



**Determinación de las velocidades específicas de fractura en la molienda de coque  
metalúrgico asistida por ultrasonido**

Diana Sofia Franco Álvarez  
Juan Sebastián Rodríguez Martínez

Trabajo de investigación para optar al título de Ingeniero Químico

Asesoras

Adriana Marcela Osorio Correa, Doctor (PhD)

Laura Colorado Arango, Ingeniera Química

Universidad de Antioquia  
Facultad de Ingeniería  
Ingeniería Química  
Medellín, Antioquia, Colombia  
2021

Cita	Franco Álvarez y Rodríguez Martínez [1]
Referencia	[1] D. S. Franco Álvarez y J. S. Rodríguez Martínez, “Determinación de las velocidades específicas de fractura en la molienda de coque metalúrgico asistida por ultrasonido”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2021.
Estilo IEEE (2020)	



Grupo de Investigación Procesos Físicoquímicos Aplicados (PFA).

Sede de Investigación Universitaria (SIU).



**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Jesús Francisco Vargas Bonilla.

**Jefe departamento:** Lina María Gonzáles Rodríguez.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

## **Agradecimientos**

Agradecemos a la Universidad de Antioquia por la formación profesional y personal, además de convertirse en un segundo hogar para nosotros.

Al grupo de Procesos Fisicoquímicos Aplicados – PFA, por prestarnos sus instalaciones en el proceso de desarrollo del proyecto de investigación.

A nuestra asesora, la profesora Adriana Osorio por darnos la oportunidad de participar en tan retador proyecto de investigación, creer en nuestras capacidades, e inculcarnos la disciplina y el amor por esta área del conocimiento de la ingeniería química.

A Laura Colorado por su amabilidad, disposición, colaboración y orientación en la realización del presente proyecto de investigación.

## TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	9
I. INTRODUCCIÓN .....	11
II. OBJETIVOS.....	12
III. MARCO TEÓRICO.....	13
3.1) Molienda con molino de bolas.....	13
3.2) Cinética de molienda.....	14
3.2.1) Velocidad específica de fractura.....	14
3.2.2) Distribución de tamaño de la progenie .....	15
3.3) Mecánica de fractura.....	17
3.4) Reducción de tamaño.....	18
3.5) Ultrasonido.....	19
3.6) Consumo energético de ultrasonido.....	21
3.7) Estudios previos de pretratamiento con ultrasonido en procesos de molienda de coque ...	22
3.8) Coque metalúrgico .....	25
3.9) Índice de trabajo de Bond y consumo de energía requerido .....	27
3.9.1) Modelo Gates-Gaudin-Schuhmann (G-G-S) .....	29
3.9.2) Modelo Rosin-Rammler (R-R) .....	29
IV. METODOLOGÍA .....	30
4.1) Revisión y análisis bibliográfico.....	30
4.2) Selección y caracterización del material.....	30
4.3) Determinación de condiciones de operación .....	31
4.4) Preparación de muestras .....	33
4.5) Determinación de energía consumida en el proceso de molienda .....	34
4.6) Ensayos ultrasonido .....	34

4.7) Secado de material pretratado .....	35
4.8) Ensayos molienda .....	35
4.8.1) Determinación de fracción de llenado .....	35
4.9) Descripción molino de bolas.....	36
4.10) Caracterización Granulometría .....	37
4.11) Determinación de velocidades específicas de fractura. ....	38
4.12) Determinación de la distribución de tamaño de la progenie .....	39
V. RESULTADOS Y DISCUSIONES .....	39
5.1) Selección y caracterización del material .....	39
5.2) Determinación de condiciones de operación. ....	41
5.3) Determinación de energía consumida en proceso de molienda.....	45
5.4) Ensayos Ultrasonido .....	46
5.5) Ensayos de molienda .....	47
5.5.1) Alimentación .....	47
5.5.2) Blanco .....	48
5.6) Muestra expuesta al ultrasonido .....	48
5.7) Velocidades Específicas de Fractura .....	51
5.8) Determinación de la distribución de tamaño de la progenie .....	55
VI. CONCLUSIONES .....	58
VII. REFERENCIAS .....	60
ANEXO 1. ESQUEMA BÁSICO DEL PRETRATAMIENTO DE COQUE METALÚRGICO POR ASISTENCIA CON ULTRASONIDO .....	64

## LISTA DE TABLAS

TABLA I	
CONJUNTO DE PARÁMETROS EVALUADOS EN DISEÑO DE EXPERIMENTOS. ....	32
TABLA II	
ESPECIFICACIONES DE MOLINO DE BOLAS .....	37
TABLA III	
CARACTERIZACIÓN DEL ALIMENTO POR ANÁLISIS ELEMENTAL .....	40
TABLA IV	
RESULTADOS DE $P_{80}$ PARA CONDICIONES DE EXPOSICIÓN ULTRASÓNICA EVALUADAS .....	42
TABLA V	
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA $P_{80}$ DE CONDICIONES DE EXPOSICIÓN ULTRASÓNICA EVALUADAS .....	43
TABLA VI	
CONSUMO ENERGÉTICO DE PROCESO DE MOLIENDA PARA MUESTRA DE COQUE METALÚRGICO SIN ASISTENCIA CON ULTRASONIDO .....	45
TABLA VII	
CONSUMO ENERGÉTICO DE PROCESO DE MOLIENDA PARA MUESTRA DE COQUE METALÚRGICO ASISTIDA CON ULTRASONIDO.....	45
TABLA VIII	
RESULTADOS DE POTENCIA CONSUMIDA EN ULTRASONIDO.....	46
TABLA IX	
VELOCIDADES ESPECÍFICAS DE FRACTURA OBTENIDAS PARA MUESTRA BLANCO Y MUESTRA ASISTIDA POR ULTRASONIDO .....	54

## LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Ilustración de un molino de bolas a una velocidad normal de operación . . . . .	14
Fig. 2. Gráfico de barras típico de la distribución de fragmentos de la progenie . . . . .	16
Fig. 3. Mecanismo ultrasónico de procesamiento de carbón . . . . .	20
Fig. 4. Muestra de coque metalúrgico preparada . . . . .	33
Fig. 5. Equipo de ultrasonido utilizado . . . . .	34
Fig. 6. Horno y secado de material. . . . .	35
Fig. 7. Serie de tamices para caracterización granulométrica . . . . .	38
Fig. 8. Histograma granulometría de alimento. . . . .	40
Fig. 9. Modelo Gates-Gaudin-Schuhmann para muestra de alimento . . . . .	41
Fig. 10. Diagrama de cajas y bigotes para tiempo de exposición . . . . .	43
Fig. 11. Diagrama de cajas y bigotes para relación Agua/coque . . . . .	44
Fig. 12. Modelo de Rosin-Rammler para la alimentación . . . . .	47
Fig. 13. Modelo de Rosin-Rammler para el blanco . . . . .	48
Fig. 14. Modelo de Rosin-Rammler para la muestra expuesta a ultrasonido. . . . .	49
Fig. 15. Análisis granulométrico diferencial AGD para el alimento, el blanco y a la muestra expuesta a ultrasonido . . . . .	49
Fig. 16. Análisis granulométrico acumulado AGA para el alimento, el blanco y a la muestra expuesta a ultrasonido . . . . .	50
Fig. 17. Cinética de fractura de monotamaño de malla 16/20 para muestra blanco . . . . .	51
Fig. 18. Cinética de fractura de monotamaño de malla 20/30 para muestra blanco . . . . .	51
Fig. 19. Cinética de fractura de monotamaño de malla 40/50 para muestra blanco . . . . .	52
Fig. 20. Cinética de fractura de monotamaño de malla 16/20 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido . . . . .	52
Fig. 21. Cinética de fractura de monotamaño de malla 20/30 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido . . . . .	53
Fig. 22. Cinética de fractura de monotamaño de malla 40/50 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido . . . . .	53
Fig. 23. Comportamiento de velocidad específica de fractura respecto a abertura de malla para muestras con exposición y sin exposición ultrasónica . . . . .	54

Fig. 24. Distribución de tamaño de la progenie para monotamaños relativos a malla 16/20, 20/30 y 40/50.....56

## RESUMEN

El coque metalúrgico es una materia prima esencial para la industria siderúrgica en la producción de acero y su conminución generalmente representa altos consumos energéticos. Se buscan alternativas que disminuyan los costos asociados a la molienda del material, siendo el pretratamiento ultrasónico una opción que puede proporcionar beneficios y favorecer la eficiencia de fractura por medio de la cavitación acústica, acelerando la formación de pequeñas grietas en la estructura de las partículas. Se estudió la implementación de asistencia ultrasónica en el proceso de molienda de coque metalúrgico utilizando un molino de bolas y su incidencia en la fractura y molturabilidad del material. Se realizó un diseño de experimentos para determinar las condiciones de exposición ultrasónica, donde mediante un análisis estadístico, tomando como parámetro de respuesta el valor de  $P_{80}$ , las condiciones seleccionadas fueron 5 minutos de tiempo de exposición y relación másica de 2.57 masa de agua/masa de coque en la pulpa de alimento, manteniendo fijas la frecuencia y potencia de ultrasonido en 35 kHz y 240 W respectivamente. Se evaluó la influencia del pretratamiento en las velocidades específicas de fractura de tres monotamaños del coque metalúrgico, siendo estos relativos a mallas 16/20, 20/30 y 40/50, resultando porcentajes de mejora de 12.13%, 10.25% y 2.20% respectivamente, comparados a muestras equivalentes sin asistencia ultrasónica. Adicionalmente se encontró una reducción del consumo de energía en el proceso de molienda superior al 160% al utilizar pretratamiento ultrasónico y una distribución de tamaños de la progenie con comportamiento no normalizado para el material analizado.

***Palabras clave* — Coque metalúrgico, consumo de energía, molino de bolas, ultrasonido, velocidad específica de fractura.**

---

## ABSTRACT

Metallurgical coke is an essential raw material for the production of steel industry and its comminution generally represents high energy consumption. Alternatives are sought to reduce the costs associated with grinding the material, with ultrasonic pretreatment being an option that can provide benefits and favor fracture efficiency through acoustic cavitation, accelerating the formation of small cracks in the particle structure. The implementation of ultrasonic assistance in the metallurgical coke grinding process using a ball mill and its impact on material fracture and grinding was studied. A design of experiments was carried out to determine the ultrasonic exposure conditions, where by means of a statistical analysis, taking the  $P_{80}$  value as a response parameter, the selected conditions were 5 minutes of exposure time and a mass ratio of 2.57 mass of water / mass of coke in the feed pulp, keeping the ultrasound frequency and power fixed at 35 kHz and 240 W respectively. The influence of pretreatment on the specific fracture rates of three single sizes of metallurgical coke was evaluated, these being relative to 16/20, 20/30 and 40/50 sieves, resulting in improvement percentages of 12.13%, 10.25% and 2.20% respectively, compared to equivalent samples without ultrasonic assistance. Additionally, a reduction in energy consumption in the milling process of over 160% was found when using ultrasonic pretreatment and a distribution of progeny sizes with non-normalized behavior for the analyzed material.

***Keywords*** — Metallurgical coke, energy consumption, ball mill, ultrasound, specific fracture rate.

## I. INTRODUCCIÓN

El desarrollo económico de cualquier nación depende en gran medida de sus recursos y de la utilización adecuada de dichos recursos convirtiéndolos en productos útiles. El carbón es uno de esos materiales, que se considera la columna vertebral de la industrialización moderna y actúa como materia prima para diversas aplicaciones industriales, como la generación de energía, la producción de cemento, la producción de acero, la preparación de productos especializados como carbón activado, fibra de carbono, silicio metálico, etc [1].

En la industria de los minerales, la molienda sigue siendo la principal operación para liberar los minerales deseados de sus impurezas e incrementar área superficial. Un estudio de estimaciones de potencia demostró que la energía necesaria para reducir el tamaño de las partículas es en realidad sólo el 1% de la energía total utilizada por la máquina trituradora [1]. Para reducir el consumo de energía es, por tanto, necesario actualizar o modificar el proceso de molienda convencional o introducir una nueva tecnología alternativa de eficiencia energética para la sostenibilidad tecnológica [1].

En las últimas décadas, se han desarrollado muchas técnicas para mejorar los procesos de beneficio de carbón existentes. Entre ellos, la tecnología de ultrasonido, dado que numerosas investigaciones han demostrado que la incorporación de ésta podría incrementar significativamente la eficiencia del proceso debido al fuerte efecto de la cavitación y traducirse en un tratamiento más corto, menor consumo de energía y menor consumo de reactivo [1].

## II. OBJETIVOS

### *A. Objetivo general*

Estimar las velocidades específicas de fractura en una molienda de coque metalúrgico asistida por ultrasonido.

### *B. Objetivos específicos*

- Caracterizar el coque metalúrgico en términos de sus propiedades como partícula individual y como masa de partículas.
- Evaluar el efecto de la exposición al ultrasonido en una muestra de coque molida sobre el porcentaje acumulado pasante del 80% ( $P_{80}$ ).
- Establecer las velocidades específicas de fractura del coque metalúrgico utilizando el método de los monotamaños.

### III. MARCO TEÓRICO

#### *3.1) Molienda con molino de bolas*

Un molino de bolas es un tipo de equipo mecánico utilizado para la conminución de minerales que se basa en su propia rotación para impulsar bolas de acero hacia adentro e impactar y triturar cargas de material con alta confiabilidad, transformando partículas de tamaño grande en partículas pequeñas a través de los elementos moledores [2]. En los molinos de bolas se distinguen diferentes tipos de fractura del material tales como, **fractura** luego que el impacto masivo produzca la desintegración completa de una partícula, **astillamiento** dado que un golpe de refilón puede astillar una esquina, **abrasión** cuando existe desgaste de la superficie del material y **atrición** presentada como efecto combinado de astillamiento y abrasión del material [3]. La eficiencia de la reducción del tamaño está influenciada por una serie de variables que incluyen la velocidad de giro del molino, el tamaño de la bola, la velocidad de llenado, la distribución de tamaños en la alimentación, el modo de molienda (húmedo o seco), la dureza del material y dimensiones del molino [4], cada uno de estos parámetros influye en el análisis de la cinética de fractura dentro del molino de bolas relacionada directamente al consumo de energía en el proceso [5].

En un molino de bolas cuando la velocidad de rotación es baja, las bolas presentan una acción de volteo relativamente suave y en efecto, existe una tendencia de la masa de bolas a ser levantada por la acción de rotación de las paredes del molino y a deslizarse hacia atrás como una masa compacta. A medida que se aumenta la velocidad, la acción de volteo aumenta y el lecho aparece como una superficie inclinada de la cual están emergiendo bolas rodando hacia abajo y reentrando en la superficie. El lecho de bolas se expande permitiendo a las partículas o a la pulpa penetrar entre las bolas. La serie de colisiones con otras bolas, mientras una bola da tumbos, es el método principal de transferir esfuerzos a las partículas. El lecho está en un estado de **cascada**. A una velocidad de rotación más alta una cantidad mayor de las bolas son lanzadas de la superficie a lo alto del molino, formando una **catarata** de bolas [3].

La figura 1, evidencia los regímenes principales del movimiento de las bolas dentro del molino.

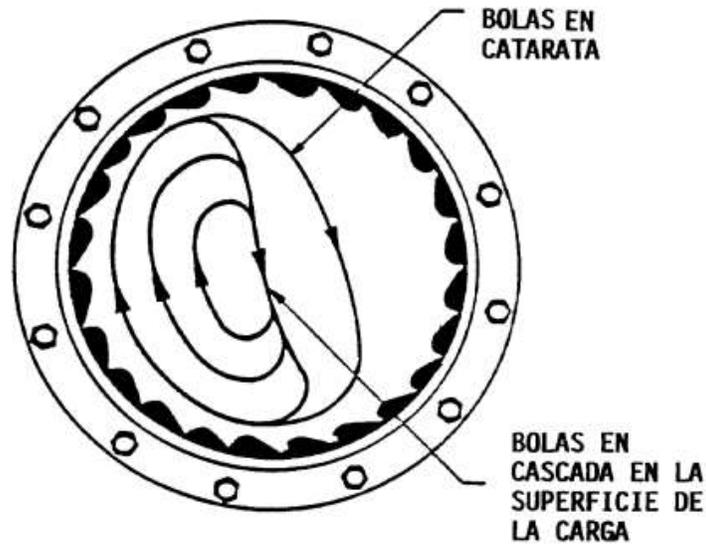


Fig. 1. Ilustración de un molino de bolas a una velocidad normal de operación [3].

### 3.2) Cinética de molienda

#### 3.2.1) Velocidad específica de fractura

Se considera un molino discontinuo de laboratorio como si fuese un reactor bien mezclado que contiene una masa  $W$  de material en polvo, la que recibe una variedad de acciones de fractura cuando el molino está en operación. Si la alimentación inicial del molino está limitada a partículas dentro del intervalo de tamaño mayor, numerado como intervalo 1, entonces la condición inicial es  $w_1(0) = 1$ . Esta alimentación se muele por un intervalo de tiempo  $t_1$ , se muestrea el producto para determinar por tamizaje la fracción en peso que permanece en el intervalo de tamaño original y, retornando la muestra al molino, se continúa su operación por un intervalo de tiempo adicional  $t_2$ , repitiendo todo el procedimiento. Parecería razonable que la velocidad de desaparición de la masa de la fracción de tamaño 1 concuerde con una ley de **primer orden** [3], esto es:

Velocidad	de	Masa de partículas de
desaparición de la masa	$\alpha$	tamaño 1 presente en
de partículas de tamaño		el molino en el

$$\frac{d[w_1(t)W]}{dt} \quad \alpha \quad - w_1(t)W$$

Como la masa retenida en el molino  $W$  es constante, resulta la ecuación 1.

$$\frac{dw_1(t)}{dt} = -S_1 w_1(t) \quad \text{Ecuación (1)}$$

Donde  $S_1$  es una constante de proporcionalidad que recibe el nombre de **velocidad específica de fractura** y tiene unidades de  $t^{-1}$ .

Realizado el proceso matemático correspondiente para dar solución a la ecuación diferencial mostrada en la ecuación 1, y considerando que  $S_1$  no varía con el tiempo, se obtiene la ecuación 2.

$$\ln\left(\frac{w_1}{w_0}\right) = -S_1 t \quad \text{Ecuación (2)}$$

### 3.2.2) Distribución de tamaño de la progenie

La función de distribución de fractura primaria o **distribución de tamaño de la progenie** se define como: Si un material se rompe y los fragmentos producidos se mezclan de nuevo con la masa de polvo en el molino, y si esta distribución de fragmentos pudiese ser medida antes que algunos de ellos sean refracturados, entonces el resultado obtenido sería la distribución de fractura primaria. El término primario no necesariamente significa que los fragmentos son producidos por propagación de “una” fractura, sino solamente que son producidos por acciones de ruptura que ocurren antes que los fragmentos sean remezclados de nuevo al seno del material. Se debe también notar que los valores medidos en situaciones de molienda son presumiblemente el promedio de una gran variedad de acciones de fractura sobre muchas partículas y no se puede esperar que ellas se comparen directamente con resultados de pruebas compresivas sobre partículas individuales [3].

Aunque la fractura se aplique a un solo tamaño, ella da todo un rango de tamaños en el producto y para describir el proceso de molienda es necesario describir esta distribución granulométrica. Existen dos formas convenientes para caracterizar la distribución de tamaño de la progenie. Primero, *si el material de tamaño 1 es fracturado, la fracción en peso del producto que*

*aparece en el intervalo de tamaño i es llamado  $b_{i,1}$* . El conjunto de números  $b_{i,1}$ , en que  $i$  varía desde 2 a  $n$ , describe entonces la distribución de fragmentos producidos por el tamaño 1. En general, se requiere una matriz de números  $b_{i,j}$  para describir la fractura de todos los tamaños de interés, esto es, el conjunto  $b_{i,1}$  con  $n \leq i \leq 2$ , más el conjunto  $b_{i,2}$  con  $n \leq i \leq 3$ , etc [3].

La segunda forma de describir la distribución de tamaño de la progenie, es el acumular los valores de  $b$  desde el intervalo inferior y *hacer que  $B_{i,1}$  represente la fracción en peso acumulativa de material fracturado del tamaño 1 que resulta ser menor que el tamaño superior del intervalo de tamaño i*, esto es [3]:

$$B_{ij} = b_{nj} + b_{n_{j-1}j} + \dots + b_{ij} = \sum_{k=i}^n b_{kj} \quad \text{Ecuación (3)}$$

o también

$$b_{ij} = B_{ij} - B_{i+1j} \quad \text{Ecuación (4)}$$

Los valores de  $B_{ij}$  pueden ser determinados mediante pruebas con monotamaños a tiempos de molienda cortos, para los cuales las correcciones aproximadas para tomar en cuenta la reelección para la fractura de los fragmentos primarios son razonablemente válidas. Está implícito que los valores de  $B_{ij}$  no cambian con el tiempo de molienda en el molino. Se ha encontrado que los valores de  $B_{ij}$  son frecuentemente normalizables, esto es, que la fracción que aparece en tamaños menores que, por ejemplo, la mitad del tamaño inicial es independiente del tamaño de partida. [3].

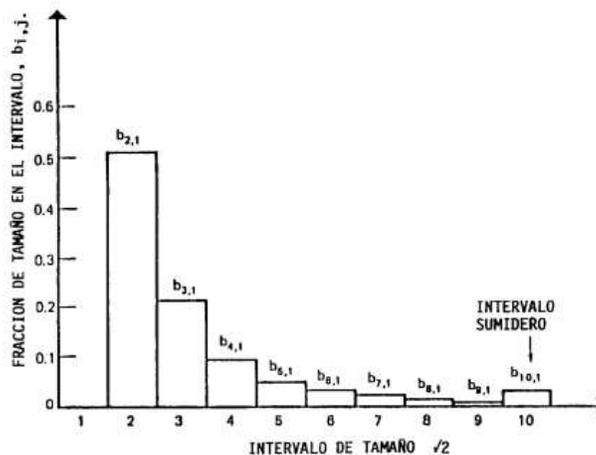


Fig. 2. Gráfico de barras típico de la distribución de fragmentos de la progenie [3].

### 3.3) *Mecánica de fractura*

Para producir una reducción de tamaño en colpas o partículas sólidas, se les debe aplicar esfuerzos y producir fractura [3]. La ruptura de un cuerpo sólido requiere la aplicación de esfuerzos suficientes sobre el material para romper los enlaces entre los átomos de la red cristalina. Si a un material ideal, considerando como tal aquél que posee una red cristalina perfecta, se le aplican esfuerzos homogéneos, éste no puede romperse. Los sólidos siempre contienen inhomogeneidades que cambian su comportamiento. Particularmente, los minerales están compuestos de granos de diversas especies mineralógicas y cada una de éstas, de muchos cristales. Esto significa que los minerales son intrínsecamente materiales inhomogéneos [3].

El tipo de fractura producido en un material depende principalmente del tipo de esfuerzo aplicado. En la conminución, los esfuerzos normales son más importantes como forma de aplicación de fuerzas para la ruptura de los minerales, sin embargo, la importancia relativa del cizalle dependerá de la magnitud de las sollicitaciones a las que es sometido el material. La fractura de un material puede ser frágil o dúctil. La fractura frágil se caracteriza por una deformación elástica antes de la ruptura y por una rápida velocidad de propagación de la grieta. La fractura dúctil va acompañada de una gran deformación plástica alrededor de las grietas antes y durante su propagación [3].

El análisis del comportamiento de materiales durante su ruptura fue iniciado por Griffith en 1920. La suposición fundamental fue que el material es un sólido elástico y frágil, conteniendo un gran número de grietas microscópicas, que posteriormente tomaron el nombre de *fallas de Griffith*. **Al someter tal material a una tensión, los esfuerzos se concentran en las puntas de las fallas estableciéndose un frente de ruptura por donde se propaga la grieta** [3].

La distribución granulométrica de la serie de fragmentos producidos por la fractura es tan importante como la fractura misma y no existe una teoría conocida para su predicción. Una grieta puede propagarse lentamente si ella se encuentra con una región de esfuerzos de compresión los que cierran el extremo, especialmente en el caso de materiales dúctiles. Sin embargo, la teoría predice, y los experimentos confirman, que una fractura que se propaga bajo esfuerzos de tensión local adquiere rápidamente alta velocidad, del orden de la magnitud de la velocidad del sonido en el sólido. Esto conduce a una onda de esfuerzo que se propaga desde la punta de la grieta y que, por su parte, inicia más fracturas en los defectos que encuentra en su trayectoria. El resultado es

una bifurcación de la grieta con ramificaciones de cada uno de los nuevos brazos, en forma sucesiva para dar un “árbol” de grietas a través del sólido. La energía asociada al movimiento de la onda de esfuerzo rápido es generalmente suficiente para pasar la grieta a través de los límites de granos y a través de regiones de esfuerzos compresivos masivos [3].

Las rocas, minerales y carbones al ser fracturados en máquinas de reducción de tamaño sufrirán generalmente una fractura frágil a partir de las fallas de Griffith preexistentes. La resistencia a la molienda o moliendabilidad de estos materiales correlacionará sólo aproximadamente con la dureza o la resistencia de los enlaces químicos porque el número, tamaño y orientación de los defectos son variables adicionales [3].

En la molienda, la ruptura ocurre a partir de las fallas grandes contenidas en las partículas. Los fragmentos más pequeños producidos tienen claramente una menor probabilidad de contener defectos grandes. En principio las partículas muy pequeñas se aproximan a una resistencia ideal [3]. Se sabe que el tratamiento prolongado aplicando esfuerzos repetidos sobre un material, en un molino de bolas, por ejemplo, puede causar cambios masivos en las propiedades del material [3].

### ***3.4) Reducción de tamaño***

Los minerales, desde la extracción natural, están presentes en diferentes formas y combinaciones físicas y químicas que derivan en diversas características tales como el tamaño, el cual en la mayoría de los casos es relativamente grande en comparación a los requerimientos comerciales y las diferentes finalidades de uso [3]. Así, se requiere de procesos de reducción de tamaño o conminución de minerales, los cuales se basan en tres métodos comunes para el rompimiento de sólidos (compresión, impacto y frotamiento con cizalla), presentes en etapas de trituración y molienda, siendo estas ampliamente utilizadas en industrias relacionadas al tratamiento de este tipo de materiales [6]. No obstante, los procesos de conminución aún presentan una eficiencia baja en términos energéticos dado que no se ha estudiado a profundidad los diferentes parámetros y variables involucrados en el funcionamiento, causando por ende costos elevados y un proceso con amplia oportunidad de análisis económico [7].

En cuanto al tamaño y forma de la partícula, la forma de distribución de tamaño del producto puede ser modificada por la manera en que se diseña y opera el circuito de molienda. Con “forma” se quiere decir la pendiente de la curva de análisis granulométrico, esto es, la relativa

proporción de finos, material de tamaño intermedio y gruesos. En muchas industrias, el producto del molino debe ser menor que un determinado tamaño, pero la presencia de un exceso de finos, es indeseable.

Una cantidad relativa menor de finos aparece como una mayor pendiente en la curva granulométrica. La producción de un exceso de finos se puede considerar análoga a una reacción química indeseable, la cual debe ser minimizada por medio de una operación eficiente. Un principio general de importancia es que, para evitar la producción de un exceso de finos, es necesario remover del molino lo más rápidamente posible todo el material que ya está suficientemente fino, evitando de este modo la sobremolienda [3].

### **3.5) Ultrasonido**

La disponibilidad limitada y las grandes demandas industriales de carbón y sus derivados de alta calidad han obligado a muchas industrias dependientes de este, a cambiar su preferencia hacia material de una calidad menor para cumplir con los requisitos de materia prima. Las impurezas de dichos carbones podrían generar problemas ambientales como la generación de desechos sólidos y emisiones gaseosas durante la combustión. Por lo tanto, es importante proponer técnicas alternativas de tratamiento y pretratamiento de carbón que colaboren al mejoramiento las características y condiciones del material. La incorporación de ultrasonidos puede aumentar significativamente el rendimiento de carbón limpio, bajo el efecto sustancial de la cavitación y el flujo, en diferentes procesos entre los que se puede mencionar la desmineralización, deshidratación y molienda [1].

La aplicación de métodos ultrasónicos en el procesamiento de carbón y sus derivados ha sido un tema de amplio interés en las últimas décadas. La introducción de técnicas ultrasónicas en sistemas acuosos de procesamiento de carbón proporciona una denominada activación específica basada en dos fenómenos físicos, la cavitación y transmisión acústica. La evolución de la cavitación acústica es mayormente predominante a frecuencias más bajas que oscilan entre 20 y 40 kHz, mientras que la transmisión acústica domina por encima de 400 kHz y 1 MHz [1].

Se ha comprobado que el procesamiento de carbón de baja frecuencia es más eficaz debido a la masiva intensificación de cavitación. Durante la cavitación acústica, la activación ultrasónica destruye las fuerzas de atracción de las moléculas en la fase de solución y, como resultado, un

medio acuoso experimenta ciclos alternos de rarefacción y compresión bajo influencia de vibraciones ultrasónicas, este fenómeno se puede ver representado en el esquema mostrado en la figura 3 [1].

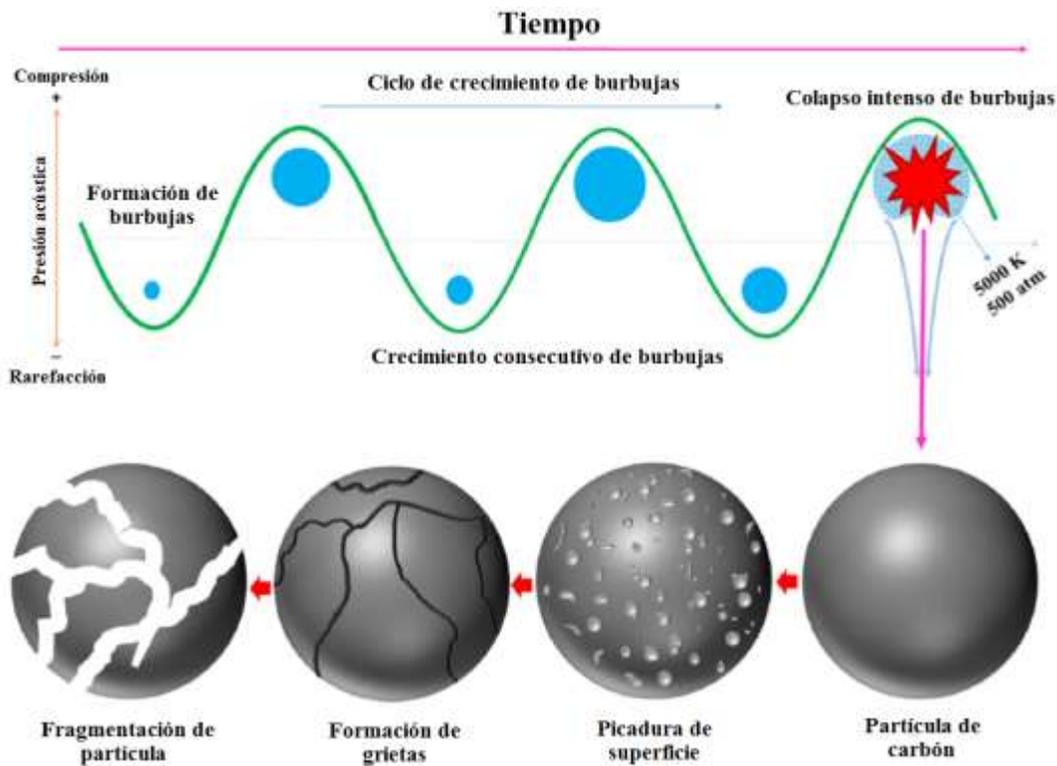


Fig. 3. Mecanismo ultrasónico de procesamiento de carbón [1].

La caída repentina de presión durante el ciclo de rarefacción da como resultado la formación de pequeñas burbujas oscilantes de sustancias gaseosas conocidas como cavidades de burbujas. Estas burbujas experimentan una formación cíclica, donde crecen y colapsan finalmente durante el ciclo de compresión. El colapso o implosión de burbujas (denominado cavitación) tiene lugar continuamente en millones de lugares durante el proceso, produciendo altas temperaturas instantáneas locales y presiones aproximadamente iguales a 5000 K y 500 atm, respectivamente, con enormes velocidades de calentamiento y enfriamiento superiores a  $10^{10}$  K/s. La rápida implosión de burbujas transmite ondas de choque o microchorros que, al exponerse a las partículas de carbón, provocan la fragmentación de las mismas durante un período de tiempo. Se ha

informado que la velocidad de los microchorros que golpean la superficie del carbón es de aproximadamente 400 km/h [1].

Se ha investigado el mecanismo de fragmentación ultrasónica del carbón en un medio acuoso con ultrasonido de baja frecuencia (25 kHz), y ha sido posible observar que la rotura de las partículas de carbón se produce bajo ultrasonido de dos maneras, es decir, picando la superficie del carbón para producir finos y formaciones de grietas, que se ensanchan y profundizan aún más con la exposición prolongada al ultrasonido. Se ha propuesto además un proceso de rotura de carbón de cuatro etapas entre las cuales se presenta (i) picaduras en la superficie, (ii) formación de grietas, (iii) ensanchamiento y profundización de las grietas y (iv) rotura de partículas [1].

El rápido colapso de las burbujas de cavitación no solo provoca desfragmentaciones de partículas, sino que también crea una significativa fuerza de cizallamiento en el medio a granel, que da como resultado la generación de agitación vigorosa y efectos de flujo. La combinación de estos efectos conduce a la ruptura de los enlaces de las impurezas del carbón, la eliminación de la capa de lodo del carbón, la mejora de la transferencia de masa del proceso, la mejora del área de superficie de las partículas del material y ayuda a mejorar los beneficios físicos, fisicoquímicos y químicos del carbón. Los efectos de cavitación y transmisión también son responsables de mejorar la capacidad de trituración, la capacidad de suspensión, desulfuración y deshidratación del carbón tratado [1].

### ***3.6) Consumo energético de ultrasonido***

El consumo energético en los procesos de trituración, molienda/clasificación y remolienda, se encuentra estrechamente relacionado con el grado de reducción de tamaño alcanzado por las partículas en la correspondiente etapa de conminución, aun cuando la eficiencia energética de estos procesos rara vez supera el 10% del total de energía mecánica suministrada a los mismos [8]. Lo anterior contextualiza la necesidad de establecer nuevas tecnologías o el uso de alternativas no convencionales que puede dar lugar a ahorros energéticos y económicos considerando la eficiencia energética de los respectivos equipos, además de facilitar su propia elección y proyectar su correcto dimensionamiento a escala industrial.

Esto se puede ver reflejado en términos de la cantidad que se carga al equipo ultrasónico con el siguiente modelo de cálculo [9].

$$E_{US} = \frac{P_{US}t}{W_0} \quad \text{Ecuación (5)}$$

Donde;

$E_{US}$ : Energía específica consumida por equipo de ultrasonido, en kJ/kg.

$P_{US}$ : Potencia de equipo de ultrasonido, en kW.

$t$ : Tiempo de exposición de pulpa en equipo de ultrasonido, en s.

$W_0$ : Carga de pulpa en equipo de ultrasonido, en kg.

### ***3.7) Estudios previos de pretratamiento con ultrasonido en procesos de molienda de coque***

Realizado un análisis del estado del arte en el campo de los procesos de molienda asistidos por pretratamientos y sus efectos, se evidencia la complejidad e importancia de estos estudios. Algunos de los trabajos de mayor relevancia que involucran coque o materiales similares pre tratados con técnicas ultrasónicas son:

- Morton, W. E., Fairbanks, H. V., Wallis, J., Hunicke, R. L., & Krenicki, J., en 1988, estudiaron el proceso de tratar con energía vibratoria ultrasónica una suspensión fluida de materiales particulados mezclados en un líquido para desaglomeración y limpieza, que comprende proporcionar, en una zona de tratamiento, energía vibratoria a través de una superficie con una frecuencia entre aproximadamente 10 kHz y 50 kHz rompiendo así la tensión superficial, limpiando las superficies del material, separando las diferentes partículas constituyentes y recubrimientos de geles, lodos, algas, arcilla o barro. Mediante estas técnicas se obtuvo como resultado la separación de mezclas de partículas finas de carbón u otros minerales valiosos con partículas de ceniza, arcilla, roca o arena con una alta eficacia [10].

- Slomka, B. J., & Buttermore, W. H., en 1991, realizaron pruebas de laboratorio para investigar los efectos de la energía sónica en la remoción selectiva de minerales formadores de cenizas del carbón. Se utilizó un procesador cercano de 10 kHz, configurado para el enjuague continuo de carbón en presencia de ondas sónicas. Los resultados para el carbón tratado sónicamente, luego tamizado en húmedo y la muestra inicial mostraron remociones de contenido de cenizas que varían de 11.6% a 31.3% en peso, como resultado de la exposición a energía sónica pulsada durante un tiempo total de 50 segundos de tratamiento. El contenido de cenizas del material de tamaño inferior desalojado sónicamente osciló entre el 55,0% y el 86,9% en peso, adicionalmente pruebas separadas con fracciones de gravedad específica del carbón demostraron que la exposición a la energía sónica promueve la separación de las partículas compuestas de carbón y mineral [11].
- Harrison, C. D., Raleigh Jr, C. E., & Vujnovic, B. J., en 2002, determinaron que las interfaces que existen donde la materia mineral se une al carbón son sitios potenciales para la cavitación transitoria y esta aplicación enfocada de energía puede romper selectivamente los enlaces entre la materia mineral y el carbón. Se estudió el uso de ultrasonido en el rango de 20 a 100 kHz donde se observó que la cavitación tiende a ocurrir preferentemente a lo largo de las grietas llenas de gas en las partículas, creando las condiciones necesarias para un evento de cavitación violento denominado "cavitación transitoria". Se concluyó que la cavitación en la superficie de las partículas de carbón elimina la arcilla, el gel de agua y cualquier producto de oxidación además de observar reducciones significativas en la humedad, las cenizas, el azufre y el mercurio del carbón limpio [12].
- B. Ambedkar , R. Nagarajan , S. Jayanti., en 2011, investigaron la utilización de ultrasonido en la eliminación de cenizas y desulfuración de carbón, utilizando frecuencias ultrasónicas entre 25 kHz y 430 kHz. El modelo utilizado en el estudio incorpora la intensidad cavitacional, el tiempo de sonicación, y la concentración de carbón como parámetros clave. En el estudio se concluyó que las mejores condiciones de frecuencia y tiempo de exposición para la exposición ultrasónica del material son 25

kHz y 30 minutos respectivamente, obteniendo la eliminación total de azufre y cenizas debido al mecanismo de cavitación, adicionalmente se presentó mayor dispersión de los gránulos del material y la rotura optima de estos [13].

- B. Ambedkar , R. Nagarajan , S. Jayanti., en 2011, estudiaron el uso de equipos ultrasónicos de última generación abarcando los rangos de frecuencia de alta cavitación (menor a 100 kHz) y de transmisión acústica (mayor a 100 kHz) obteniendo como resultado que la frecuencia de cavitación dominante se presenta en 25 kHz produciendo partículas finas de carbón, generando una eficaz eliminación de cenizas. En el estudio se proponen y detallan cuatro etapas para la rotura de partículas de carbón asistida por ultrasonido, entre las que se mencionan, la picadura de las superficies de carbón debido al impacto de micro-chorros, además de la formación de grietas, ensanchamiento y profundización en la superficie del carbón generados por colapso de las burbujas de cavitación [14].
- Royaei, M. M., Jorjani, E., & Chelgani, S. C., en 2012, estudiaron el efecto del pretratamiento de carbón por irradiación de microondas, ondas ultrasónicas y microondas seguido de ultrasonido para la producción de carbón ultra limpio por lixiviación en un reactor discontinuo. Los pretratamientos de irradiación ultrasónica tuvieron efectos positivos sobre la lixiviación ácida con HF, especialmente para fracciones de tamaño grueso y al principio del proceso de lixiviación, donde, después del procesamiento, se eliminó el contenido de cenizas del 95,5% de la muestra. Adicionalmente el contenido de azufre de la muestra no pretratada disminuyó al 1,26%, mientras que esta reducción para la muestra pretratada con ultrasonido fue más notable al llegar a 0,8%. Los resultados indicaron que la irradiación ultrasónica combinada con microondas puede considerarse como el método de pretratamiento más eficaz en la lixiviación química del carbón para producir carbón ultra limpio [15].
- Barma, S. D., en 2019, sugirió que la incorporación de ultrasonidos puede aumentar significativamente el rendimiento de carbón limpio bajo el efecto sustancial de la

cavitación y el flujo para mejorar la desmineralización, desulfuración, molturabilidad, capacidad de suspensión y deshidratación del carbón [1].

### **3.8) Coque metalúrgico**

El coque es el producto de la pirolisis del carbón en ausencia de aire, la cual se refiere a la descomposición química de materia orgánica causada por el calentamiento a altas temperaturas en ausencia de oxígeno. Se obtiene a partir de carbón o mezclas de carbones, de cuyas propiedades fisicoquímicas dependerán las del coque [16]. El carbón mineral generalmente se extrae por un sistema de pozos y galerías subterráneas o en algunos lugares a cielo abierto, se genera luego de la descomposición de la vegetación y otros minerales presentes en la superficie de la tierra, del cual se distinguen diferentes variedades como lignito, antracita, hulla y carbón pardo, los cuales se clasifican de acuerdo con la cantidad de carbono presente [17]. Dentro de la amplia gama de clases de carbones que existen en el mundo, solo aquellos clasificados como carbones bituminosos sirven para producir coque; en términos generales únicamente los carbones que se encuentran dentro del rango entre 0.5% a 2% de reflectancia, aproximadamente, son capaces de reaccionar cuando son calentados y dar lugar al coque; suelen considerarse como buenos carbones coquizables aquellos cuya reflectancia oscila entre 1.0% y 1.6% [18].

El mecanismo físico de la formación de coque por pirolisis en un horno de subproductos se da de la siguiente forma, se calienta primero la capa de partículas de carbón que se encuentra en contacto con la pared del horno, hasta el punto de que las partículas se vuelven plásticas y exudan alquitrán líquido, vapores de alquitrán, agua y gas. Con el ulterior calentamiento, el alquitrán líquido exudado por nuevas partículas de carbón, algo separadas de la pared del horno, se mezcla con partículas de carbón y se forma una “veta de alquitrán” en estado plástico, la cual se extiende desde arriba hasta el fondo de la carga y que es, aproximadamente, paralela a la pared del horno. Esta veta de alquitrán es muy mala conductora de calor y abarca la zona de la hulla donde se producen las principales reacciones de carbonización [18].

Además de la vaporización de las fracciones ligeras de alquitrán procedentes del lado de la pared de esta capa, las fracciones no volátiles empiezan por último a descomponerse y forman

gases que burbujan a través del material plástico. Estas burbujas son las que dan la estructura alveolar al material plástico de carbón y que se puede observar a simple vista en el coque final [18].

Cada veta de alquitrán plástico se mueve desde las paredes del horno hacia el centro del mismo a la velocidad normal de 1/2 pulgada/hora. La velocidad combinada de las dos vetas es por consiguiente de unos 25 mm/hora. El coque que se forma por la descomposición térmica de la superficie semiplástica del lado externo de la veta de alquitrán y el residuo contiguo de semicoque, son excelentes conductores de calor y sirven para transferir calor de la pared del horno hacia las vetas de alquitrán hasta cuando estas se juntan [18].

Poco después termina la producción de cantidades importantes de gas y alquitrán, y queda concluida la conversión de la carga de carbón en coque. Al final del periodo de coquización (15 a 20 horas), se cierra la abertura del horno que comunica con el tubo colector de gas. Se quitan las tapas de los huecos de cargue, se remueven las puertas laterales del horno y se dan las condiciones para el empuje del coque. Por el sitio donde sale el coque se coloca una reja metálica hasta un punto que permita caer el material sobre un vagón de apagado que lo lleva rápidamente a una estación de apagado donde mediante un rociado con agua se consigue apagar el coque completamente, finalmente se deja reposar durante 10 a 15 minutos con el fin de enfriar y vaporizar el agua superficial para su posterior transporte a lugar de almacenamiento [18].

El coque metalúrgico, es una materia prima esencial para la industria siderúrgica, tanto por el volumen de material involucrado como por su impacto en los costos de producción del acero [17]. Cumple diversas funciones en el alto horno, es el combustible que proporciona calor para los requerimientos endotérmicos de las reacciones químicas y para la fusión de la escoria y del metal; produce y regenera los gases para la reducción de los óxidos de hierro, es el soporte de la carga y el responsable de la permeabilidad [19]. Aproximadamente un 75% de la producción del coque en Colombia, se usa en procesos de alto horno, 10% en procesos de horno eléctrico, y el 15% restante en sectores como secado de granos, carburación de baños metálicos y obtención de aglomerados para industrias nacionales o extranjeras. Este renglón productivo se ha desarrollado debido a la existencia de carbones coquizables variados que permiten obtener coque siderúrgico de calidad [20].

### 3.9) Índice de trabajo de Bond y consumo de energía requerido

Uno de los parámetros aplicados en la industria a nivel mundial para predecir el consumo energético en la molienda de minerales es el índice de Bond ( $W_i$ ) o work index. Este parámetro indica la facilidad de molienda de una determinada mena. El valor del índice de trabajo es una característica de cada mineral dependiendo de la composición mineralógica y es obtenido mediante ensayo estándar en laboratorio, empleando el molino estándar de Bond con una distribución determinada de cuerpos molidores [21].

En la práctica de la ingeniería, la forma más popular de determinar la molturabilidad es mediante la prueba de molienda de Bond donde se define el índice de trabajo, que es uno de los parámetros más útiles e interesantes utilizados en el diseño de equipos de molienda [22].

Las relaciones entre el consumo de energía necesario en las operaciones de trituración y los tamaños involucrados han sido teóricamente estudiadas desde el inicio de la revolución industrial, sin embargo, el enfoque más práctico fue el propuesto por Fred Bond [23] [24]. La teoría de Bond establece que la energía específica necesaria ( $W$ ) para la molienda, se puede calcular mediante la siguiente ecuación, que es la expresión matemática de la ley de Bond [22].

$$W = 10W_i \left( \frac{1}{P_{80}} - \frac{1}{F_{80}} \right) \quad \text{Ecuación (6)}$$

Donde,

$W$ : Energía específica de molienda, en kW-h/ton métrica.

$W_i$ : Índice de trabajo de trabajo de bond, en kW-h/ton métrica.

$P_{80}$ : Tamaño de malla correspondiente al 80% del pasante acumulado del producto, en micrómetros ( $\mu m$ ).

$F_{80}$ : Tamaño de malla correspondiente al 80% del pasante acumulado del alimento, en micrómetros ( $\mu m$ ).

El índice de trabajo Bond ( $W_i$ ) debe obtenerse en condiciones restringidas, especialmente en lo que respecta al molino de laboratorio estándar Bond, el cual tiene dimensiones estándar y una carga de bolas estándar donde el material introducido en el molino, a un tamaño 100% inferior a

3,35 mm, corresponde al equivalente de un peso de 700 cm<sup>3</sup>, el cual se muele durante un determinado número de revoluciones. El producto de la molienda, es pasado a través de una criba con tamaño de corte P<sub>100</sub>. Los finos se apartan y los gruesos son devueltos al molino. Se añade alimentación fresca, de tal manera que en el interior del molino siempre exista un peso correspondiente al volumen de 700 cm<sup>3</sup>. A la fase de molienda-clasificación se le denomina ciclo.

Se realizan ciclos sucesivos hasta alcanzar el 250% de carga circulante, lo cual coincide con la estabilización del valor de Gbp en los sucesivos ciclos [22].

El Índice de Bond es obtenido mediante la siguiente ecuación [22].

$$W_i = \frac{44.5}{P_{100}^{0.23} Gbp^{0.82} \left( \frac{10}{P_{80}} - \frac{10}{F_{80}} \right)} \quad \text{Ecuación (7)}$$

Siendo;

P<sub>100</sub>: tamaño de malla de corte (μm).

Gbp: índice de molturabilidad (g/rev), gramos de finos que se producen en el molino por cada vuelta.

P<sub>80</sub>: tamaño correspondiente al 80% del pasante acumulado en los finos del último ciclo (μm).

F<sub>80</sub>: tamaño correspondiente al 80% del pasante acumulado en la alimentación fresca (μm).

Los parámetros P<sub>80</sub> y F<sub>80</sub> presentes en el cálculo relacionado al índice de trabajo de Bond y al consumo de energía de molienda, pueden ser determinados y correlacionados por expresiones matemáticas denominadas “funciones de distribución de tamaños” [25], que relacionan el tamaño de partícula (abertura de malla), con un porcentaje en peso, que generalmente es el acumulado retenido o el pasante. Existen muchas funciones, pero las más utilizadas en el análisis de granulometría son las de Gates-Gaudin-Schuhmann (G-G-S) y Rosin- Rammler (R-R). A continuación, se describen brevemente los fundamentos teóricos de los modelos antes mencionados.

### 3.9.1) *Modelo Gates-Gaudin-Schuhmann (G-G-S)*

El modelo compara o relaciona los valores del porcentaje acumulado pasante  $F(x)$  con el tamaño de partícula o abertura de malla de la serie empleada. La ecuación del modelo matemático propuesto es el mostrado a continuación [26].

$$F(x) = \left(\frac{x}{k}\right)^a \quad \text{Ecuación (8)}$$

Donde:

$F(x)$ : Porcentaje en peso acumulado pasante por malla.

$X$ : Tamaño de partícula en micrones.

$k$ : Módulo de tamaño.

$a$ : Módulo de distribución.

### 3.9.2) *Modelo Rosin-Rammler (R-R)*

El modelo Rosin-Rammler (R-R) compara o relaciona los valores del porcentaje acumulado pasante  $F(x)$  con el tamaño de partícula o abertura de malla de la serie empleada. La ecuación del modelo matemático propuesto es el siguiente [26].

$$F(x) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{x}{\beta}\right)^\alpha\right) \quad (9)$$

Donde:

$F(x)$ : porcentaje acumulado pasante.

$x$ : tamaño de partícula en micrones.

$\beta$ : Módulo de tamaño.

$\alpha$ : Módulo de distribución.

## IV. METODOLOGÍA

### ***4.1) Revisión y análisis bibliográfico***

En el proyecto de investigación se realizó una revisión bibliográfica permanente en revistas y patentes, que permitieron identificar avances y condiciones relacionadas con la ejecución del proyecto para lograr tener un adecuado soporte teórico. Dentro de las actividades metodológicas se encuentra:

- Documentación sobre las investigaciones relacionadas con la implementación de tratamientos y pre tratamientos ultrasónicos en carbón y sus derivados.
- Determinación de las condiciones de operación usualmente más efectivas en las diferentes investigaciones evaluadas.
- Integración de las condiciones de operación encontradas en la literatura para la correcta adaptación dentro del proyecto de investigación.
- Determinación de las propiedades fisicoquímicas del material para su posterior evaluación.

### ***4.2) Selección y caracterización del material***

La selección del material se realizó de acuerdo con la demanda industrial y a su vez teniendo en cuenta el acceso a este y su economía, además el material se selecciona principalmente teniendo en cuenta su importancia dado que se ha reportado que aproximadamente un 65% de la producción mundial de acero está basada en la producción de arrabio, mayoritariamente en el horno alto, donde el coque es una materia prima imprescindible, así mismo la molienda de coque representa para la industria siderúrgica, aproximadamente un 70% del valor de los costos en materias primas para el acero [27].

De acuerdo con lo anterior se emplearon técnicas para la determinación de la composición del material antes del tratamiento y a su vez en la molienda que se le efectuará. Para ello se realizaron análisis para la determinación de la composición del coque.

Los análisis realizados para este material incluyen:

- **Caracterización de análisis elemental:** Es una técnica que permite determinar el contenido total de carbono, hidrógeno, nitrógeno y azufre presentes en un amplio rango de muestras de naturaleza orgánica e inorgánica, tanto sólidas como líquidas. Es una técnica fiable usada para evaluar la pureza y la composición química de los compuestos, generalmente se realiza en un instrumento especializado conocido como analizador elemental, que se basa en la combustión de la muestra en donde se generan gases compuestos uniformes, estos productos de combustión se miden mediante cromatografía de gases y, por consiguiente, se determina la proporción de los elementos en la muestra original [28].
- **Análisis granulométrico:** Es una de las aplicaciones más importantes de la operación de tamizado, mediante el cual se suministra información valiosa acerca de distribución por tamaños que presenta el material y propiedades medias como superficie específica, número de partículas, diámetros medios, entre otras. Es además una herramienta de control de la operación y calidad de los productos de diversos procesos, ya que a partir del análisis granulométrico puede determinarse la eficiencia de un tamiz y su capacidad de operación [29].

#### ***4.3) Determinación de condiciones de operación***

En la determinación de las mejores condiciones de operación para el pretratamiento ultrasónico del coque, inicialmente se realizó la búsqueda bibliográfica respectiva, la cual dio a conocer la importancia de dos variables en el proceso que son, el tiempo de exposición de la muestra en el ultrasonido y la relación másica entre el medio de transmisión de ondas ultrasónicas (agua) y material (coque). Con base en esta información, se realizó un diseño de experimentos de tipo factorial general compuesto por dos factores, definidos como tiempo de exposición y relación másica Agua/Coque, y cuatro niveles para cada factor, correspondientes a 5, 10, 20 y 40 minutos y 1.5, 2, 2.5 y 2.57 masa de agua/masa de coque respectivamente. La selección de los valores correspondientes a los niveles de cada factor se hizo en base a la evidencia literaria donde se sugiere

periodos de exposición ultrasónica no superiores a 60 minutos [1] y baja concentración, en peso, del material a exponer en la pulpa ingresada al ultrasonido [30].

El equipo ultrasónico para desarrollar el proceso de exposición al material mantiene las características similares a las propuestas en la información bibliográfica, siendo así, se utilizó un equipo de ultrasonido ELMA ULTRASONIC LC30H construido completamente en acero inoxidable, capacidad de 1.7 L, potencia al 100 % de 240 W, dimensiones internas correspondientes a 9.5 in de longitud, 5.5 in de ancho y 4 in de altura, dimensiones externas fijadas en 10.5 de longitud, 7 de ancho y 8.5 de altura, generador de ondas ultrasónicas a 35 kHz de frecuencia operado a conexión de 110 V [32].

En la tabla 1 se muestra los conjuntos completos de factores y niveles evaluados en el diseño de experimentos propuesto, con el fin de determinar las mejores condiciones de operación a través de un análisis estadísticamente preciso, por medio del análisis de tamaño de partícula, específicamente tomando el resultado correspondiente al  $P_{80}$  como variable de respuesta ante el estudio. Cabe resaltar que el experimento de cada conjunto de parámetros se realizó por duplicado con el fin de mejorar la confiabilidad de los resultados.

TABLA I  
CONJUNTO DE PARÁMETROS EVALUADOS EN DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

Número de ensayo	Conjunto de parámetros		Número de duplicados
	Tiempo de exposición (min)	Relación másica Agua/Coque	
Blanco	NO APLICA	NO APLICA	1
1	5	1,50	1
2	5	2,00	1
3	5	2,50	1
4	5	2,57	1
5	10	1,50	1
6	10	2,00	1
7	10	2,50	1
8	10	2,57	1
9	20	1,50	1

---

10	20	2,00	1
11	20	2,50	1
12	20	2,57	1
13	40	1,50	1
14	40	2,00	1
15	40	2,50	1
16	40	2,57	1

---

#### ***4.4) Preparación de muestras***

Para la preparación de las muestras se realizó la respectiva distribución granulométrica para obtener un criterio de clasificación. Se efectuó un cuarteo sobre una cantidad considerable de coque, según se establece en normas de muestreo como ASTM y NTC para suelos y agregados pétreos, resguardando no alterar el tamaño de partícula al distribuir la pila de material de forma circular hasta obtener una altura no superior a 1 in. Se debió garantizar un mezclado eficiente del mineral para luego dividir el montículo circular en cuatro secciones. Seguidamente se toman fracciones de masa de lados opuestos hasta alcanzar la cantidad de muestra establecida según el tamaño máximo nominal registrado, cantidad establecida como 429 g.



Fig. 4. Muestra de coque metalúrgico preparada

De forma paralela, se verificaron condiciones de humedad relativa y porcentaje de humedad del material con el objeto de evitar formación de aglomeraciones de coque que pudiese alterar el análisis de tamaño de partícula. Del mismo modo, se efectuaron limpiezas sobre los cuerpos de tamiz a utilizar y la verificación de calibración respectiva de los equipos de medida requeridos.

#### ***4.5) Determinación de energía consumida en el proceso de molienda***

Con la finalidad de realizar una comparación entre la energía consumida por los procesos de molienda de material sin pretratamiento ultrasónico y coque metalúrgico expuesto a ultrasonido, se realizaron las respectivas moliendas a 429 g de cada muestra de material con y sin exposición, a cada una se le determinaron los parámetros  $F_{80}$  y  $P_{80}$  según los modelos antes descritos y mencionados para ello, como los son Gates-Gaudin-Schumann (GGS) y Rosin-Rammler (RR), y adicionalmente se determinó el índice de trabajo de Bond en cada proceso según el estudio de Bond lo recomienda [24]. Finalmente, el consumo de energía específica en la molienda de los dos tipos de materiales, con tratamiento y sin tratamiento ultrasónico, se determina según la ecuación 6, presente en el ítem 3.9.

#### ***4.6) Ensayos ultrasonido***

A partir de las combinaciones encontradas en el diseño de experimentos expuesto en la tabla 1, se toma una muestra específica del coque metalúrgico (429 gramos). Cada una de las muestras se expone en el ultrasonido con una frecuencia de 35 kHz, bajo una irradiación de ondas estacionarias continua y directa.



Fig. 5. Equipo de ultrasonido utilizado

#### 4.7) *Secado de material pretratado*

Una vez retirado el material del ultrasonido se procedió a depositar cada una de las muestras en recipientes de acero inoxidable cubiertos con papel kraft, posteriormente se ponen las muestras en un horno a 110 °C por 18 horas aproximadamente según la norma ASTM D3173/D3117M-17.



Fig. 6. Horno y secado de material

#### 4.8) *Ensayos molienda*

##### 4.8.1) *Determinación de fracción de llenado*

La fracción de llenado, es la proporción del volumen interno del molino que ocupa la carga y elementos moledores, es decir, la fracción del molino lleno por el lecho de bolas en el reposo. La fracción de llenado se puede obtener siguiendo el modelo de cálculo mostrado a continuación [3].

$$J = \frac{\text{Volumen real de las bolas} / \text{Fracción en volumen de acero en el lecho}}{\text{Volumen del molino}} \quad \text{Ecuación (9)}$$

$$J = \left( \frac{\text{masa de bolas} / \text{densidad de bolas}}{\text{Volumen del molino}} \right) \times \left( \frac{1}{1 - \text{Porosidad del lecho}} \right) \quad \text{Ecuación (10)}$$

Para bolas de acero se considera que la porosidad nominal del lecho es constante y equivale al valor de 0.4, por lo que la expresión de fracción de llenado se determina con la siguiente ecuación.

$$J = \left( \frac{\text{masa de bolas/densidad de bolas}}{\text{Volumen del molino}} \right) \times \left( \frac{1}{0.6} \right) \quad \text{Ecuación (11)}$$

Similarmente, la carga de polvo de un molino se expresa como la fracción del volumen del molino ocupada por el lecho de polvo,  $f_c$ . Usando nuevamente una porosidad nominal del lecho de polvo como se presenta a continuación.

$$f_c = \left( \frac{\text{masa de polvo/densidad de polvo}}{\text{Volumen del molino}} \right) \times \left( \frac{1}{0.6} \right) \quad \text{Ecuación (12)}$$

A fin de relacionar la carga de polvo con la carga de bolas, el volumen aparente de la carga de polvo se compara con la porosidad nominal del lecho de bolas mediante la variable U, que expresa la fracción de huecos entre las bolas en reposo ocupada por el lecho de partículas.

$$U = \frac{f_c \times \text{Volumen de molino}}{J \times \text{Volumen de molino} \times \text{Porosidad lecho de bolas}} = \frac{f_c}{0.4 J} \quad \text{Ecuación (13)}$$

Empíricamente se ha encontrado que el rango de U de 0.6 a 1.1 es una buena proporción de polvo a bolas para dar una fractura eficiente en el molino.

De acuerdo con las expresiones matemáticas anteriores es posible encontrar el volumen de llenado, el volumen ocupado por el polvo, número de bolas, el peso total de material y de bolas al interior del molino.

#### **4.9) Descripción molino de bolas**

Para los ensayos de molienda se utilizó un molino de bolas, en la tabla 2 se consignan las características del equipo, cada una de las muestras con previo tratamiento ultrasónico se someten a un tiempo de molienda de 2 minutos, realizando una réplica por cada muestra.

TABLA II  
ESPECIFICACIONES DE MOLINO DE BOLAS

<b>Molino</b>	
Diámetro interno (cm)	20,00
Longitud (cm)	20,00
Material	Acero inoxidable
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	7,85
Volumen total (cm <sup>3</sup> )	6283,18
Fracción de llenada	0,30
Volumen de llenado de bolas (cm <sup>3</sup> )	1884,95
Volumen total de bolas (cm <sup>3</sup> )	1130, 47
Llenado de polvo	0,12
Volumen ocupado por el polvo (cm <sup>3</sup> )	754,0
Porosidad de lecho de bolas	0,40
Peso inicial de llenado (g)	428,27
<b>Internos (Bolas)</b>	
Volumen de bola (cm <sup>3</sup> )	8,58
Diámetro de bola (cm)	2,54
Material	Acero inoxidable
Peso bola (g)	67,35
Número de bolas totales	132,00
Peso de bolas totales (g)	8890,85
<b>Material</b>	
Material	Coque metalúrgico
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	1,42
Fracción de polvo	1,00

#### 4.10) Caracterización Granulometría

Posterior al ensayo de molienda se utiliza una serie de mallas identificadas con los números: N° 10, N° 14, N° 16, N° 20, N° 30, N° 40, N° 50, N° 70, N° 100, N° 140, N° 200 y colector (sumidero), se depositó 40 gramos cada una de las muestras a la malla inicial (N° 10) y se llevó al

Ro-Tap por un tiempo de 8 minutos, este equipo es el encargado de ayudar a separar las partes finas de las gruesas por medio de vibraciones y movimientos rotatorios. Este procedimiento se realizó con el objetivo de determinar a través del  $P_{80}$  las condiciones óptimas del ultrasonido, en el ítem 4.3 se explica detalladamente como se realizó este procedimiento.



Fig. 7. Serie de tamices para caracterización granulométrica

#### ***4.11) Determinación de velocidades específicas de fractura.***

A partir del diseño de experimentos expuesto detalladamente en el 5.3, se definió que las condiciones óptimas de operación eran 5 minutos de tiempo de exposición a ultrasonido y relación másica de 2.57 masa de agua/masa de coque para la pulpa de alimento al equipo ultrasónico, a partir de dichas condiciones se procedió a determinar la velocidad específica de fractura, tomando tres grupos de monotamaños siendo estos relativos a las mallas 16/20, 20/30 y 40/50.

Para cada grupo de monotamaño se toman cinco muestras, cada una de 429 gramos de coque metalúrgico, cada una de las muestras se lleva al ultrasonido a las condiciones determinadas, para luego ser molidas por tiempos correspondientes a 0.5, 1, 2, 3 y 4 minutos.

Después de realizar el procedimiento descrito anteriormente se tomó cada una de las muestras molidas y se descargaron en las respectivas mallas, se llevaron al Ro-Tap por un tiempo de 8 minutos y se procedió a pesar el material retenido en las mallas N° 20, N° 30 y N° 50, con el objetivo de determinar las velocidades específicas de fractura.

#### **4.12) *Determinación de la distribución de tamaño de la progenie***

Para determinar la distribución de tamaño de la progenie se tomaron las muestras expuestas a las condiciones de exposición ultrasónica y molidas durante 0.5 minutos de cada monotamaño, y se llevó a una de serie de mallas identificadas con los números N° 30, N° 40, N° 50, N° 70, N° 100, N° 140, N° 200, N° 270, N° 325 y colector para material pasante del tamaño relativo a la malla 16/20, de igual manera a una de serie de mallas identificadas con los números N° 40, N° 50, N° 70, N° 100, N° 140, N° 200, N° 270, N° 325 y colector para material pasante del tamaño relativo a la malla 20/30, y a una de serie de mallas identificadas con los números N° 70, N° 100, N° 140, N° 200, N° 270, N° 325 y colector para material pasante del tamaño relativo a la malla 40/50. Cada una de las muestras se llevó al Ro-Tap por un tiempo de 8 minutos. Por último, se pesó el material retenido en cada una las mallas con el objetivo de encontrar los  $B_{ij}$ .

## V. RESULTADOS Y DISCUSIONES

### **5.1) *Selección y caracterización del material***

La selección y caracterización del coque metalúrgico se llevó a cabo según la información descrita en el ítem 4.2 del presente escrito, de esta manera realizados los análisis respectivos, en la tabla 3 se muestra el resultado de la caracterización de análisis elemental correspondiente al coque metalúrgico seleccionado, el cual presenta densidad real correspondiente a  $0.79 \text{ g/cm}^3$  y densidad aparente con valor de  $1.42 \text{ g/cm}^3$ , se observa que el material está compuesto en gran medida por

carbono (C) y oxígeno (O), además de mantener la presencia, entre otros, de algunos compuestos como cal (CaO) y sílice (SiO<sub>2</sub>) que pueden modificar sus propiedades mecánicas y de fractura.

TABLA III  
CARACTERIZACIÓN DEL ALIMENTO POR ANÁLISIS ELEMENTAL

Muestra			C (%)	H (%)	O (%)	N (%)	S (%)	Σ
Coque Metalúrgico			82,55	0,79	14,46	1,3	0,9	100
Carbono fijo	Volátiles	Humedad	Cenizas					Σ
			SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Otros	
76,87	0,91	0,047	28,9	26,75	10,62	10,28	23,45	100

Una vez caracterizado el material se procedió a realizar una distribución granulométrica del mismo, utilizando 80 gramos totales, en dos réplicas de 40 gramos cada una, los cuales se sometieron a un proceso de tamizado. Cabe resaltar que dicha distribución granulométrica se realizó para material sin molienda ni pretratamiento ultrasónico, identificado como el alimento del proceso global. Los resultados obtenidos se muestran a continuación en la figura 8.

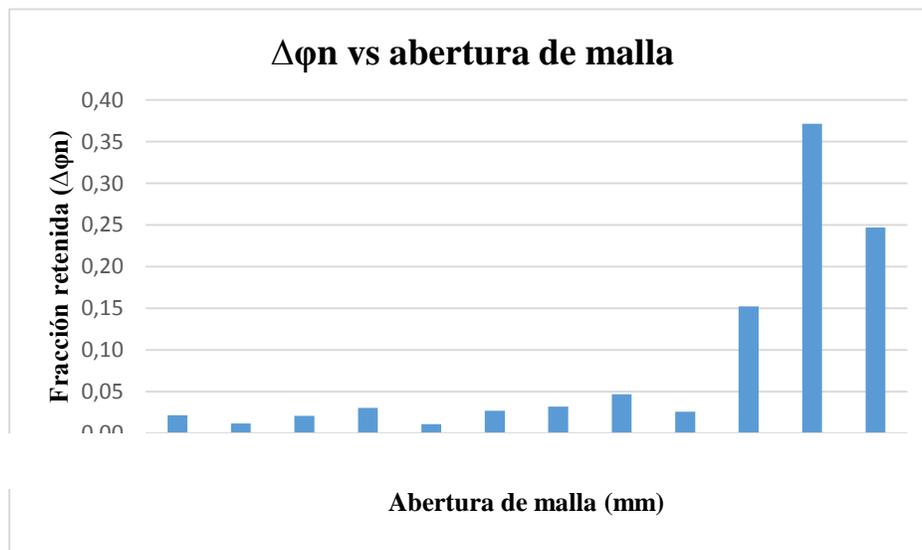


Fig. 8. Histograma granulométrica de alimento

A partir de los datos granulométricos del alimento es posible determinar por medio de métodos matemáticos, tales como el modelo Gates-Gaudin-Schuhmann (G-G-S) o el modelo

Rosin-Rammler (R-R) explicados en el ítem 3.9, un parámetro importante para los cálculos del presente experimento como lo es el  $F_{80}$ , siendo este el tamaño de malla correspondiente al 80% del pasante acumulado del alimento. Para el presente caso de estudio se seleccionó el modelo Gates-Gaudin-Schuhmann (G-G-S) al presentar un mayor coeficiente de determinación al realizar el modelamiento matemático para la granulometría del alimento, el cual se muestra en la figura 9.

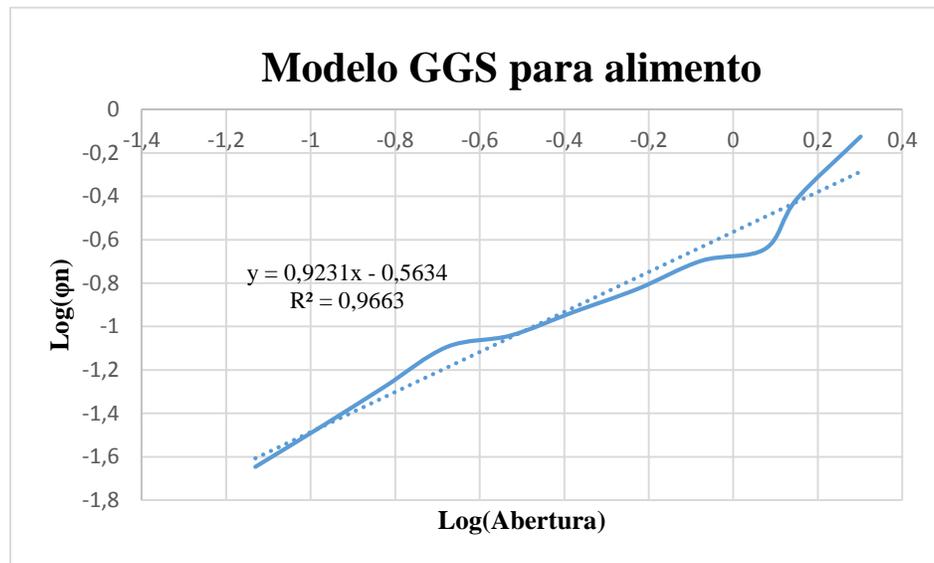


Fig. 9. Modelo Gates-Gaudin-Schuhmann para muestra de alimento

Así, de acuerdo con los datos resultantes en la figura 9 es posible obtener el parámetro  $F_{80}$  realizando los cálculos correspondientes para el modelo utilizado (G-G-S), resultando un valor de 2.87 mm.

## 5.2) Determinación de condiciones de operación.

Para la determinación de las mejores condiciones de operación en la exposición a ultrasonido y posterior molienda de coque metalúrgico, se utilizaron las condiciones mostradas en la tabla 1 del ítem 4.3, posteriormente cada muestra expuesta a ondas ultrasónicas se llevó al molino de bolas durante 2 minutos, para finalmente luego del proceso de molienda realizar el análisis granulométrico respectivo y de acuerdo al modelo matemático descrito por Rosin-Rammler (R-R), el cual presentó mejores coeficientes de determinación ( $R^2$ ) para todas las muestras analizadas, se

obtiene el valor de  $P_{80}$ . Los resultados de cada ensayo realizado se muestran a continuación en la tabla 4.

TABLA IV  
RESULTADOS DE  $P_{80}$  PARA CONDICIONES DE EXPOSICIÓN ULTRASÓNICA EVALUADAS

Número de ensayo	Conjunto de parámetros		Número de duplicados	$P_{80}$ (mm)
	Tiempo de exposición (min)	Relación másica Agua/Coque		
Blanco	NO APLICA	NO APLICA	1	1,59
1	5	1,50	1	1,47
2	5	2,00	1	1,30
3	5	2,50	1	1,65
4	5	2,57	1	1,35
5	10	1,50	1	1,37
6	10	2,00	1	1,62
7	10	2,50	1	1,32
8	10	2,57	1	1,71
9	20	1,50	1	1,57
10	20	2,00	1	1,81
11	20	2,50	1	1,04
12	20	2,57	1	1,35
13	40	1,50	1	1,93
14	40	2,00	1	1,22
15	40	2,50	1	1,59
16	40	2,57	1	1,57

A partir de los resultados presentes en la tabla 4, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) de todas las respuestas para identificar los factores más importantes y sus interacciones. Los términos estadísticos de la tabla ANOVA, como la suma de cuadrados, la media de cuadrados y la relación de varianza (valor F) de cada factor en cada respuesta, se calcularon mediante el software R. Considerando que se seleccionó el intervalo de confianza para este estudio en 95%, los

valores P menores a 0.05 indican que los términos del modelo son significativos. Además, el  $R^2$  de este modelo es 0.92. El ANOVA resultante para el estudio estadístico realizado se presenta en la tabla 5.

TABLA V  
ANÁLISIS DE VARIANZA PARA  $P_{80}$  DE CONDICIONES DE EXPOSICIÓN ULTRASÓNICA EVALUADAS

<b>Factor</b>	<b>Grados de Libertad</b>	<b>Suma de cuadrados</b>	<b>Cuadrado medio</b>	<b>Valor F</b>	<b>Valor-P (Pr &gt; F)</b>
T: Tiempo de exposición	1	0,0567	0,0567	0,7120	0,406
R: Relación Agua/Coque	1	0,0933	0,0933	1,170	0,289
TR	1	0,1068	0,1068	1,340	0,257
Residuo	28	2,2322	0,0797		

Los diagramas de cajas y bigotes para el análisis estadístico realizado se muestran en las figuras 10 y 11 a continuación.

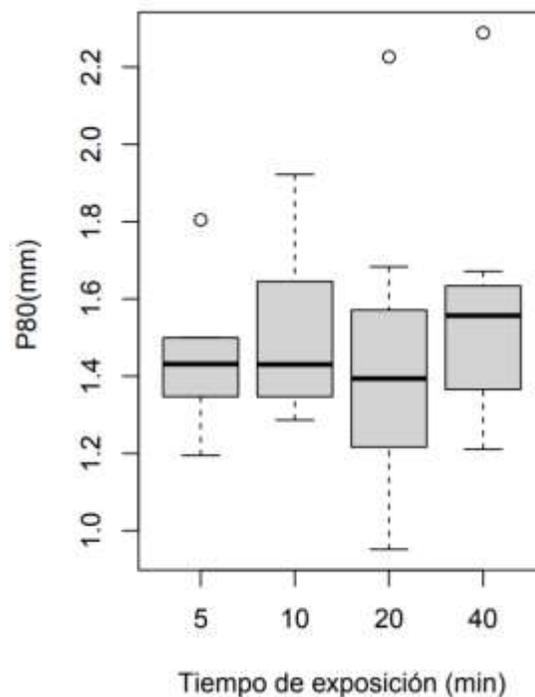


Fig. 10. Diagrama de cajas y bigotes para tiempo de exposición

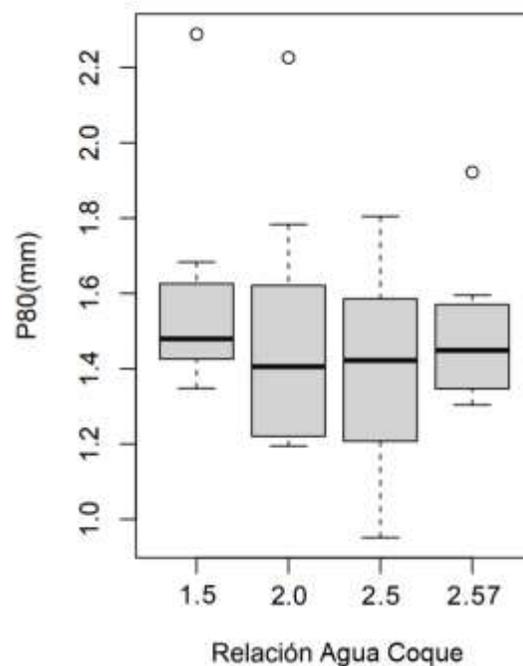


Fig. 11. Diagrama de cajas y bigotes para relación Agua/coque

Con base en los resultados mostrados en la tabla 5 y figuras 10 y 11 para el análisis estadístico realizado a las condiciones de exposición ultrasónica evaluadas, se puede inferir que los factores seleccionados ni la interacción entre ellos son estadísticamente significativos, conclusión respaldada por los valores P resultantes para cada efecto, esto indica que la selección del par de condiciones a las cuales se realizará el proceso de exposición no tiene relevancia estadística, por lo que se puede elegir cualquiera de los conjuntos de parámetros evaluados, siendo esto así, la elección de las variables puede ser sometida a un análisis de costos operacionales en el proceso, donde según los cálculos presentados para el consumo de energía específica en el equipo ultrasónico mostrados en el ítem 5.4 se observa que, como es de esperarse, menores tiempos de exposición consumen menor energía eléctrica, razón por la cual se determina un tiempo de exposición de 5 minutos, por otra parte la relación másica entre agua y coque en la pulpa de alimento al ultrasonido se puede determinar teniendo en cuenta la recomendación de una baja concentración de material en la pulpa, incrementando de esta forma su interacción ante las ondas generadas [30], motivo por el que se selecciona la mayor relación másica posible en los ensayos realizados siendo esta 2.57 masa de agua/masa de coque. La selección del conjunto de factores compuesto por tiempo de exposición ultrasónica de 5 minutos y relación másica de 2.57 masa de

agua/masa de coque se puede justificar mediante los resultados presentes en la tabla 4 donde se evidencia que dichas condiciones presentaron una respuesta satisfactoria ante la disminución del parámetro  $P_{80}$  respecto al valor resultante de la muestra blanco a la que no se realizó pretratamiento ultrasónico.

### 5.3) *Determinación de energía consumida en proceso de molienda.*

Con el fin de realizar una comparación entre la energía consumida en los procesos de molienda realizados a las muestras de coque metalúrgico sin asistencia y con asistencia por ultrasonido, se determinó inicialmente el índice de trabajo de Bond para molino de bolas a cada muestra analizada, según el procedimiento expuesto W. Mandujano [31], de igual manera fue necesario calcular según el modelo de Roslin-Rammler (R-R) los parámetros  $F_{80}$  y  $P_{80}$  de cada ensayo para finalmente determinar el consumo energético de los dos procesos de molienda haciendo uso de la ecuación 6.

Los resultados obtenidos en la determinación de la energía consumida en cada proceso de molienda, tanto para la muestra de coque metalúrgico sin pretratamiento ultrasónico como para la muestra pretratada se muestran en las tablas 6 y 7 a continuación.

TABLA VI  
CONSUMO ENERGÉTICO DE PROCESO DE MOLIENDA PARA MUESTRA DE COQUE METALÚRGICO  
SIN ASISTENCIA CON ULTRASONIDO

<b>Muestra sin pretratamiento ultrasónico</b>	
Wi (kW-h/ton)	68,96
P80 ( $\mu\text{m}$ )	1590,00
F80 ( $\mu\text{m}$ )	2870,00
W (kW-h/ton)	0,19

TABLA VII  
CONSUMO ENERGÉTICO DE PROCESO DE MOLIENDA PARA MUESTRA DE COQUE METALÚRGICO  
ASISTIDA CON ULTRASONIDO

<b>Muestra con pretratamiento ultrasónico</b>	
Wi (kW-h/ton)	18,97
P80 ( $\mu\text{m}$ )	1350,00
F80 ( $\mu\text{m}$ )	2870,00
W (kW-h/ton)	0,07

Observando los resultados presentados en las tablas 6 y 7, se evidencia que la muestra de coque metalúrgico asistida por ultrasonido previo al proceso de molienda, reduce considerablemente la energía requerida para su ejecución respecto a la muestra sin pretratamiento ultrasónico, lo cual se valida a partir del porcentaje de mejora resultante en un valor de 171 %. Esto permite corroborar que el pretratamiento realizado al material produce microfallas en las partículas expuestas, lo que facilita posteriormente el proceso de molienda y por ende menor consumo de energía eléctrica.

#### 5.4) *Ensayos Ultrasonido*

Se realizaron ensayos utilizando como medio de exposición el ultrasonido, donde se tomó una alícuota de 429 gramos de coque metalúrgico y se expuso a diferentes tiempos correspondientes a 5, 10, 20 y 40 minutos.

A partir de lo expuesto en la ecuación 5 presente en el ítem 3.6, se determinó la energía consumida por el ultrasonido en términos de la cantidad de carga y tiempo de exposición, cuyos resultados se muestran a continuación.

TABLA VIII  
RESULTADOS DE POTENCIA CONSUMIDA EN ULTRASONIDO

<b>Tiempo de exposición (min)</b>	<b>Potencia consumida en ultrasonido (kW-h/Ton<sub>c</sub>)</b>
5	42,29
10	84,59
20	169,17
40	338,34

A partir de los resultados obtenidos en los ensayos de exposición ultrasónica se evidencia una relación directamente proporcional entre el tiempo de exposición y la energía específica consumida en el proceso, resultado esperado que contribuye a un análisis de costos que ayuda en la selección de la condición que proporciona una mejor operación y mayor rentabilidad en el estudio ejecutado. Adicionalmente estudios previos han concluido que cortos tiempos de exposición ultrasónica, además de disminuir la energía requerida, presentan mayor eficiencia y mejores resultados mediante una mayor dispersión de los gránulos haciendo más efectiva la exposición del material.

### 5.5) *Ensayos de molienda*

Para la primera fase de la experimentación se tomaron 17 muestras de coque metalúrgico cada una con un peso representativo de 429 gramos y previamente expuestas las condiciones seleccionadas para ultrasonido; 16 de las muestras fueron tratadas con exposición al ultrasonido y la muestra restante se utiliza como blanco y no se expone al pretratamiento ultrasónico, a cada muestra se le aplicó una molienda de 2 minutos.

Con el fin de realizar una comparación entre la distribución granulométrica de los diferentes tipos de muestras de coque metalúrgico analizados, a continuación se presentan los datos y resultados obtenidos del análisis granulométrico de tres muestras, denominadas alimentación (muestra sin pretratamiento ultrasónico ni proceso de molienda), blanco (muestra con solo de proceso de molienda) y expuesta a ultrasonido (muestra con pretratamiento ultrasónico y proceso de molienda).

#### 5.5.1) *Alimentación*

Para determinar el parámetro  $F_{80}$  de la alimentación se realizó el tamizaje de una muestra representativa, tomando 80 gramos de coque metalúrgico sin pretratamiento y sin molienda, con la intención de realizar dos réplicas, cada una utilizando 40 gramos de material.

La figura 12 representa el modelo de Rosin-Rammler (R-R) para la alimentación.

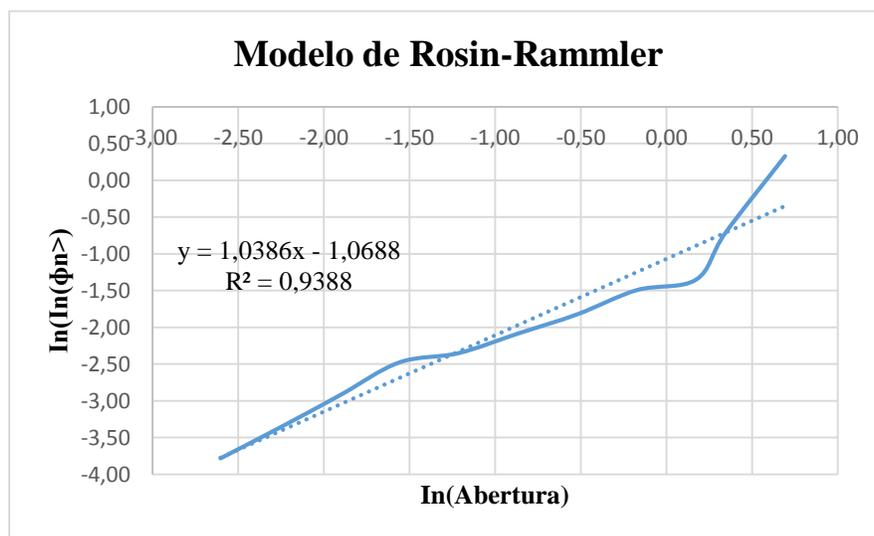


Fig. 12. Modelo de Rosin-Rammler para la alimentación

### 5.5.2) Blanco

Para determinar el parámetro  $P_{80}$  de la muestra blanco se tomaron 429 gramos de coque metalúrgico y se sometió a molienda por 2 minutos.

La figura 13 representa el modelo de Rosin-Rammler para el blanco.

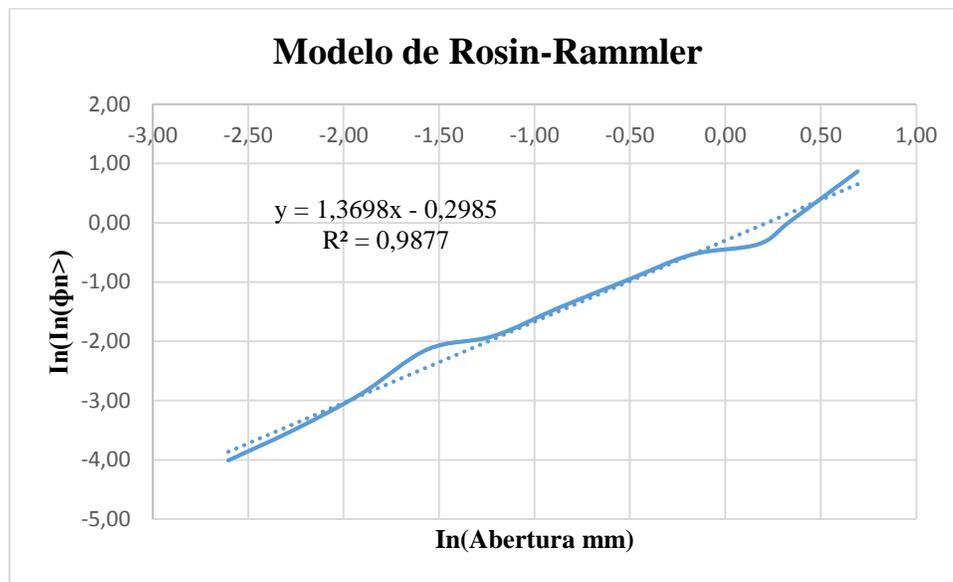


Fig. 13. Modelo de Rosin-Rammler para el blanco

### 5.6) Muestra expuesta al ultrasonido

Para determinar el parámetro  $P_{80}$  de la muestra expuesta a ultrasonido mediante las condiciones seleccionadas en el ítem 5.2, se tomaron 429 gramos de la muestra previamente expuesta de coque metalúrgico y se sometió a molienda por 2 minutos

La figura 14 representa el modelo de Rosin-Rammler para la muestra con pretratamiento ultrasónico y posteriormente molida.

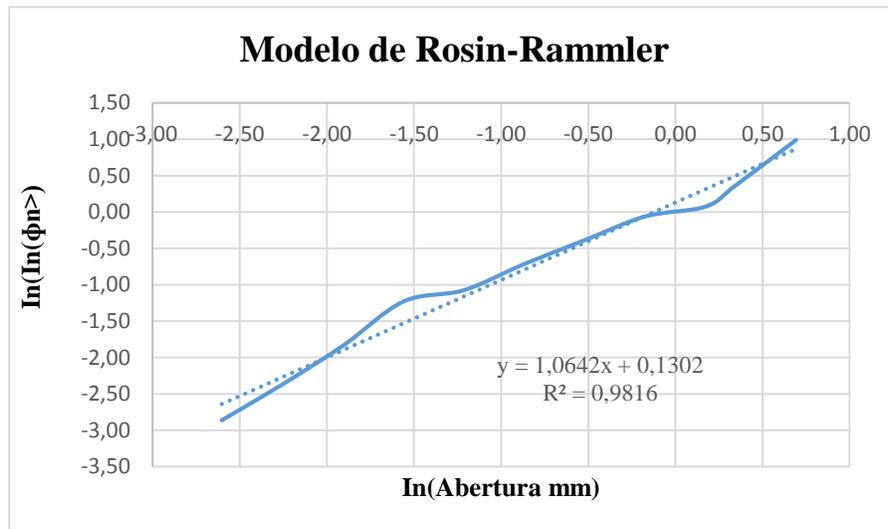


Fig. 14. Modelo de Rosin-Rammler para la muestra expuesta a ultrasonido

En las figuras 15 y 16 se presenta el análisis granulométrico diferencial y acumulado para las tres muestras mencionadas anteriormente.

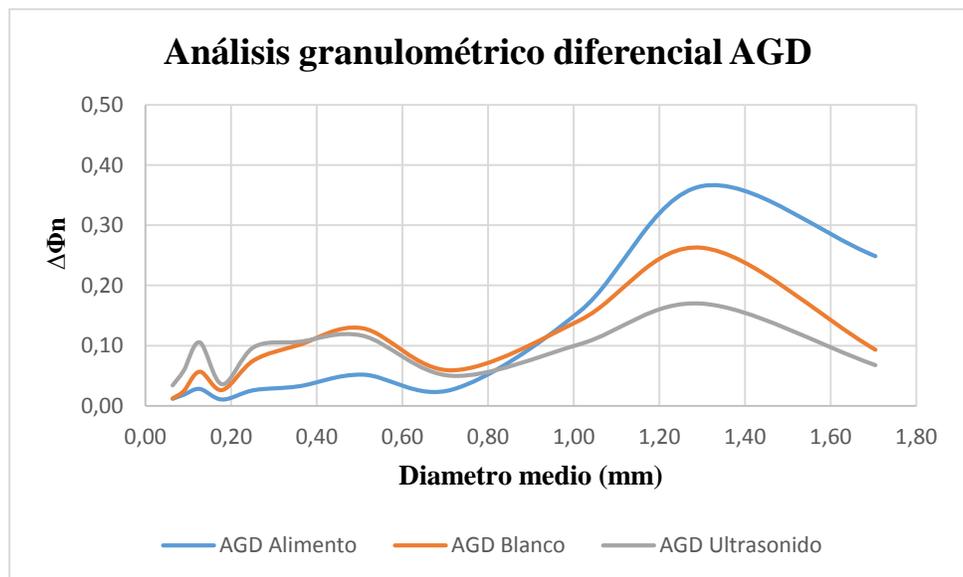


Fig. 15. Análisis granulométrico diferencial AGD para el alimento, el blanco y a la muestra expuesta a ultrasonido

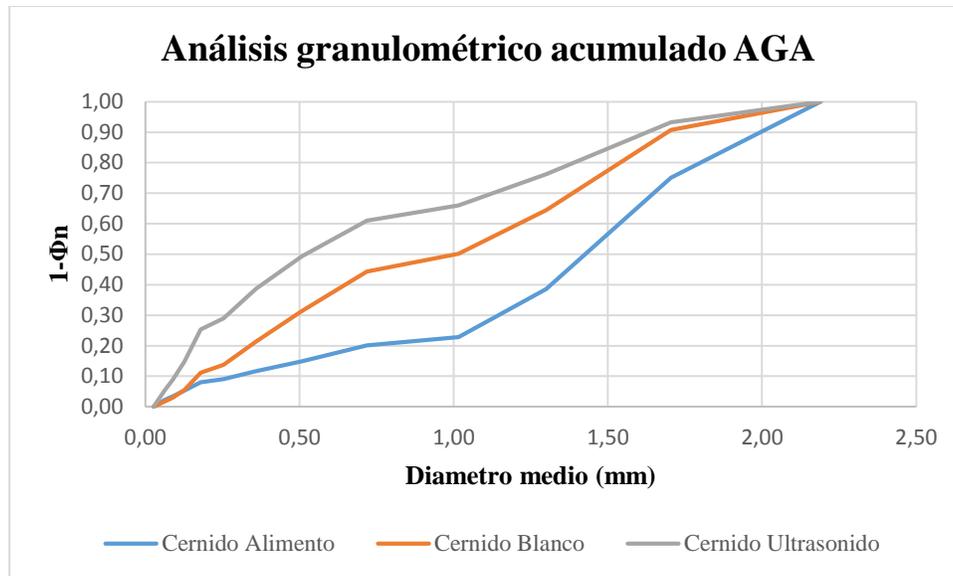


Fig. 16. Análisis granulométrico acumulado AGA para el alimento, el blanco y a la muestra expuesta a ultrasonido

Respecto a lo presentado en la figura 15 correspondiente al análisis granulométrico diferencial de las tres muestras evaluadas, se puede evidenciar un cambio significativo en la distribución de las partículas respecto a su tamaño, donde se observa que existe una considerable reducción de tamaño cuando el material es expuesto a ultrasonido respecto a las muestras de alimentación y blanco donde la granulometría presenta mayor fracción de gruesos. Lo anterior se reafirma a partir de las curvas presentes en el análisis granulométrico acumulado mostrado en la figura 16, donde se analiza que el material expuesto, presenta una disminución en el  $D_{50}$  (diámetro en que se presenta el 50% de material pasante) respecto a la muestra blanco que solamente presenta proceso de molienda y aún más sobre la muestra alimento que no tiene ningún tratamiento. Adicionalmente en el ítem 5.1 se presenta el resultado para el parámetro  $F_{80}$  de la muestra de alimentación, mientras los valores de parámetro  $P_{80}$  para las muestras blanco y expuesta a ultrasonido se pueden observar en la tabla 4 del ítem 5.2, a partir de estos valores se puede inferir de igual manera una reducción del diámetro pasante del 80% del material cuando la muestra es asistida por ultrasonido. Todos los resultados anteriores descritos por la disminución del tamaño de partícula a partir de la exposición a ultrasonido son los esperados en este tipo de procesos, debido a que se comprueba que el pretratamiento es efectivo en la generación de micro-fallas en el material, colaborando así en facilitar la fractura de coque metalúrgico en procesos de molienda.

### 5.7) *Velocidades Específicas de Fractura*

La velocidad específica de fractura  $S_j$  fue determinada para tres grupos de monotamaños, los cuales son relativos a las mallas 16/20, 20/30 y 40/50 de acuerdo al ensayo propuesto por Austin y Concha [3] y explicada para el presente estudio en el ítem 4.11. En las figuras 17, 18 y 19 se muestran los resultados obtenidos para el experimento de determinación de las velocidades específicas de fractura en los monotamaños correspondientes a la muestra blanco, en donde el valor de la pendiente de cada curva se interpreta como la velocidad específica de fractura respectiva.

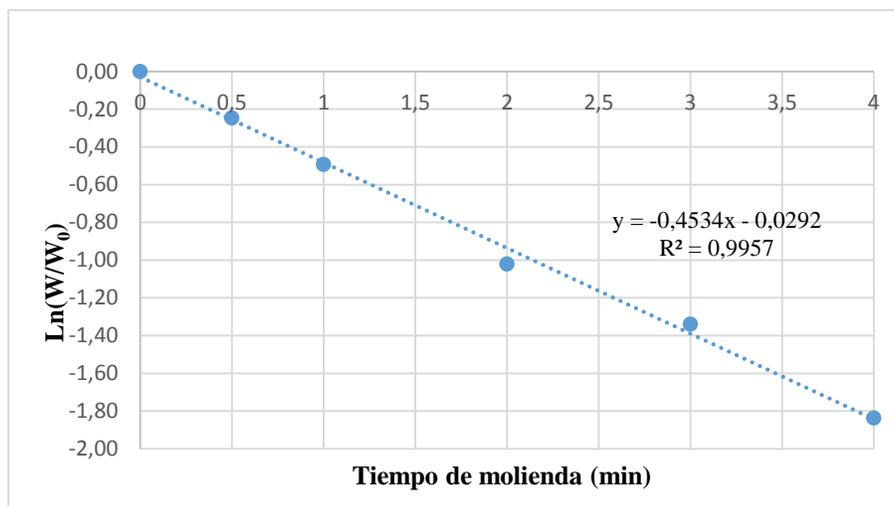


Fig. 17. Cinética de fractura de monotamaño de malla 16/20 para muestra blanco

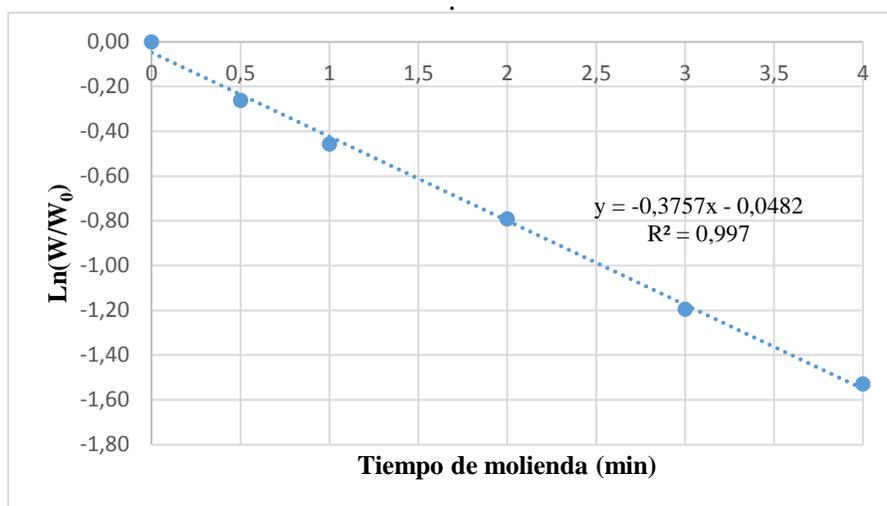


Fig. 18. Cinética de fractura de monotamaño de malla 20/30 para muestra blanco

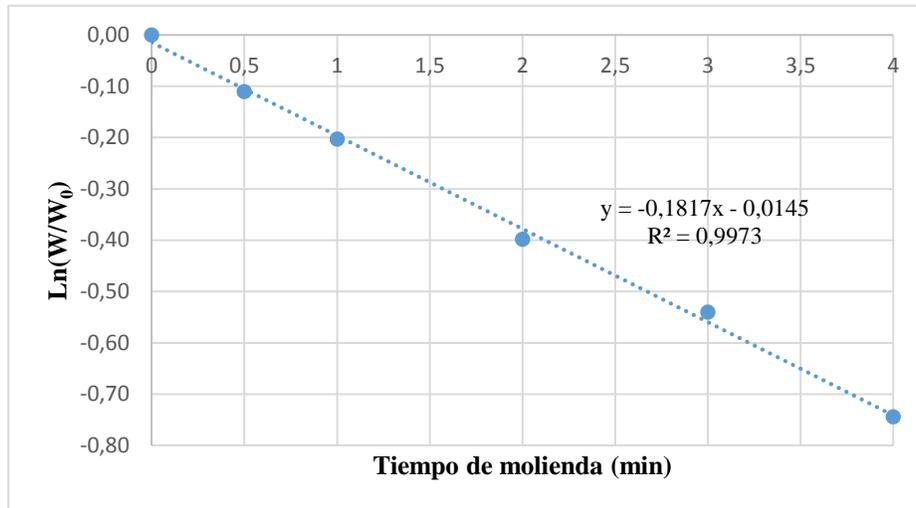


Fig. 19. Cinética de fractura de monotamaño de malla 40/50 para muestra blanco

En las figuras 20, 21 y 22 se pueden observar los resultados obtenidos para el experimento de determinación de las velocidades específicas de fractura en los monotamaños correspondientes a la muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido, en donde el valor de la pendiente de cada curva se interpreta como la velocidad específica de fractura respectiva.

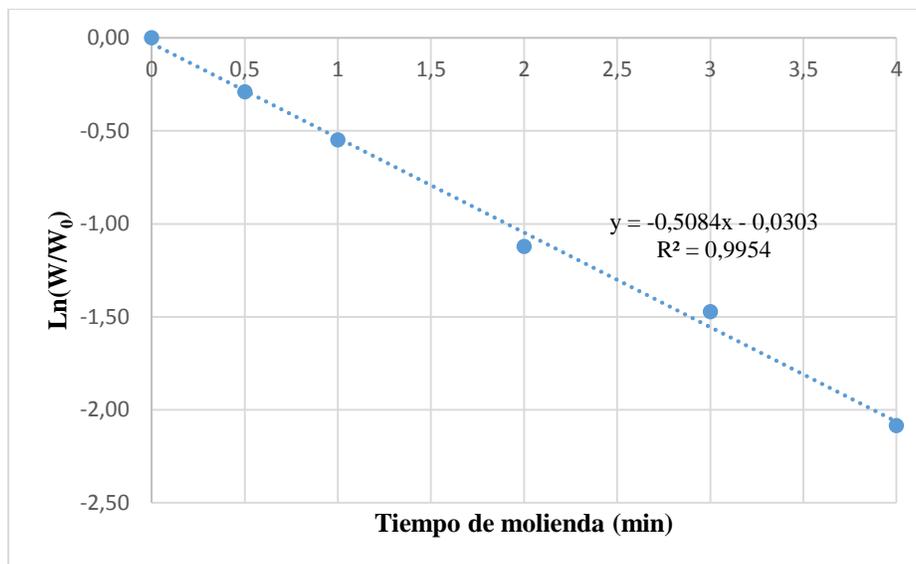


Fig. 20. Cinética de fractura de monotamaño de malla 16/20 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido

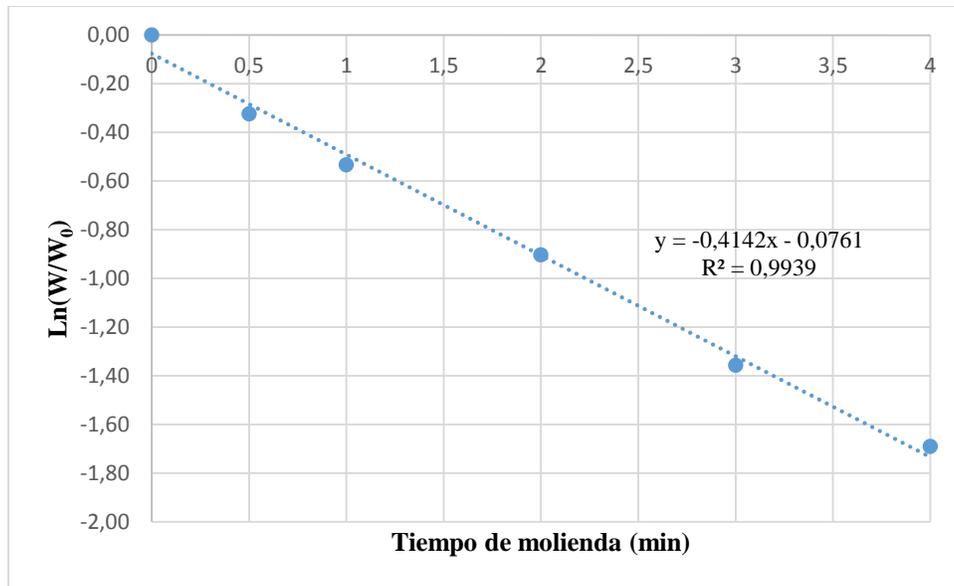


Fig. 21. Cinética de fractura de monotamaño de malla 20/30 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido

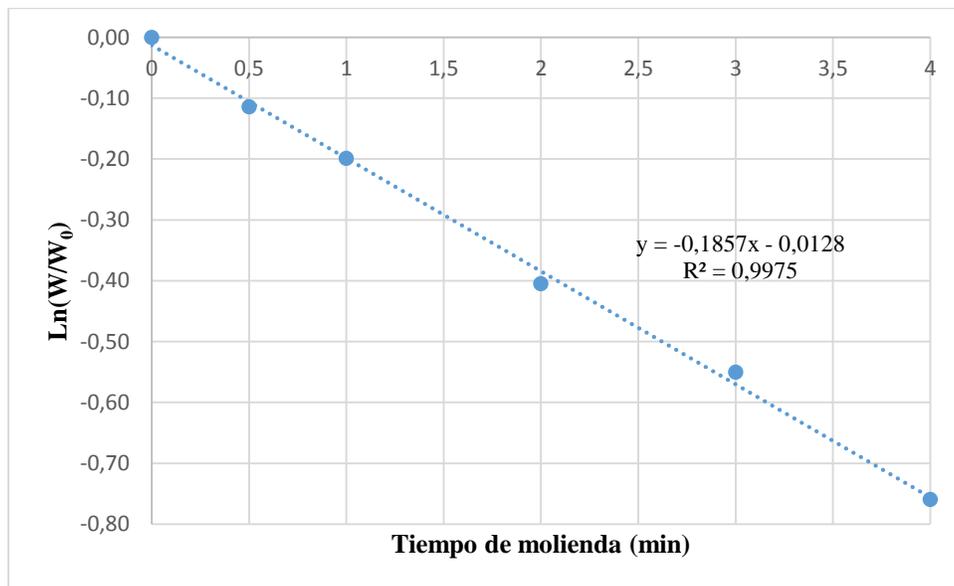


Fig. 22. Cinética de fractura de monotamaño de malla 40/50 para muestra expuesta a pretratamiento en ultrasonido

La tabla 9 muestra las velocidades específicas de fractura encontradas para los diferentes monotamaños evaluados tanto para la muestra blanco como para la muestra expuesta previamente a condiciones ultrasónicas, adicionalmente en la misma tabla se muestra el porcentaje de mejora obtenido mediante la asistencia por ultrasonido respecto a la muestra sin tratamiento.

TABLA IX  
VELOCIDADES ESPECÍFICAS DE FRACTURA OBTENIDAS PARA MUESTRA BLANCO Y MUESTRA ASISTIDA POR ULTRASONIDO

Malla	Abertura	$S_j$ [ $\text{min}^{-1}$ ] (Asistida por ultrasonido)	$S_j$ [ $\text{min}^{-1}$ ] (Blanco)	% de Mejora
16/20	0,841	0,5084	0,4534	12,13%
20/30	0,595	0,4142	0,3757	10,25%
40/50	0,297	0,1857	0,1817	2,20%

Finalmente, en la figura 23, se presenta el comportamiento de la velocidad específica de fractura respecto a la abertura de malla para las dos muestras evaluadas, con exposición y sin exposición ultrasónica.

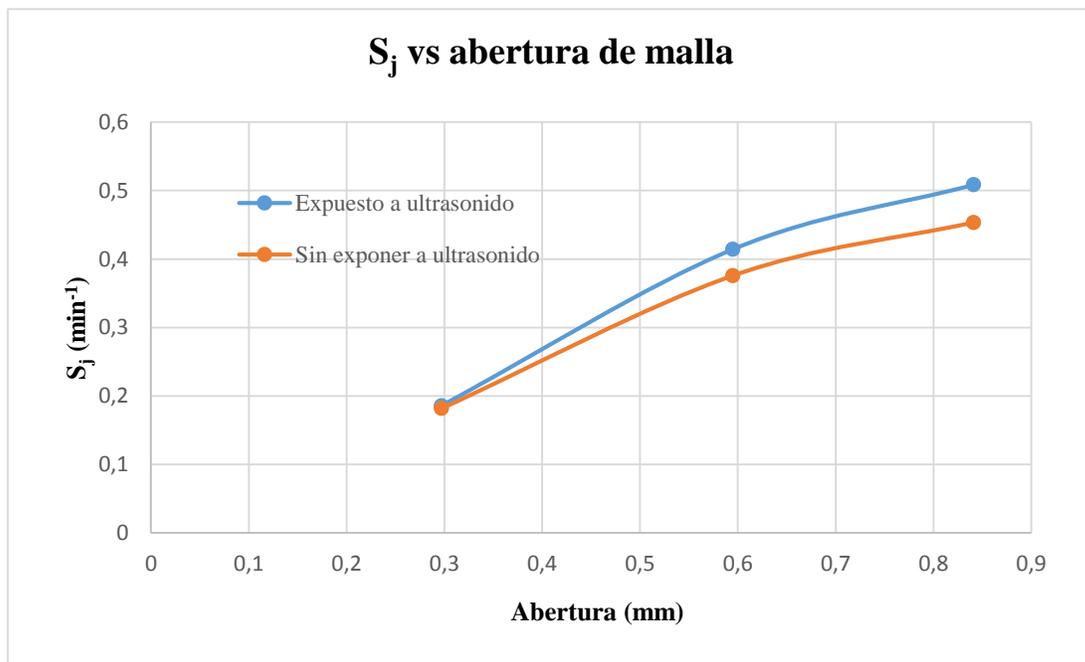


Fig. 23. Comportamiento de velocidad específica de fractura respecto a abertura de malla para muestras con exposición y sin exposición ultrasónica

Observando las figuras 17, 18 y 19 correspondientes al comportamiento de fractura de los monotamaños de la muestra considerada blanco, así como las figuras 20, 21 y 22 que presentan dicho comportamiento para los monotamaños de muestras pretratadas ultrasónicamente, se evidencia que el resultado de la cinética de fractura para todas las muestras analizadas puede

asumirse que mantiene una ley de primer orden, conclusión respaldada en el resultado obtenido para el coeficiente de determinación de todas las muestras evaluadas luego de realizar una regresión lineal entre los datos resultantes de cada ensayo, donde dicho coeficiente de determinación ( $R^2$ ) presentó valores iguales o superiores a 0,99 verificando así la linealidad de cada modelo.

De esta manera, considerando la linealidad en la cinética de fractura del material analizado, la velocidad específica de fractura se puede asociar a la pendiente de la curva  $\ln(W/W_0)$  vs. tiempo de molienda, tal como corresponde al comportamiento matemático vinculado a este fenómeno y presentado el ítem 3.2.1, siendo esto así, el signo negativo de la pendiente significa que a medida que el tiempo de molienda incrementa el monotamaño original decrece.

Observando los resultados para las velocidades específicas de fractura de cada monotamaño evaluado presentados en la tabla 9, se puede concluir que a medida que se reduce el tamaño de partícula en los procesos de molienda, disminuye también la velocidad específica de fractura del material, este fenómeno se debe a que cuando el material disminuye su tamaño se reducen igualmente sus grietas, denominadas fallas de Griffith, por lo que se presenta una tendencia similar a la de un material continuo donde es mucho más difícil generar una fractura de partícula.

De igual manera, a partir de los datos mostrados en la tabla 9 y con ayuda gráfica de la figura 23, se puede realizar una comparación entre las velocidades específicas de fractura para las muestras de coque metalúrgico con asistencia y sin asistencia de ultrasonido, donde se evidencia que para cada monotamaño evaluado existe un aumento de la velocidad con que se da la fractura de las partículas, siendo este aumento mayor para los monotamaños más grandes (relativo a malla 16/20 y malla 20/30), mientras que para el monotamaño más pequeño (relativo a malla 40/50) el porcentaje de mejora en la velocidad específica de fractura, aunque se presenta, no se da en gran proporción, lo que permite inferir que la molienda del último monotamaño mencionado muestra una disminución en la moliendabilidad ya que posiblemente el coque en este tamaño de partícula presenta condiciones parecidas a las descritas para un material denominado continuo.

### **5.8) *Determinación de la distribución de tamaño de la progenie***

La figura 24 presenta los resultados experimentales para el cálculo de los parámetros  $B_{ij}$  correspondientes a cada monotamaño analizado bajo las condiciones de exposición al ultrasonido

y tiempo de molienda 0,5 minutos, lo anterior determinado a partir de lo planteado por Austin y Concha [3] y explicado para el presente estudio en el ítem 4.12.

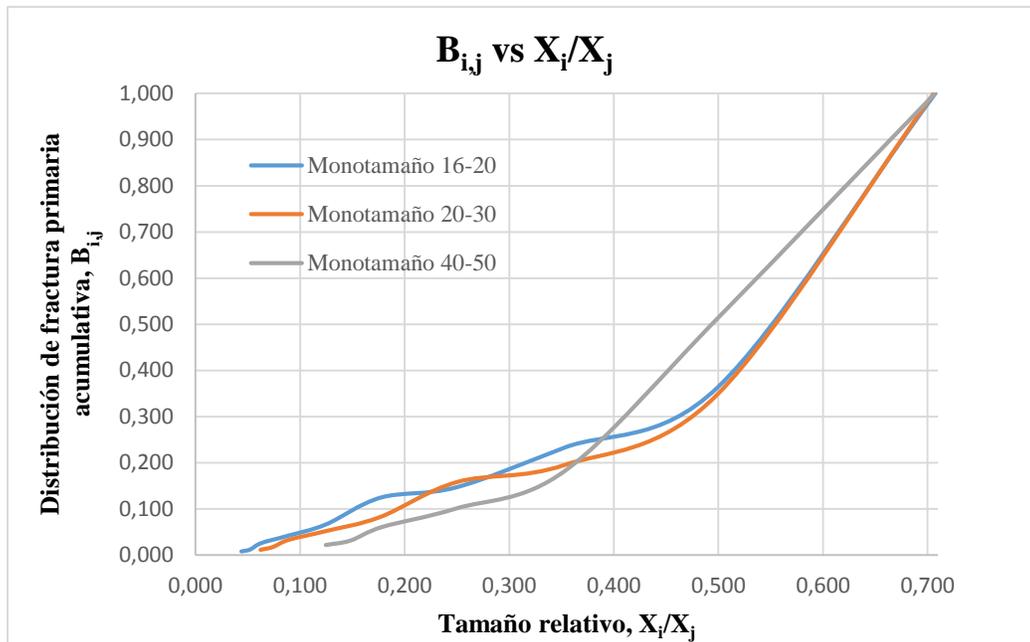


Fig. 24. Distribución de tamaño de la progenie para monotamaños relativos a malla 16/20, 20/30 y 40/50

Cuando se presenta una única curva, es decir cuando las curvas de distribución de tamaño de la progenie de cada monotamaño evaluado se superponen, se indica que el comportamiento de fractura del material se denomina normalizable, lo cual significa que cada tamaño de partícula analizado se fractura de manera similar. Para el presente caso de estudio la figura 24 se evidencia un comportamiento de fractura de tipo no normalizable, indicando que el coque metalúrgico fragmenta de forma diferente a partir de cada monotamaño, aunque según se observa en las curvas de distribución para los monotamaños relativos a las mallas 16/20 y 20/30, las dos presentan una tendencia a ser normalizables entre ellas, mientras que el monotamaño relativo a la malla 40/50 muestra una distribución donde la diferencia es apreciable respecto a los tamaños de partícula anteriores. Lo anterior se puede relacionar con la heterogeneidad del material, dado que por la naturaleza del coque se pueden presentar diferentes grietas, fisuras y ciertas distribuciones de poros ligados a su composición, en donde según el análisis elemental realizado y mostrado en la tabla 3 del ítem 5.1, existe la presencia de otros materiales como cuarzo u óxido de calcio que permiten

incrementar la dureza del material en ciertas zonas del mismo, con base en lo dicho anteriormente se puede presentar que para el monotamaño más pequeño de los evaluados (relativo a la malla 40/50) exista una menor presencia de dichos compuestos lo que diferencia la forma de fractura y conlleva a diferentes distribución de tamaño de la progenie.

## VI. CONCLUSIONES

Se realizó la caracterización y selección del coque metalúrgico en término de sus propiedades individuales y como masa de partículas, logrando identificar su composición elemental así como la cantidad de minerales presentes en el material, colaborando así en el análisis de facilidad de molienda que puede presentarse, así como también, en la facilidad de absorción de ondas electromagnéticas, característica fundamental y crítica que influye en gran parte la selección del material para la investigación, además de conocer la importancia que tiene el coque metalúrgico en la industria de producción de diferentes materiales derivados entre los que se destaca principalmente el acero. El coque metalúrgico se caracteriza por ser un material altamente voluminoso cuya densidad es  $1.42 \text{ g/cm}^3$  y compuesto principalmente por elementos como carbono (C) en un 82.55% y oxígeno (O) en 14,46%, además de minerales como óxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ) y óxido de calcio (CaO) que incrementan la resistencia a la fractura, así como su dureza.

El diseño de experimentos realizado para la determinación de las mejores condiciones de operación para el pretratamiento de exposición ultrasónica de coque metalúrgico arrojó, por medio de resultados estadísticos de análisis de varianza, que los factores evaluados, siendo estos el tiempo de exposición y la relación másica agua/coque de la pulpa de alimento al ultrasonido, no presentan significancia estadística, por lo que el conjunto de condiciones de trabajo se seleccionó mediante un análisis de costos y según recomendaciones de trabajos previos referenciados en la literatura.

Cabe resaltar que el equipo ultrasónico utilizado en la experimentación del trabajo investigativo no permitía modificar o variar parámetros que pueden tener influencia en el diseño de experimentos, tales como la frecuencia y la potencia del equipo ultrasónico, por lo que se recomienda evaluar más variables y factores, respecto a las estudiadas en la presente investigación, que puedan generar cambios significativos en las características del material mediante asistencia por ultrasonido.

Se evidenció que las condiciones de exposición ultrasónica seleccionadas para el pretratamiento del coque metalúrgico presentaron resultados satisfactorios basados las mejoras significativas en las velocidades específicas de fractura de diferentes tamaños, donde cada monotamaño expuesto a asistencia ultrasónica obtuvo porcentajes de mejora favorables en la cinética de fractura bajo el proceso de molienda en molino de bolas respecto a una muestra de material sin ningún tipo de pretratamiento. Adicionalmente, fue posible determinar una cinética de

fractura que cumple una ley de primer orden para el material analizado, resultado esperado según lo expuesto para la dinámica de procesos de molienda en las fuentes literarias consultadas.

La distribución de tamaño de la progenie resultante para cada monotamaño de coque metalúrgico analizado permite concluir que el material no presenta un comportamiento de fractura normalizable, dado que cada tamaño evaluado se fragmenta en tamaños más pequeños de manera diferente debido a la heterogeneidad del material.

El pretratamiento de asistencia por ultrasonido al coque metalúrgico fue efectivo, conclusión que es reflejada en la reducción de energía eléctrica consumida en el proceso de molienda del material en molino de bolas, observando un porcentaje de mejora de aproximadamente 160% respecto a un material sin pretratamiento.

Los resultados obtenidos en el proyecto de investigación permiten considerar al pretratamiento por ultrasonido previo a la molienda en molino de bolas de coque metalúrgico como una alternativa efectiva de mejoramiento del proceso que puede ser implementada a escalas mayores reduciendo costos operativos.

Se considera que es necesario realizar un estudio económico para determinar la viabilidad desde este punto de vista (implementación y uso), dado que dicho análisis no fue tomado en cuenta para el presente proyecto de investigación.

## VII. REFERENCIAS

- [1] S. D. Barma, "Ultrasonic-assisted coal beneficiation: A review", *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 50, pp. 15–35, enero de 2019. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.08.016>
- [2] J. Tang, J. Qiao, Z. Liu, X. Zhou, G. Yu y J. Zhao, "Mechanism characteristic analysis and soft measuring method review for ball mill load based on mechanical vibration and acoustic signals in the grinding process", *Minerals Engineering*, vol. 128, pp. 294–311, noviembre de 2018. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.09.006>
- [3] L. Austin & F. Concha, "Diseño y Simulación de Circuitos de Molienda y Clasificación". Concepción: Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología, 1994.
- [4] X. Bu, Y. Chen, G. Ma, Y. Sun, C. Ni y G. Xie, "Wet and dry grinding of coal in a laboratory-scale ball mill: Particle-size distributions", *Powder Technology*, vol. 359, pp. 305–313, enero de 2020. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.09.062>
- [5] A. Osorio, "Efecto del escenario reológico en la cámara de molienda sobre la cinética de fractura en un Molino de bolas" Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia, 2014.
- [6] E. Ortiz y R. Tirado, "Diseño y construcción de una trituradora de mandíbulas de excéntrica elevada." Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia, 2005.
- [7] F. Saldarriaga, "Consumo de energía en el proceso de conminución molienda de minerales" Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, Perú, 1986.
- [8] O. Chuk, V. Ciribeni, V. Nuñez y V. Mut, "Control predictivo de un circuito de molienda de minerales en húmedo. ", en Actas del XVI Congreso Argentino de Control Automático AADECA, 1998.
- [9] K. C. Santos, J. S. Guedes, M. L. Rojas, G. R. Carvalho y P. E. D. Augusto, "Enhancing carrot convective drying by combining ethanol and ultrasound as pre-treatments: Effect on product structure, quality, energy consumption, drying and rehydration kinetics", *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 70, p. 105304, enero de 2021. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105304>

[10] J. Berlan y T. J. Mason, "Sonochemistry: from research laboratories to industrial plants", *Ultrasonics*, vol. 30, n.º 4, pp. 203–212, enero de 1992. Disponible: [https://doi.org/10.1016/0041-624x\(92\)90078-z](https://doi.org/10.1016/0041-624x(92)90078-z)

[11] B. J. Slomka y W. H. Buttermore, "Sonically enhanced beneficiation of Illinois no. 6 coal", *Fuel Processing Technology*, vol. 29, n.º 1-2, pp. 133–142, noviembre de 1991. Disponible: [https://doi.org/10.1016/0378-3820\(91\)90023-6](https://doi.org/10.1016/0378-3820(91)90023-6)

[12] C. Harrison, C. Raleigh Jr, y V. Vujnovich, "The use of ultrasound for cleaning coal", in Proc. 19th Annual Int. Coal Prep. Ex. &Conf. Lexington (pp. 61-67), 2002.

[13] B. Ambedkar, T. N. Chintala, R. Nagarajan y S. Jayanti, "Feasibility of using ultrasound-assisted process for sulfur and ash removal from coal", *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, vol. 50, n.º 3, pp. 236–246, marzo de 2011. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.cep.2011.02.008>

[14] B. Ambedkar, R. Nagarajan y S. Jayanti, "Investigation of High-Frequency, High-Intensity Ultrasonics for Size Reduction and Washing of Coal in Aqueous Medium", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 50, n.º 23, pp. 13210–13219, diciembre de 2011. Disponible: <https://doi.org/10.1021/ie200222w>

[15] M. M. Royaei, E. Jorjani y S. C. Chelgani, "Combination of Microwave and Ultrasonic Irradiations as a Pretreatment Method to Produce Ultraclean Coal", *International Journal of Coal Preparation and Utilization*, vol. 32, n.º 3, pp. 143–155, mayo de 2012. Disponible: <https://doi.org/10.1080/19392699.2012.663024>

[16] J. M. Rincón, "Algunos aspectos de la pirólisis del carbón" en *Revista Colombiana de Química*, 12(2), 49-52, 1983.

[17] G. L. R. d. Silva, "Otimização da mistura de carvões na produção de coque metalúrgico", publishedVersion, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais. Rede Temática em

Engenharia de Materiais, Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação, Universidade Federal de Ouro Preto, 2011. Disponible: <http://www.repositorio.ufop.br/handle/123456789/2548>

[18] INGEOMINAS, “Influencia de propiedades en la coquización ingeominas” en Convenio COLCIENCIAS – ECOCARBON – INGEOMINAS CODIGO 2103-06-012-92, 1998. Disponible: <http://recordcenter.sgc.gov.co/B2/12005000021021/documento/pdf/0101210211101000.pdf>

[19] G. García C., A. Cadena S., Y. Agámez P. y J. d. J. Díaz V., "Comportamiento térmico de carbones de Santander y Cundinamarca y sus mezclas en la producción de coque metalúrgico", *INVENTUM*, vol. 10, n.º 18, pp. 49–53, febrero de 2015. Disponible: <https://doi.org/10.26620/uniminuto.inventum.10.18.2015.49-53>

[20] Y. R. Hernández y M. Triviño, "El coque metalúrgico aplicado a protección catódica", *Revista del Instituto de Investigación de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica*, 10(20), 60-67, 2007. Disponible: <https://revistasinvestigacion.unmsm.edu.pe/index.php/iigeo/article/view/495>

[21] B. Álvarez, J. M. Menéndez, B. R. Dzioba y A. L. Coello-Velázquez, “Evaluación de materias primas en una planta de beneficio de arena de sílice para aumentar la eficiencia energética del proceso de molienda”, *Dyna*, 80(177), 95-100, 2013. Disponible: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=49625661012>

[22] F. C. Bond, “Crushing and grinding calculations,” Allis Chalmers Manufacturing Co., Milwaukee, Wisconsin, 1961. Disponible: <https://www.911metallurgist.com/blog/wp-content/uploads/2015/11/Bond-F-C-1961-Crushing-and-Grinding-Calculations.pdf>

[23] F. C. Bond, “The Third Theory of Comminution,” *Transactions on AIME Mining Engineering*, Vol. 193, 1952.

[24] J. M. Menéndez-Aguado, B. R. Dzioba y A. L. Coello-Valazquez, "Determination of work index in a common laboratory mill", *Mining, Metallurgy & Exploration*, vol. 22, n.º 3, pp. 173–176, agosto de 2005. Disponible: <https://doi.org/10.1007/bf03403133>

[25] A. Macías-García, E. M. Cuerda-Correa y M. A. Díaz-Díez, "Application of the Rosin–Rammler and Gates–Gaudin–Schuhmann models to the particle size distribution analysis of

agglomerated cork", *Materials Characterization*, vol. 52, n.º 2, pp. 159–164, mayo de 2004. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2004.04.007>

[26] N. d. I. C. Tobón Arroyave, A. F. Cerón Cárdenas y L. F. Garcés Giraldo, "Análisis y modelamiento de la granulometría en la cáscara del café (*Coffea arabica* L.) variedad Castillo", *Producción + Limpia*, vol. 10, n.º 2, pp. 80–91, 2015. Accedido el 20 de septiembre de 2021. [En línea]. Disponible: <https://doi.org/10.22507/pml.v10n2a7>

[27] M. A. Díez, "Del carbón vegetal al coque en la industria del hierro y del acero", Instituto Nacional del Carbón, INCAR-CSIC, 2013. Disponible: <https://digital.csic.es/bitstream/10261/72773/1/2013-FUNDI%20PRESS-Diez-Est%C3%A9banez.pdf>

[28] "Análisis elemental CHNSO: preparación de muestras". Accedido el 20 de septiembre de 2021. [En línea]. Disponible: [https://www.mt.com/mx/es/home/applications/Laboratory\\_weighing/chnso\\_elemental\\_analysis.html](https://www.mt.com/mx/es/home/applications/Laboratory_weighing/chnso_elemental_analysis.html)

[29] "Práctica 3: Operaciones de separación y clasificación", Laboratorio IV de Operaciones Unitarias, Departamento de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad de Antioquía, 2019.

[30] E. Sahinoglu y T. Uslu, "Effects of various parameters on ultrasonic comminution of coal in water media", *Fuel Processing Technology*, vol. 137, pp. 48–54, septiembre de 2015. Disponible: <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.03.028>

[31] W. Mandarujano, "Aplicación del índice de molturabilidad de Bond en la industria del cemento del Perú", en ARPL Tecnología Ind. S.A.

[32] "Elma Ultrasonic Cleaner LC30H". Accedido el 20 de septiembre de 2021. [En línea]. Disponible: <http://www.metalliferous.com/Elma-Ultrasonic-Cleaner-LC30H/productinfo/LC30H/>

ANEXO 1. ESQUEMA BÁSICO DEL PRETRATAMIENTO DE COQUE METALÚRGICO POR ASISTENCIA CON ULTRASONIDO

