con velocidades bastante altas (que responden a una diferencia de potencial de aceleración de 40 - 60 kV). Sin embargo, como

sabemos, para el análisis del problema fundamental acerca del poder separador del microscopio es necesario tomar en consideración que la longitud de onda no es infinitamente pequeña. Aplicando fórmula $d \geq \lambda_0/A$, hallaremos que el poder separador del microscopio electrónico puede hacerse incomparablemente más grande que en el microscopio ordinario. En efecto, la longitud de onda en el caso del microscopio electrónico es 10 000 - 100 000 veces menor que en el común; por eso, a pesar de que la apertura numérica para los "objetivos" electrónicos aún no es grande aprox. (0,01 - 0,1), de todas maneras el poder separador teórico del microscopio electrónico sobrepasa el poder separador del microscopio óptico miles de veces. En otras palabras, si en el microscopio óptico estamos en condiciones de discernir detalles del orden de 200 - 300 nm, con ayuda del microscopio electrónico podremos obtener la imagen de objetos del orden de 0,1 nm, es decir, ver átomos y moléculas.

Los mejores microscopios electrónicos existentes en la actualidad poseen un poder separador próximo a 0,1 nm.

En la URSS los primeros microscopios electrónicos bastante perfectos fueron construidos bajo la dirección del académico A. A. Lébedev.

Una limitación de principio en el poder separador del microscopio electrónico reside, por supuesto, al

igual que en el caso del microscopio óptico ordinario, en los fenómenos de difracción originados por la naturaleza ondulatoria de los electrones. Semejante difracción de los electrones puede ser observada de manera inmediata, si se escojen las condiciones del experimento en correspondencia con lo expuesto anteriormente, es decir, de tal manera que las dimensiones lineales de las heterogeneidades espaciales del medio, a través del cual pasa el haz de electrones, sean comparables con la longitud de onda de estos electrones. Esta última es proxima a la longitud de onda de los rayos Roentgen, y por eso las condiciones de observación de la difracción de los electrones y de los rayos Roentgen son parecidas entre sí.

II.1 - ANALISIS EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION.

- Condiciones instrumentales y Principio de funcionamiento.

El equipo utilizado es un EMB - 100UR soviético con una resolución de 2 $\text{\AA}$ y aumento máximo de 600 000x, y utiliza una fuente de alto voltaje.

Un haz de electrones es bombardeado por el cátodo que al atravesar la muestra éste pasa por tres lentes: lente proyectora, objetiva e intermedia, estas lentes son bobinas electromagnéticas por lo que el aumento ocurre al variar la frecuencia de la corriente, esto nos permite ver la forma y estructura interna de las partículas; siendo esto de gran uso en Sanidad Vegetal, en la medicina y otras ramas de la ciencia.

En nuestro caso el haz de electrones no atraviesa la muestra sino que la contornea ya que estas partículas son densas, por lo que el resultado obtenido es la forma de la partícula, no su estructura interna, además podemos ver como estan dispuesta en la suspensión y sus asociaciones a otras formas.

Preparación de la muestra para el análisis.

Se analizan los sólidos en suspensión de la muestra.

Por medio de una pipeta Pasteur, se vierte una gota de la suspensión sobre un porta objeto escabado, se sumerge en esta gota una rejilla de cobre de 400

mesh. y se deja de 3 - 4 segundos de manera que las partículas en suspensión se adhieran a la membrana de Formvar (es un material transparente a los electrones) que es el soporte de la rejilla; se retira con una pinza, secamos con papel de filtro por uno de sus bordes para eliminar el sobrenadante, le añadimos una gota de acetato de Uranilo (contrastante electrónico), se deja secar por unos minutos y ya está lista para trabajar.

En el análisis se procesaron 10 muestras. De las que se obtuvieron fotos que presentamos a continuación las más significativas en diferentes niveles del espesador.

Microscopía Electrónica de Trasmisión



M-1

$\alpha - 25760X$



M-2

$\alpha - 62550X$



M-3 a-5600X



M-4 a-53 600X



M - 5

α -10 300X



M - 6

α -57 800X



M-6

$\alpha - 20.000X$



M-9

$\alpha - 4600X$



M -10

a-17700X



a-35300X

Una Particula ampliada
de la foto anterior (✓)

II.2 - ANALISIS EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO.

- Condiciones instrumentales y Principio de funcionamiento.

El equipo utilizado fue el REM - 100U, la velocidad de barrido es 1000, 20.2, la velocidad de la cámara es B, el microanalizador es por variación de frecuencia, el gas que utiliza es Argón al 10% de Metano, el cristal detector es Floururo de Litio, para el registrador la sensibilidad ($R = 1 * 10^3$), la constante de tiempo ($\tau = 1$).

El haz de electrones bombardeado por el cátodo choca con la muestra, con éste choque se excitan los átomos de los elementos presente y fluorescen viajando de un nivel a otro de energía, si los electrones viajan del nivel M al nivel K el ángulo detectado será $K\alpha$ y si por el contrario los electrones viajan del nivel M al nivel L entonces el ángulo detectado será $K\beta$.

Trabajo realizado en el microscopio electrónico de barrido.

1. Tamaño de partículas de 9 muestras.
2. Análisis roentgenométrico una muestra.

II.2.1 - TAMAÑO DE PARTICULA. METODO DE REALIZACION Y DE CALCULO.

Del sólido seco sin haberlo sometido a separación granulométrica a través de tamices anteriormente.

Hasta el momento en la literatura encontrada no aparece información acerca de la preparación de muestras minerales para la este tipo de análisis, según experiencias del Lic. Julio Bregado, del CIME aplicamos el siguiente método consistente en un pequeño pedazo de scottape por el lado que tiene el pegamento se derrama la muestra en polvo; las partículas de polvo quedaran adheridas al scottape, luego se coloca en el portamuestra y se realiza el análisis. Este método es bueno ya que evita que las partículas de polvo puedan quedar sueltas y al incidir el rayo o haz de electrones sobre ellas estas puedan esparcirse dentro del equipo lo que traería ensuciamiento al equipo. La imagen obtenida en el display se amplía y luego se fotografía tratando de encontrar formas más predominantes. Se procesaron 8 muestras y en cada caso se hicieron fotos en el rango de 10, 100 y 1000 X, aunque escojimos para el trabajo las de 100 y 1000 X, mostrando las más significativas.

Metodología de cálculo empleada para determinar el tamaño de partículas.

$$1. \quad \frac{aX}{4} = bX$$

$$2. \quad \frac{bX}{xX} = \frac{c}{d} \quad \text{ó} \quad xX = \frac{bX \cdot d}{c}$$

$$3. \quad \frac{1}{xX} = v \cdot f; \text{ para llevar a } \mu\text{m.}$$

donde:

aX . - aumento de la pantalla imagen.

bX . - disminución de la pantalla de la cámara fotográfica.

c . - ancho del cuadrado del negativo.

d . - ancho del cuadrado de la foto.

1 . - en cm o en mm.

xX . - valor del aumento real convertido en cm ó mm.

v . - valor del aumento real convertido en cm ó mm.

f . factor para convertir a μm ; $f=1000$ si es mm ó $f=10\ 000$ si es cm.

4. El valor de v convertido en μm será el factor por cual se multiplicará el diámetro de la partícula en mm, o en cm para obtener el tamaño real de las partículas en la muestra analizada, ver (tabla No.4).

$$5. \text{ El diámetro de partícula es: } d = \sum_{i=1}^{i=n} d_1 + d_2 \dots + d_n$$



M-1

$\alpha - 6700 \times$

29,1 μm



M-1

$\alpha - 3500 \times$

55,4 μm



M-3

$\alpha - 262,0 \times$

74,07 μm



M-4

$\alpha - 1500,0 \times$

12,68 μm



M-5

$\alpha - 710,0 \times$

$\underline{26,29 \mu m}$

8a



M-6

$\alpha - 1350,0 \times$

$\underline{14,37 \mu m}$

8



M-7

$\alpha - 710.0 \times$

27.60 μm



M-8

$\alpha - 600.0 \times$

31.41 μm



M-9

$\alpha - 660.0 \times$

30.0 μm



M-10

$\alpha - 660.0 \times$

30.0 μm

II.3 - ANALISIS ROENTGNOMETRICO POR EL MICROSCOPIO
ELECTRONICO.

Una porción del sólido seco , compacta se coloca sobre un porta muestra construido con papel de aluminio en forma de cubeta para evitar derrame de partículas sólidas dentro del equipo; esta cubetica se fija con un tornillo pequeño al portamuestra y se sitúan las condiciones instrumentales para comenzar a trabajar como: ángulo de barrido desde 70 a 228° sensiblidad del registrador $R = 1 * 10^3$, y el aumento se sitúa en dependencia de nuestro interés.

Sólo se procesó la muestra # 1 por este método y nó completamente. Ver foto I-R.

181.94 $K\alpha_1$ Cr

167 $K\alpha_1$ Mn

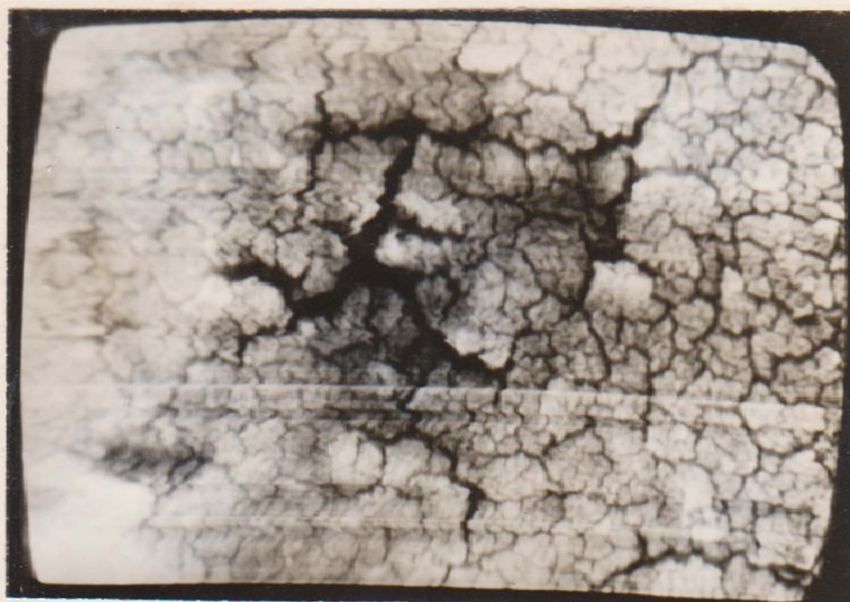
139.59 $K\beta$ Fe

131.73 $K\alpha_1$ Ni

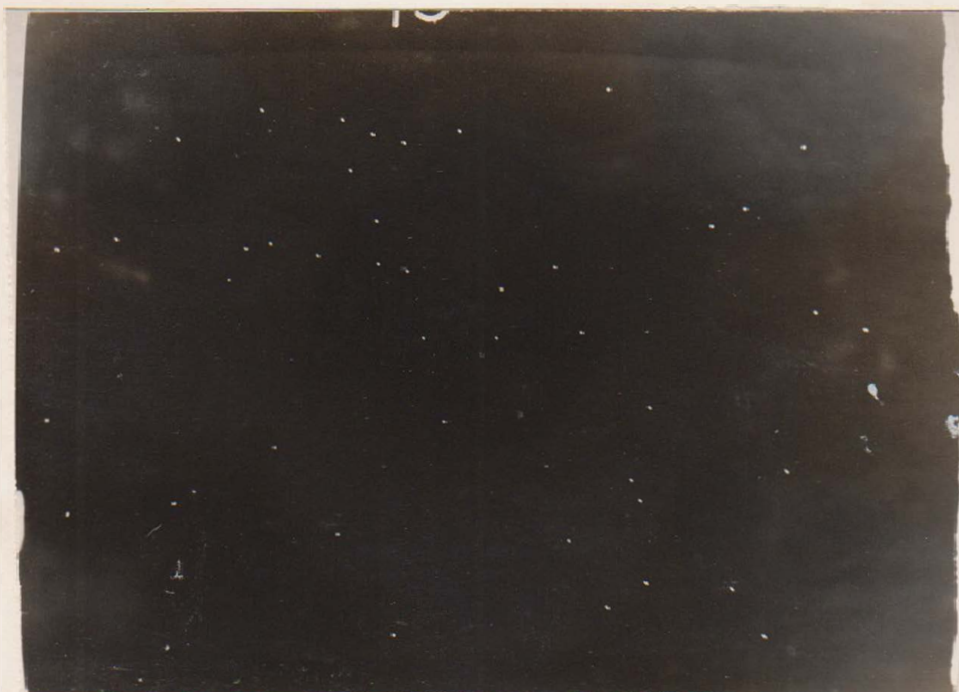
153.81 $K\alpha_1$ Fe

Registro #1

Foto 1-R.



M-1 α - 291,0 X



M-1 Los PUNTICOS blancos indican la
Presencia del Cr en la Foto superior

II.4- RESULTADOS DEL TRABAJO.

1.- El microscopio electrónico de transmisión nos permite ver la forma y como se encuentran asociadas las partículas en suspensión haciendo un análisis de ello encontramos:

Muestra # 1, (representativa de la pulpa de entrada).

En ella podemos encontrar diferentes formas en los cristales como son: alargadas, irregulares, tendiendo a ser redondeadas y formas tabulares planas, los cristales aparecen maclados.

Muestra # 2, (representativa del nivel 9,0 m. Aquí encontramos una zona que pudieramos denominar como campo de alta concentración de partículas en forma de agujas aciculares adheridas a un cristal con bordes irregular.

Muestra # 3, (representativa del nivel de 8,70 m o reboso). En este nivel aparecen cristales alargados casi redondeados, pudiendose denominar acicular redondeado.

Muestra # 4, (representativa del nivel de 8,40 m). En este nivel aparecen nuevamente cristales de forma acicular alargada con tendencia a formar campo.

Muestra # 5, (representativa del nivel de 7,95 m) Aquí aparecen cristales irregulares que parecen ser concreciones, vemos escasas hebras o agujas.

Muestra # 6, (representativa del nivel de 7,50 m.

Aparece un cristal irregular parece ser la unión de varios cristales más pequeños; es decir una concreción.

Muestra # 8, (representativa del nivel de 6,45 m.

Aunque la nitidez no es muy buena existe en la foto de este nivel un cristal casi transparente similar a una macra alrededor del cual giran partículas de forma de agujas pequeñitas aciculares y otras irregulares con tendencia a redondeadas.

Muestra # 9, (representativa del nivel 5,40 m. Es un

es un campo de alta concentración de agujas pequeñitas, algunas partículas con tendencia a redondeadas y otras irregulares con bordes fibrosos o en forma de ebras muy finas pudiendose denominar como formas aciculares.

Muestra # 10, (representativa del nivel 4,95 m. De

este nivel existen dos fotos en las que podemos apreciar la presencia de partículas en forma de agujas muy finas pequeñas y grandes, además partículas irregulares con bordes dentados compuestos de pequeños cristales aciculares, algunos cristales casi esféricos.* ver fotos.

* En las referencias bibliográficas [9] y [10] existen trabajos sobre goethita y hematita en los cuales con la adición de Mn, Al, y Si se obtienen formas similares a las nuestras.

2.- Por su parte el microscopio electrónico de barrido nos da la forma y el tamaño de las partículas del sólido seco como describimos a continuación.

M - 1, (representativa de la pulpa de entrada): En la misma el tamaño de las partículas oscila desde 44,36 μm hasta 102,72 μm . (éste diámetro (102,72) corresponde a una partícula de forma esponjosa, ver (foto No. 1); siendo las partículas de forma redondeadas o con tendencia a redondeadas las que más predominan en cuanto a cantidad y su tamaño va desde 58,78 - 62,66 μm , aunque también existen de forma irregular y alargada con tamaños de 72,09 y 88,79 μm .

M - 3, (representativa del nivel 8,70 m ó reboso): En la misma existen partículas desde 12,58 - 99,25 μm , predominando las de forma redondeada con tamaños de 51,84 - 82,95 μm , existiendo también formas irregulares con tamaños de 96,29 99,25 μm y alargadas desde 12,58 - 27,38 μm .

M - 4, (representativa del nivel 8,40 m): En esta el tamaño de partículas oscila desde 9,63 - 72,02 μm , predominando las irregulares desde 11,41 - 72,02 μm .

estando dentro de ella las que tienden a ser redondeadas y alargadas de tamaño $9,63 - 14,58 \mu\text{m}$, existe además una de forma alargada de $67,2 \mu\text{m}$.

M - 5 (representativa del nivel $7,95 \text{ m}$): En esta las partículas que tienden a ser redondeadas con tamaños de $9,21 - 27,57 \mu\text{m}$ es decir son relativamente pequeñas, aunque hay una forma alargada de $40,06 \mu\text{m}$ y dos irregulares de $32,86 - 38,12 \mu\text{m}$.

M - 6, (representativa del nivel $7,50 \text{ m}$): En esta predominan la partículas redondeadas $18,14 - 37,19 \mu\text{m}$ y las que tienen forma irregular e irregular con tendencia alargada y redondeada con tamaños de $10,50 - 32,66 \mu\text{m}$, existen además dos formas alargadas de $38,79 - 39,91 \mu\text{m}$.

M - 7, (representativa del nivel $6,90 \text{ m}$). En esta predominan dos formas las alargadas con tamaños de $7,31 - 40,02 \mu\text{m}$ y las que tienden a redondeadas con $7,31 - 25,53 \mu\text{m}$, destacandose esta última forma por ser la de menor tamaño.

M - 8, (representativa del nivel $6,46 \text{ m}$). En esta predominan casi todas las formas de partículas encontradas mas o menos en igual medida, con tamaño que oscilan desde $18,00 - 27,00 \mu\text{m}$ para las redondeadas y las que tienden a ser redondeadas;

23,60 - 70,33 μm para las alargadas y las que tienden a ser alargadas y 37,50 - 66,00 μm para las irregulares.

M - 10, (representativa del nivel 4,45 m). En esta predominan las partículas redondeadas y con tendencia a redondeadas que tienen tamaños de 8,16 - 35,40 μm , además existen partículas irregulares con tendencia a ser alargadas y redondeadas de tamaño 18,65 - 76,37 μm y 8,16 - 35,40 μm respectivamente.

Consideraciones acerca de la valoración anterior.

Tomando como referencia para analizar el tamaño de partícula un rango que oscile de 1 - 100 μm diríamos que de:

1 - 33 μm	aproximadamente	serán	partículas	pequeñas
34 - 63 μm	"	"	"	medianas
64 - 100 μm	"	"	"	grandes

Agrupando las partículas por su tamaño y llevandola a la clasificación anterior tendremos que:

- En la muestra # 1, es decir el tamaño de las partículas en la pulpa de entrada al espesador se pueden clasificar como medianas y grandes.

- En las muestras # 3 y # 4 correspondiente a las primeras capas dentro del espesador el tamaño de sus

partículas casi se comporta como en la pulpa de entrada aunque ya aparece otro tamaño por lo que se clasificarían estas partículas en pequeñas, medianas y grandes.

- Por último podemos ver que la muestra # 9 y # 10 que son la capas más cercanas a la pulpa espesada el tamaño de las partículas puede clasificarse como pequeñas, medianas y grandes.

- En cuanto a la forma de las partículas podemos decir que la que más abunda de manera general es la forma redondeada o tendiendo a ella con un diámetro promedio de sus partículas por clasificación de tamaño de:

pequeñas = 18,95 μm .

medianas = 52,46 μm .

grandes = 73,31 μm .

- Como formas secundarias podemos citar las partículas de formas irregulares con un diámetro promedio por clasificación de tamaño de:

pequeñas = 22,45 μm .

medianas = 42,99 μm .

grandes = 78,97 μm .

Le continúan las formas alargadas o con tendencia a ella con un diámetro promedio por clasificación de tamaño de:

pequeñas = 17,10 μm .

grandes = 73,73 μm .

medianas = 34,65 μm .

- En el análisis roentgenométrico de acuerdo al ángulo de barrido del equipo pudimos determinar la presencia de 4 elementos en las muestras analizadas por medio de un registro; ver (registro # 1), donde la intensidad de sus picos se corresponde aproximadamente con su concentración, determinada por análisis químico.

Estos son los elementos determinados con sus correspondientes ángulo:

131,73 Ka - Ni 139,59 K β - Fe 153,81 Ka -
Fe167,0 Ka1 - Mn 181,94 Ka - Cr.

- Podemos apreciar además la forma del mineral compactado en su superficie y como se encuentran distribuidos los elementos químicos presente en ella.

En este caso podemos ver en la (foto # 1-R) puntos que dan la presencia del Cr en la muestra.

Trabajo de
Diploma

Instituto Superior Minero Metalúrgico
FACULTAD METALURGIA ELECTROMECHANICA

HOJA
No. _____

P A R T E F I N A L

CONCLUSIONES

1. La composición mineralógica de la pulpa dentro del espesador hasta el nivel 4,95 m (último nivel de la suspensión), no se comporta igual que en la pulpa de entrada; ya que la fase secundaria principal que predomina en las diferentes capas es la magnetita, mientras que en la pulpa de entrada, no se puede definir si es la hidrargilita ó la magnetita por tener sus reflejos principales casi la misma intensidad.

2. La fase mineral principal es la goethita, siendo este de acuerdo a estudios anteriores el mineral de hierro mayor portador de níquel y esto parece justificarse con el análisis cuando vemos que los porcentajes de hierro son elevados, observando que cuando el níquel alcanza su mayor valor (1,41 %), en la pulpa de entrada, el hierro tiene su menor valor (43,93 %).

3. Aunque el contenido de Cr es alto (3,43 %) en las muestras analizadas, en el análisis de fase no detectamos la cromita como mineral portador de ésta, pensamos que el contenido de cromo pueda estar dentro de una fase mineral clasificada como Espinela Férrica, ya que anteriormente se plantea de la existencia en el mineral limonítico de Cromo Espinelas.

4. Los cristales encontrados es el microscopio electrónico de transmisión en el sólido en suspensión en casi de todos los niveles del espesador tienen formas generalmente: acicular planas, y redondeadas, acicular en forma de agujas o ebras muy finas con pequeños cristales y que tienden a formar concreciones; siendo en las capas muy próximas a la pulpa espesada las zonas de altas concentraciones de éstas. Pensamos que estos cristales puedan estar formados principalmete por partículas de hierro y silicio que según el análisis químico son las que su concentración tienen la mayor variación a través de su recorrido por las diferentes capas en el espesador.

5. Los tamaños de partículas presentes en el sólido seco analizados por el Microscopio Electrónico de Barrido podríamos clasificarlo de acuerdo a su predominio en:

- pequeñas: las que su diámetro oscila de (1- 33 μm) ocupando un 49,3 % de la masa total.
- medianas: las que su diámetro oscila de (34 -63 μm) ocupando un 33,73 % de la masa total.
- grandes: las que diámetro oscila (64 - 100 μm) ocupando un 16,86 % de la masa total.

Predominando en estas partículas formas redondeadas ó tendiendo a ellas y como secundarias tendríamos partículas irregulares y partículas con formas alargadas finalmente.

6. Debemos destacar que en cuanto a la forma de las partículas por el análisis de transmisión predominan las alargadas y por el análisis de barrido predominan las formas redondeadas, esto puede estar justificado porque según teoría las partículas redondeadas caen con mayor velocidad y las alargadas son planas por lo que tienden a flotar.

7. El análisis roentgenométrico por medio del microscopio electrónico nos permite valorar como se encuentran distribuido los elementos químicos en la masa mineral (en este caso sólo se pudo realizar al Cr) y si comparamos este resultado con el porcentaje obtenido en el análisis químico vemos que se corresponde aproximadamente con el número de puntos.

RECOMENDACIONES.

1. Que el muestreo para trabajos futuros debe ser representativo de los tres tanques espesadores y en diferentes periodos de sedimentación y diferentes zonas dentro del espesador.

2. Que para el análisis de difracción de rayos - X se haga primeramente la separación granulométrica, y por fracciones magnética, no magnética y electromagnética de las muestras; con ello obtendríamos muestras más monomineral lo que traería mayores facilidades para la interpretación de los difractogramas y reflejos mejores definidos para cada fase mineral, además que para procesar estas muestras se escoja un ángulo de barrido mayor que en nuestro caso, proponemos de 5° - 75° .

3. El trabajo debe continuarse ya que las técnicas de microscopía electrónica empleadas, ofrecen grandes posibilidades, (como el análisis de fluorescencia puntual y otros), que no pudieron ser explotadas al máximo ya que el tiempo fue muy corto y no se tenía experiencia de trabajo en este campo.

4. Además proponemos trabajar en microscopía electrónica en la preparación de muestras patrones de minerales con la finalidad de conformar un atlas de

fotos que posteriormente nos servirá para identificar los minerales presentes en las muestras a investigar, ya que actualmente no tenemos una referencia bibliográfica que nos permita definir las estructuras encontradas en nuestro trabajo como un tipo de mineral o elemento específico.

BIBLIOGRAFIA

1. García Gonzalez Mariela, B. A. Lucio. Estudio del Comportamiento del Titanio en el proceso hidrometalúrgico de la empresa "Cmdte. Pedro Sotto Alba", Trabajo de Diploma, 1984.
2. Bueno J. L., Gutierrez Lavín A. Teoría y Práctica de Sedimentación. Fundamentos de Sedimentación Espesamiento, Ingeniería Química, Núm 207/1986 174 p.
3. Grin R. E. Clay Mineralogy, Oxford/London/París /New York, 1953, 380 p.
4. Landsberg G. S. Optica, editorial MIR Moscú, primer tomo, 1983, 486 p.
5. Hernández R. Gilberto, Matos A. G., Aguirre P. E., Montero P. E. Proceso Industrial Metalúrgico del Níquel, editorial Pueblo y Educación, 1983, 60 p.
6. Falcón Hernández José. Consideraciones sobre la sedimentación de la pulpa limonítica en la planta "Pedro Sotto Alba", Minería y Geología 2/1983, 224 p.
7. Ponce Nyls., Hernández N., Infante G., Cabrera I., Hidalgo M. Posible influencia de la composición mineralógica en la sedimentación de la pulpa cruda de Moa, Minería y Geología, 3/1983, 277p.

8. Quintana Puchol Rafael., González R. Estudio de la pulpa cruda del mineral laterítico del yacimiento de Moa (I): Análisis granulométrico Minería y Geología, 3/1984, 248 p.

9. Quintana Puchol Rafael. Estudio de la pulpa cruda del mineral laterítico del yacimiento Moa: análisis físico - mineralógico, Minería y Geología, 1/1985, 198 p.

9. R. M. Cornell and R. Giovanoli., Effect of Manganese on the transformation of Ferrihydrite into Goethite and Jacosite in Alkaline Media., Clays and Clay Minerals, v35, 1/1987, 80p.

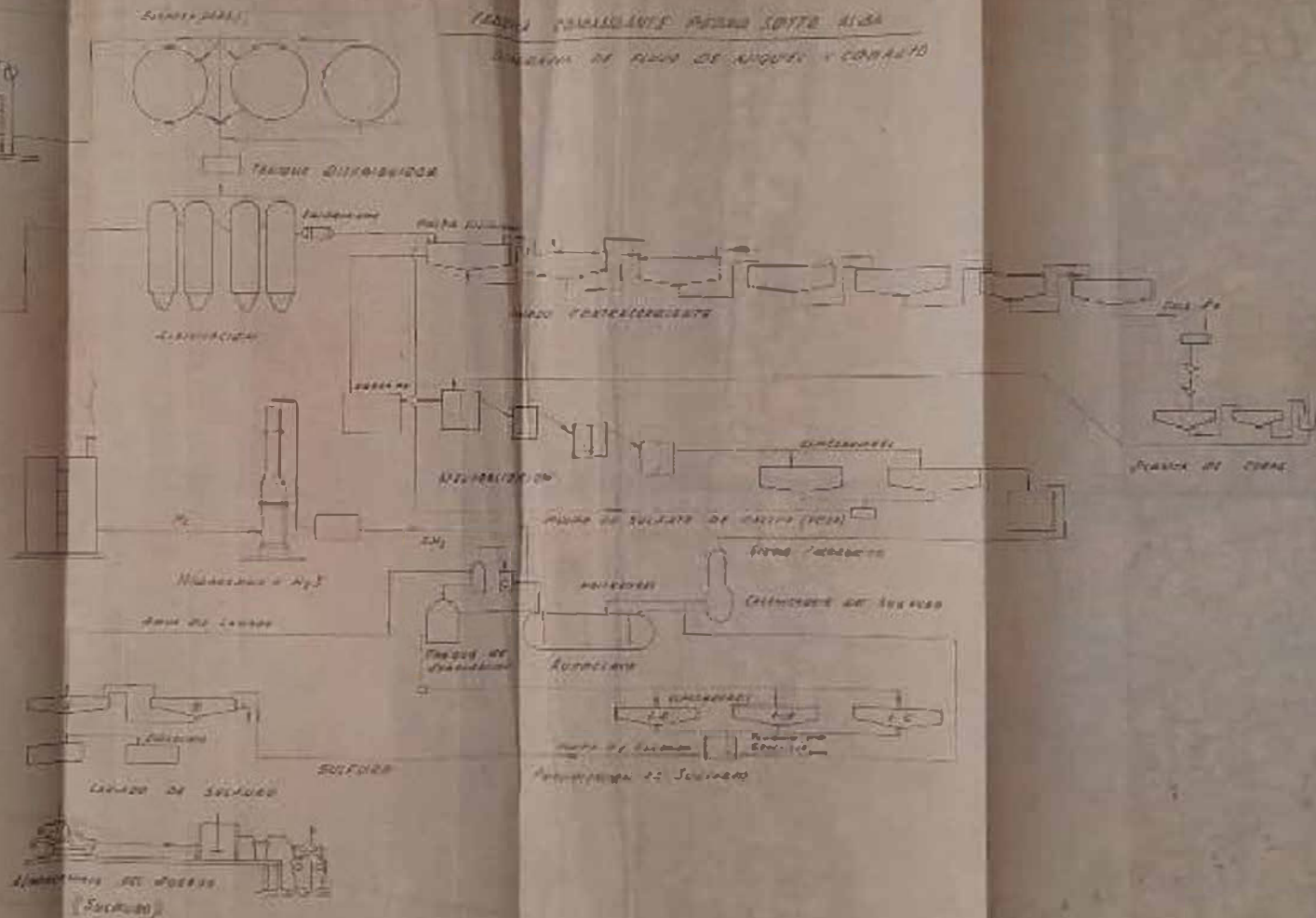
10. R. M. Cornell and R. Giovanoli., Effect of silicate species on the transformation of Ferrihydrite into Goethite and Hematite in Alkaline Media., Clays and Clay Mineral, v35, 1/1987, 80 p.

11. Blanco Moreno J. A., Mineralogía de las Lateritas del sector "Atlantic" Moa, Trabajo de Diploma, 1985.

12. J. L. Bueno, A. Gutierrez Lavin y J. Coca., Operaciones de Sedimentación Espesamiento, Ingeniería Química, Núm 213/1986, 174 p.

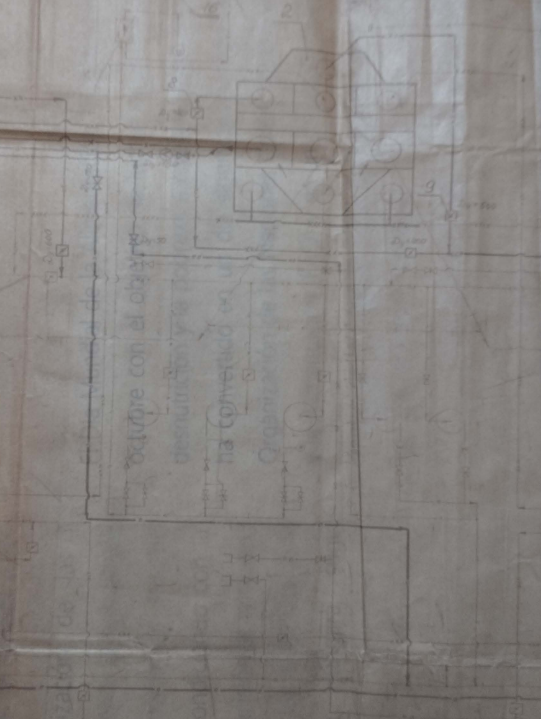
I.3 - Anexos Gráficos y tablas.

1. Esquema General de la fábrica Cmdte. Pedro Sotto Alba. (Fig. No. 1)
2. Esquema del proceso tecnológico de la Planta de Espesadores de Pulpa. (Fig. No. 2)
3. Esquema donde se representan las diferentes capas o niveles dentro del tanque espesador. (Fig. No. 3)
4. Tabla del análisis químico. (Tabla # 1)
5. Tablas patrones del A.S.T.M. (Tabla # 2)
6. Tablas del análisis de fases por difracción de rayos - X. (Tabla # 3)
7. Tablas de tamaño de partículas por microscopía electrónica. (Tabla # 4)

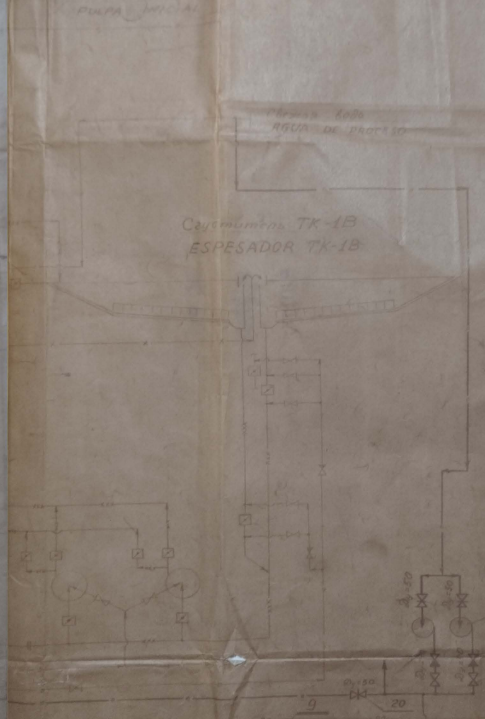




Centimetro 1A
ESPESADOR 1A



Centimetro TK-1B
ESPESADOR TK-1B



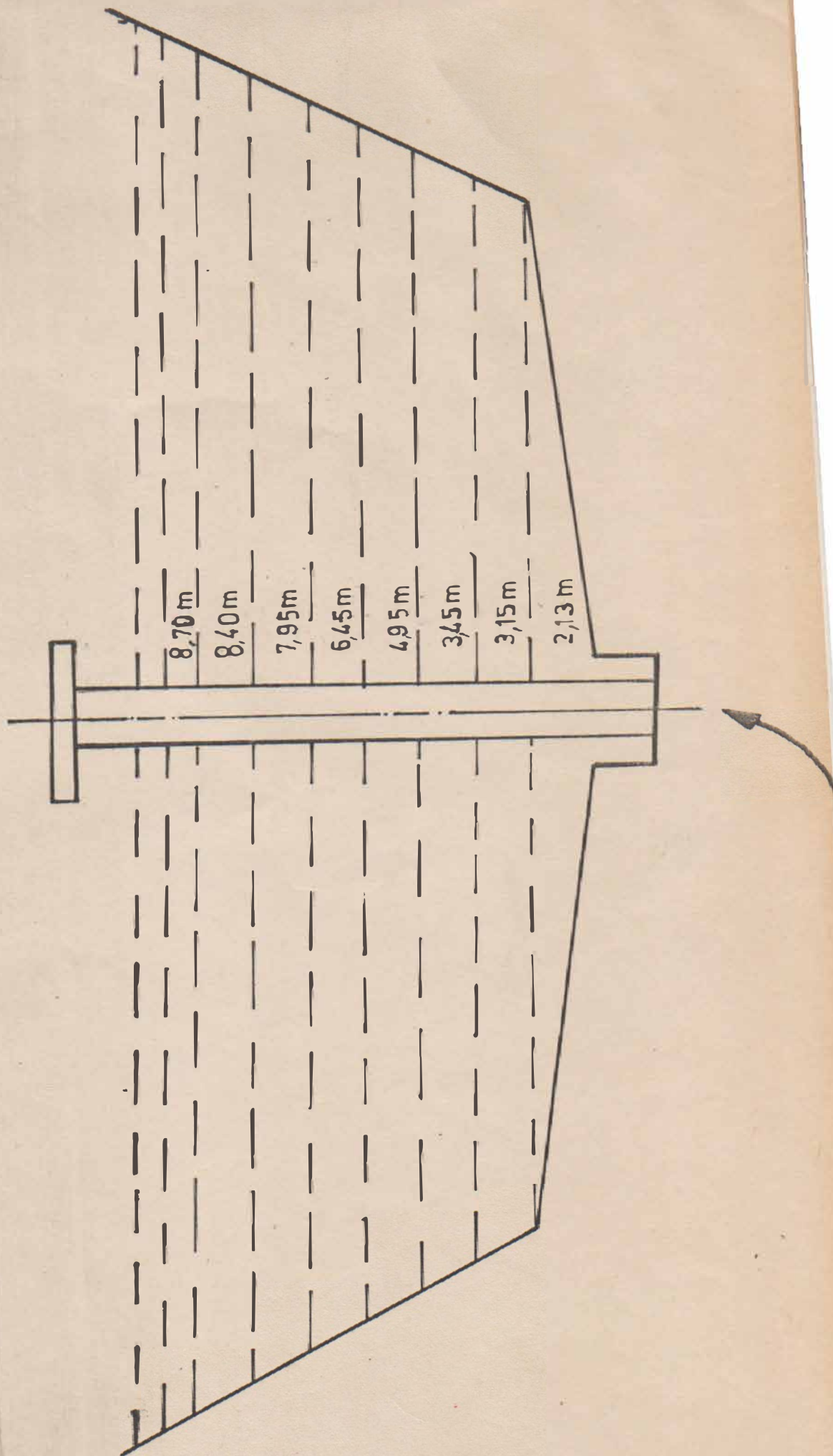


Fig 3

Nº Muestra	Ni %	Co %	Cu %	Fe %	Zn %	Mn %	Mg %	Na %	K %	Ca %	Cr %	Si %
1	1,41	0,153	0,019	43,93	0,076	1,00	0,442	0,035	0,013	0,006	3,431	4,01
2 *	nó	nó	nó	nó	nó	nó	0,007	0,016	0,007	0,002	nó	nó
3 *	nó	nó	nó	nó	nó	nó	0,008	0,018	0,001	0,002	nó	nó
4	1,40	0,102	0,018	49,02	0,076	0,72	0,321	0,033	0,013	0,006	2,379	3,83
5	1,39	0,113	0,018	48,16	0,074	0,77	0,317	0,035	0,014	0,006	2,466	3,73
6	1,37	0,127	0,018	46,60	0,074	0,80	0,389	0,035	0,010	0,006	2,511	4,01
7	1,35	0,141	0,018	46,90	0,072	0,91	0,384	0,035	0,010	0,005	2,631	4,00
8	1,34	0,138	0,018	47,11	0,072	0,91	0,387	0,034	0,010	0,006	2,588	3,52
9	1,33	0,140	0,018	46,04	0,071	0,93	0,328	0,032	0,010	0,006	2,672	3,11
10	1,33	0,141	0,018	46,12	0,070	0,93	0,327	0,032	0,008	0,006	2,660	1,90

* -- Estos están dados en g/l; por ser considerados como l/cm³.

Cr y Si. - realizados por Fluorescencia de rayos - x.

Tabla 1

Tabla # 2. Patrones utilizados para la identificación
de las fases minerales por rayos - X.

A. S. T. M.
GOETHITA ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

D ($\text{\AA}$)	I/I ₀
4,98	12
4,18	100
3,38	10
2,69	35
2,58	12
2,48	10
2,45	50
2,25	14
2,19	18
1,71	20
1,56	10

A. S. T. M.
HEMATITA (Fe_2O_3)

D ($\text{\AA}$)	I/I ₀
3,66	25
2,69	100
2,51	50
2,20	30
1,83	40
1,69	60
1,59	16
1,48	35
1,45	35
1,31	20

A. S. T. M.
HIDRARGILITA ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

D ($\text{\AA}$)	I/I ₀
4,82	100
4,34	40
4,30	20
3,35	10
2,44	16
2,37	20
2,03	12
1,98	10
1,79	10
1,67	10

A. S. T. M.
MAGNETITA (Fe_3O_4)

D ($\text{\AA}$)	I/I ₀
4,85	8
2,96	30
2,53	100
2,42	8
2,09	20
1,71	10
1,61	30
1,48	40

continuación Tabla # 2.

A. S. T. M.

ESPINELA FERRICA ($Mg_6.8Fe5.8Al_{11}O_{32}$)

D (A°)	I/I ₀
2.47	100
1.45	60
2.05	45
2.90	40
1.56	40
4.73	20
1.07	20
1.67	10
1.38	20
1.29	4
1.24	10
1.23	2

A. S. T. M.

CUARZO (SiO_2)

D (A°)	I/I ₀
4.26	35
3.34	100
2.45	12
2.23	6
2.12	9
1.98	6
1.81	17
1.54	15
1.37	11

Tabla. # 3. Resultados de rayos X por muestras.

Muestra # 1

2θ	D	I	FM
10,35	4,97	22,4	G
10,60	4,86	70,7	HI
10,85	4,75	24,7	E
11,80	4,37	R. A	HI
12,00	4,30	R. A	HI
12,17	4,24	R. A	C
12,40	4,16	100,0	G
15,50	3,34	21,3	C, HI
17,60	2,95	24,7	M
18,00	2,89	5,6	E
19,35	2,70	33,7	G, HE
20,37	2,57	17,9	G
20,30	2,51	69,7	HE, M
21,20	2,47	42,6	E
21,40	2,45	62,9	G
23,70	2,22	17,9	HE
24,05	2,19	21,3	G
25,40	2,08	13,4	M
25,90	2,04	7,4	E
29,70	1,80	8,9	C
31,56	1,71	25,8	G, M,

Muestra # 4

2θ	D	I	FM
10,35	4,97	21,8	G
10,60	4,86	62,1	HI
10,90	4,73	17,8	E
11,80	4,37	R. A	HI
12,00	4,30	R. A	HI
12,17	4,24	R. A	C
12,30	4,19	100,0	G
15,50	3,34	35,7	C, HI
17,60	2,95	27,3	M
18,00	2,89	6,3	E
19,35	2,70	41,0	G, HE
20,35	2,57	29,4	G
20,30	2,51	68,4	HE, M
21,30	2,46	52,6	E
21,50	2,44	71,5	G
23,80	2,21	18,9	HE
24,25	2,17	26,3	G
25,35	2,09	21,0	M
25,90	2,04	10,5	E
29,50	1,81	14,7	C, HE
31,35	1,71	29,4	G, M,

La rayita significa reflejo principal del mineral.

Muestra # 5

2θ	D	I	FM
10,40	4,95	21,9	G
10,70	4,81	61,5	HI
10,90	4,73	23,1	E
11,80	4,37	R. A	HI
12,00	4,30	R. A	HI
12,17	4,24	R. A	C
12,40	4,16	100,0	G
15,55	3,33	27,4	C, HI
17,70	2,94	34,0	M
17,95	2,89	17,5	E
19,40	2,69	48,3	G, HE
20,35	2,57	31,8	G
20,85	2,51	78,0	HE, M
21,30	2,46	45,3	E
21,50	2,44	82,4	G
23,80	2,21	26,3	HE
24,15	2,19	35,6	G
25,45	2,10	20,8	M
25,90	2,04	16,4	E
29,70	1,80	20,3	C
31,40	1,71	36,2	G, M,

Muestra # 6

2θ	D	I	FM
10,35	4,97	24,3	G
10,65	4,84	60,9	HI
10,90	4,73	26,8	E
11,80	4,37	R. A	HI
12,00	4,30	R. A	HI
12,17	4,24	R. A	C
12,35	4,18	100,0	G
15,50	3,34	25,6	C, HI
17,70	2,94	36,5	M
18,00	2,89	14,6	E
19,50	2,68	48,7	G, HE
20,30	2,57	30,4	G
20,80	2,51	80,4	HE, M
21,35	2,46	57,3	E
21,50	2,44	81,7	G
23,75	2,22	26,8	HE
24,20	2,18	34,1	G
25,40	2,08	23,1	M
26,10	2,03	17,0	E
29,55	1,81	20,7	C
31,60	1,70	40,2	G, M,

donde: G: Goethita; M: Magnetita; HI: Hidrargilita;
E; Espinela Férrica; HE; Hematita; C: Cuarzo.

Muestra # 7

$\varnothing$	D	I	FM
10,45	4,93	26,0	G
10,70	4,81	65,6	HI
10,87	4,73	25,0	E
11,80	4,37	R.A	HI
12,00	4,30	R.A	HI
12,17	4,24	R.A	C
12,40	4,16	100,0	G
15,50	3,34	27,0	C, HI
17,72	2,93	32,2	M
18,00	2,89	12,5	E
19,50	2,68	46,8	G, HE
20,45	2,56	32,2	G
20,80	2,51	81,7	HE, M
21,35	2,46	57,3	E
21,55	2,43	73,9	G
23,70	2,22	30,3	HE
24,20	2,18	27,0	G
24,90	2,11	17,1	M
25,70	2,06	29,1	E
29,50	1,81	16,6	C
31,80	1,69	36,4	G, M.

Muestra # 8

$\varnothing$	D	I	FM
10,45	4,93	25,0	G
10,70	4,81	69,1	HI
10,90	4,73	20,2	E
11,80	4,37	R.A	HI
12,00	4,30	R.A	HI
12,17	4,24	R.A	C
12,40	4,16	100,0	G
15,55	3,35	30,5	C, HI
17,70	2,94	34,0	M
18,00	2,89	17,2	E
19,40	2,69	51,0	G, HE
20,35	2,57	27,6	G
20,80	2,51	87,2	HE, M
21,30	2,46	55,3	E
21,50	2,44	74,4	G
23,55	2,23	31,9	HE
24,15	2,18	29,7	G
25,40	2,08	26,5	M
25,70	2,06	12,7	E
29,50	1,81	15,0	C
31,48	1,71	35,1	G, M.

Muestra # 9

$\varnothing$	D	I	FM
10,35	4,97	25,0	G
10,64	4,84	77,5	HI
10,80	4,73	25,0	E
11,80	4,37	R.A	HI
12,00	4,30	R.A	HI
12,17	4,24	R.A	C
12,40	4,18	100,0	G
15,40	3,36	22,5	C, HI
17,50	2,97	31,2	M
19,30	2,70	51,2	G, HE
20,30	2,57	33,7	G
20,75	2,52	90,0	HE, M
21,30	2,46	66,2	E
21,45	2,44	82,5	G
23,50	2,23	28,2	HE
24,05	2,19	36,2	G
25,27	2,09	27,5	M
25,80	2,05	15,0	E
29,40	1,81	17,7	C
31,55	1,71	42,5	G, M.

Muestra # 10

$\varnothing$	D	I	FM
10,35	4,97	25,7	G
10,62	4,85	60,8	HI
10,80	4,73	25,1	E
11,80	4,37	R.A	HI
12,00	4,30	R.A	HI
12,17	4,24	R.A	C
12,27	4,20	100,0	G
15,50	3,34	35,0	C, HI
17,60	2,95	30,4	M
17,60	2,95	30,4	G, HE
19,35	2,70	45,6	G
20,52	2,55	88,8	HE, M
21,30	2,46	60,8	E
21,45	2,44	77,1	G
23,60	2,23	32,7	HE
24,10	2,19	32,7	G
25,30	2,11	21,0	M
25,95	2,04	18,1	E
29,45	1,81	19,9	C
31,45	1,71	36,2	G, M.

Tabla 4. Tamaño de Partículas por Microscopia
Electrónica de Barrido.

Muestra # 1

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	102,72	esponjosa
2	2	72,09	irregular
2	3	58,78	tendencia redondeada
2	4	62,66	" "
2	5	58,78	" "
2	6	58,78	" "
2	7	68,21	irregular
2	8	45,47	"
2	9	44,36	"
	10	44,36	"
2	11	88,73	alargada

Muestra # 3

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	27,38	alargada
1	2	12,58	"
2	4	96,29	irregular
2	6	82,95	redondeada
2	7	99,25	irregular
2	8	64,80	irregular
2	9	56,29	redondeada
2	10	51,84	"
2	11	72,20	"

continuacion Tabla # 4.

Muestra # 4

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	67,20	alargada
1	2	27,89	ovalalada
1	3	14,58	irreg. tiende redondea
1	4	11,79	" " alargada
1	5	9,63	redondeada
1	6	11,41	irregular
2	7	72,02	"
2	8	45,67	"
2	9	44,4	"
2	10	29,0	"

Muestra # 5

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	27,57	tiende a redondeada
1	2	9,21	" " "
1	3	11,39	" " "
1	4	15,03	irreg tiende redondea
1	5	10,67	" " "
2	6	26,81	tiende a redondeada
2	7	38,12	irregular
2	8	40,06	alargada
2	9	32,86	irregular
2	10	15,77	redondeada
2	11	19,80	"

Muestra # 6

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	39,91	alargada
1	2	22,86	redondeada
1	3	25,40	"
1	4	37,19	"
1	5	29,52	"
1	6	27,58	"
1	7	18,14	"
1	8	39,91	alargada
1	9	32,66	irreg tiende redondea
2	10	38,79	alargada
2	11	23,56	irregular
2	12	26,44	"
2	13	22,51	"
2	14	10,50	"
2	15	13,29	"
2	16	14,37	tendencia alargada

Muestra # 7

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	38,57	alargada
1	2	7,91	"
1	3	9,44	"
1	4	25,53	irreg tiende redondea
1	5	7,31	tendencia redondeada
1	6	8,37	" "
1	7	8,24	" "
2	8	40,02	alargada
2	9	22,08	"
2	10	21,04	tendencia redondeada
2	11	41,40	irregular

Muestra # 8

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	40,83	alargada
1	2	32,98	tendencia redondeada
1	3	38,79	irregular
1	4	30,62	"
1	5	50,25	"
1	6	37,69	alargada
1	7	43,10	irregular
2	8	47,63	"
2	9	20,86	tendencia alargada
2	10	24,93	irregular

Muestra # 9

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	66,00	irregular
1	2	37,50	"
1	3	69,00	alargada
1	4	27,00	tendencia redondeada
1	5	18,00	redondeada
1	6	22,90	tendencia redondeada
2	7	70,93	alargada
3	8	29,60	irreg tiende alargada

Muestra # 10

F	No. Partícula	Tamaño de partícula (en μm).	Forma de la partícula
1	1	14.22	tendencia redondeada
1	2	21.68	" "
1	3	13.99	" "
1	4	18.65	irreg tiende alargada
1	5	8.16	tendencia redondeada
1	6	9.32	" "
2	7	76.37	irreg tiende alargada
2	8	35.40	tendencia redondeada
2	9	17.13	redondeada
2	10	22.84	redondeada
2	11	37.82	irregular
2	12	32.83	tendencia redondeada
2	13	19.98	" "

F. - # de foto.