

C. 113
I. 286

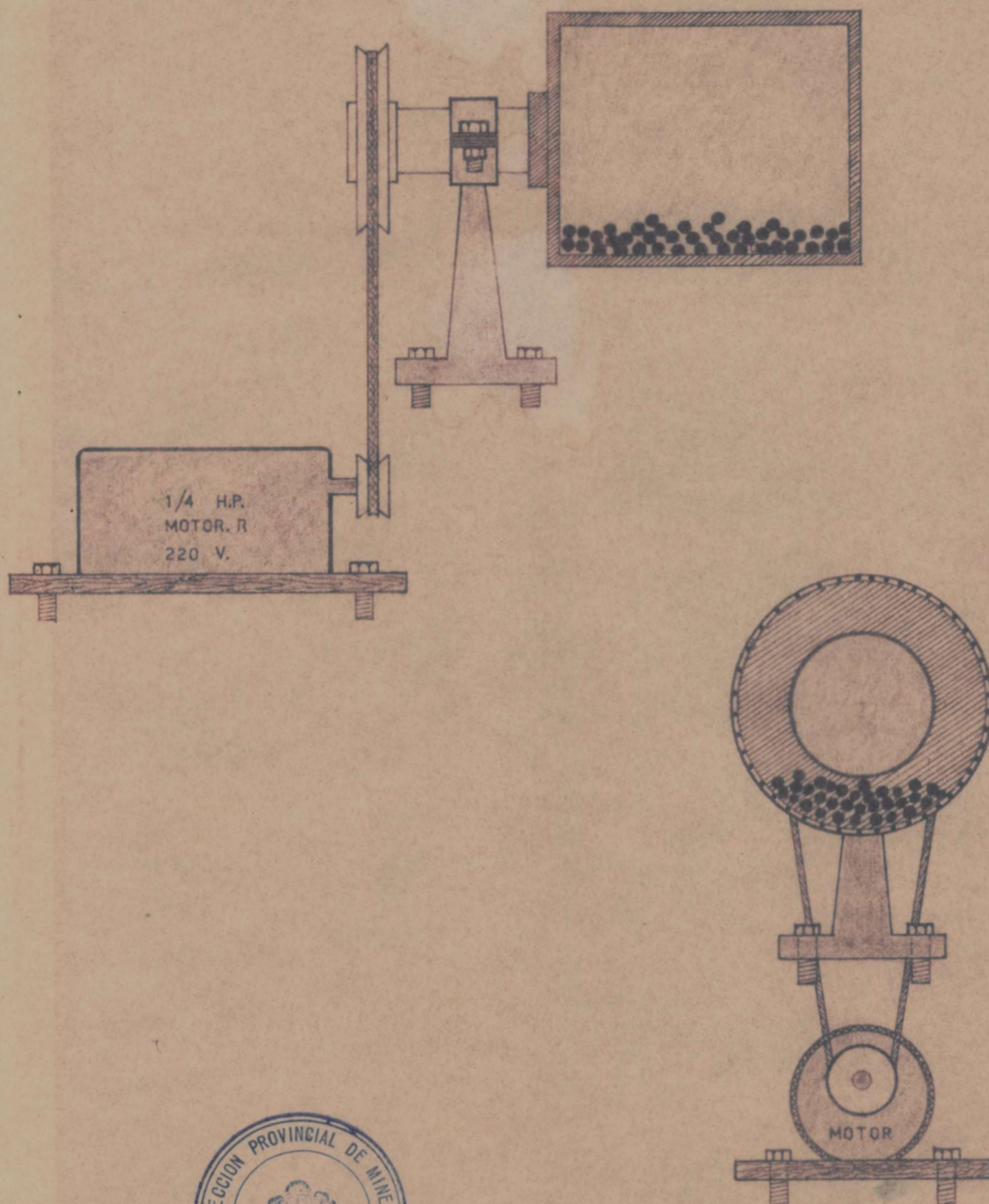
**PROCESO DE ENDURECIMIENTO DE PELLETS DE MINERALES
DE HIERRO DE LA CUENCA FERRÍFERA DEL NOROESTE
ARGENTINO: "SANTA BÁRBARA Y UNCHIMÉ"**

**ESTUDIOS EFECTUADOS EN EL INSTITUTO DE GEOLOGÍA Y
MINERÍA DEPENDIENTE DE LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE
TUCUMÁN**

**LABORATORIO QUÍMICO
Por: ESTEBAN ARIAS CÁU
SAN SALVADOR DE JUJUY
22 DE MAYO DE 1967**

Handwritten signature

TAMBOR PARA PELLETS





PROCESO DE ENDURECIMIENTO DE PELLETS DE LOS MINERALES
DE HIERRO DE LA CUENCA FERRIFERA DEL NOROESTE ARGENTINO/
NO: " SANTA BARBARA Y UNCHIME".-

LA MENA DE HIERRO:

-Los minerales de hierro de la cuenca ferrífera de Zapla, sean que provengan de las minas "9 DE OCTUBRE" y "PUERTO VIEJO", ó, del muestreo de los afloramientos en estudio de Santa / Bárbara y Unchime, presentan todos algunos caracteres comunes como ser:

- 1º): Son constituidos por manto de origen sedimentario de la misma edad geológica, (silúrico), y ubicados siempre sobre las "tilitas", ó horizontes glacial de Zapla.-
- 2º): Se presentan como una lutita ferrífera más ó menos arenosa, cementada por soluciones sílico-ferríferas hidratadas.-
- 3º): Han sufrido un distinto grado de metamorfismo, por el cual los silicatos de hierro se han transformado parcialmente en hematita, con disminución del contenido de sílice.-

-Por lo tanto la diversificación entre las menas de esta misma cuenca se debe a variaciones de los valores de los caracteres comunes antedichos, como ser:

- 1º): Tamaño de los granos de arenisca, ó, lutita originaria.-
- 2º): Cantidad y naturaleza del cemento, más silicático ó más ferrífero.-
- 3º): Proporción cuantitativa de los constituyentes del depósito, como ser cuarzo, micas, cloritas y leptocloritas, (chamosita), hematita.
- 4º): Pudiendo variar, además del tamaño y cantidad de los granos de hierro, la forma y estructura de los mismos como ser: ovoides ó cilíndricos, ó prismáticos ;oolíticos, con o sin alternancia de silicatos y óxidos, y otras variaciones más.-

-Para una descripción detallada de estos minerales, se pueden consultar los trabajos inéditos del Dr: - Raúl Comnales, realizados en el Instituto de Geología y Minería de JUJUY.-



.... /

PROGRAMA DE ESTUDIO:

-De la composición descrita del mineral en estudio resulta evidente que no es posible concentrar los granos ricos de hematita sin liberarlos del cemento por medio de una molienda previa menor de 0.2 a 0.1 mm, ó más fina todavía en función de la granulometría de la arenisca tratada, según el grado de concentración deseado.-

-Sin embargo, el mineral puede igualmente permitir una etapa de preconcentración sobre granulometrías mucho mayores, del orden de 40 mm por debajo cuando las menas presentan estratointercalaciones, lentes, nudos de mineral más pobre ó estéril, existentes ya en el depósito originario, ó, producidos en el proceso metamórfico posterior. Por lo tanto las investigaciones efectuadas sobre c/u de las dos muestras representativas de Santa Bárbara y Unchimé, han sido realizadas según el siguiente esquema:

1º): Ensayos de preconcentración de las clases granulométricas
38-4.7 mm 4.7-1.2 mm 1.2-0.15 mm

2º): Separación magnética de baja intensidad, previa transformación parcial de la hematita en magnetita por medio de una operación de tostación en ambiente reductor.-

3º): Ensayos de defosforización por medio de lixiviación con soluciones débiles de ácido clorhídrico.-

4º): Ensayos de peletización de los concentrados.-

PREPARACION DE LAS MUESTRAS DE SANTA BARBARA Y UNCHIME:MUESTRA SANTA BARBARA:

-Se compuso de 124 bolsas de mineral, resultado del muestreo realizado por el Instituto Nacional de Geología y Minería, en los afloramientos de la zona de Santa Bárbara.- El conjunto de las bolsas arrojó un peso total de 722 Kgs, igual a un promedio de 6 Kgs por cada bolsa.- La potencia de la formación ferrífera ó manto, muestreada en las 124 trincheras, varía entre un valor mínimo de 0.40 m y un máximo de 8.60 m, siendo la potencia media de 2.60 m.-

-El análisis químico en este común arrojó una ley de Fe = 32.3% .-

MUESTRA UNCHIME:

DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



....//

-Ha sido constituida mezclando oportunamente el contenido de 272 bolsas, resultado como antes del muestreo efectuado por el "INGEMI" en los afloramientos de la zona Unchimé.-

-El peso total fué de 960 Kgs, igual a un peso medio de cada muestra de 3.4 Kgs.- La potencia de la formación ferrífera muestreada en las 272 trincheras, varía entre los valores mínimos de 0.61 m y máximo de 18.37 m, siendo la potencia media 3.76 m.-

-El análisis químico de este común arrojó una ley de Fe = 34.0% .-

-Los ensayos de concentración, separación magnética y lixiviación, obran en poder y fueron realizados por el Ingeniero Andrés Giordana en el Instituto de Geología y Minería de JUJUY.-

-Como me referiré solamente al proceso y resultados obtenidos en los ensayos metalúrgicos de peletización de los concentrados, cito a continuación únicamente los cuadros comparativos de los resultados de preconcentración.-

SANTA BARBARA

<u>Clase en savada</u>	<u>Cabezas</u>		<u>Concentrados</u>	
	<u>Ley Fe%</u>	<u>Pesos</u>	<u>Ley Fe%</u>	<u>Recup. Fe%</u>
+ 4	32.4	57.5	36.8	65.4
+ 14	28.4	57.5	36.2	70.5
-100	30.4	55.2	37.3	67.6

CABEZA O COMUN Fe = 32.3%

UNCHIME

<u>Case en savada</u>	<u>Cabezas</u>		<u>Concentrados</u>	
	<u>Ley Fe%</u>	<u>Pesos</u>	<u>Ley Fe%</u>	<u>Recup. Fe%</u>
+ 4	35.5	76.4	38.2	85.2
+ 14	30.7	44.6	43.6	61.7
-100	32.4	39.2	48.3	56.7

CABEZA O COMUN Fe = 34.0%



...///

-En cuánto al proceso metalúrgico realizado, consta de 12 operaciones. Aquí resumiré las que a mi criterio son las de mayor interés por los resultados en ellas obtenidos.- Se trataron pellets de mineral de hierro de Santa Bárbara y Unchimed, elaborados en los Laboratorios de Física, del Instituto de Geología y Minería de JUJUY.-

-El Horno utilizado para estas experimentaciones (Fig 1.-), fué diseñado y construido por el suscrito, y consta de:

1 boca de carga con tapa metálica.-

1 chimenea tiraje con mariposa de apertura y cierre.-

1 cámara de combustión de un volumen de 0.0253 m^3 , construida con ladrillos refractarios de dolomita.-

1 pirómetro con registrador de temperaturas.-

2 conductos para tomas de muestras de gases con tapas roscadas.-

1 boca de descarga con inclinación de 15° .-

1 quemador de caños galvanizados de $1/2"$ con reducción a $1/4"$.-

2 llaves reguladoras de presión de O_2 y C_3H_8 .-

-El Horno es del tipo basculante, forrado con chapacerada del 20, y se alimenta con gas $\text{C}_3\text{H}_8 + \text{O}_2$.-

PELLETS DE MINERAL SANTA BARBARA.-

OPERACION Nº 7.-

-El material ensayado constaba de dos tipos de pellets:

1): Pellets de mineral de hierro sin aglomerante.-

2): " " " " " con bentonita.-

-Luego de un secado previo en estufa a 120°C durante 30 minutos, fueron introducidos al horno, que se encendió con el insuflado del O_2 necesario para la combustión incompleta, para evitar de esta manera el ascenso brusco de la temperatura y las diferencias de las mismas entre la periferia y el núcleo de los pellets.- Todo esto se realizó con el tiraje abierto.-

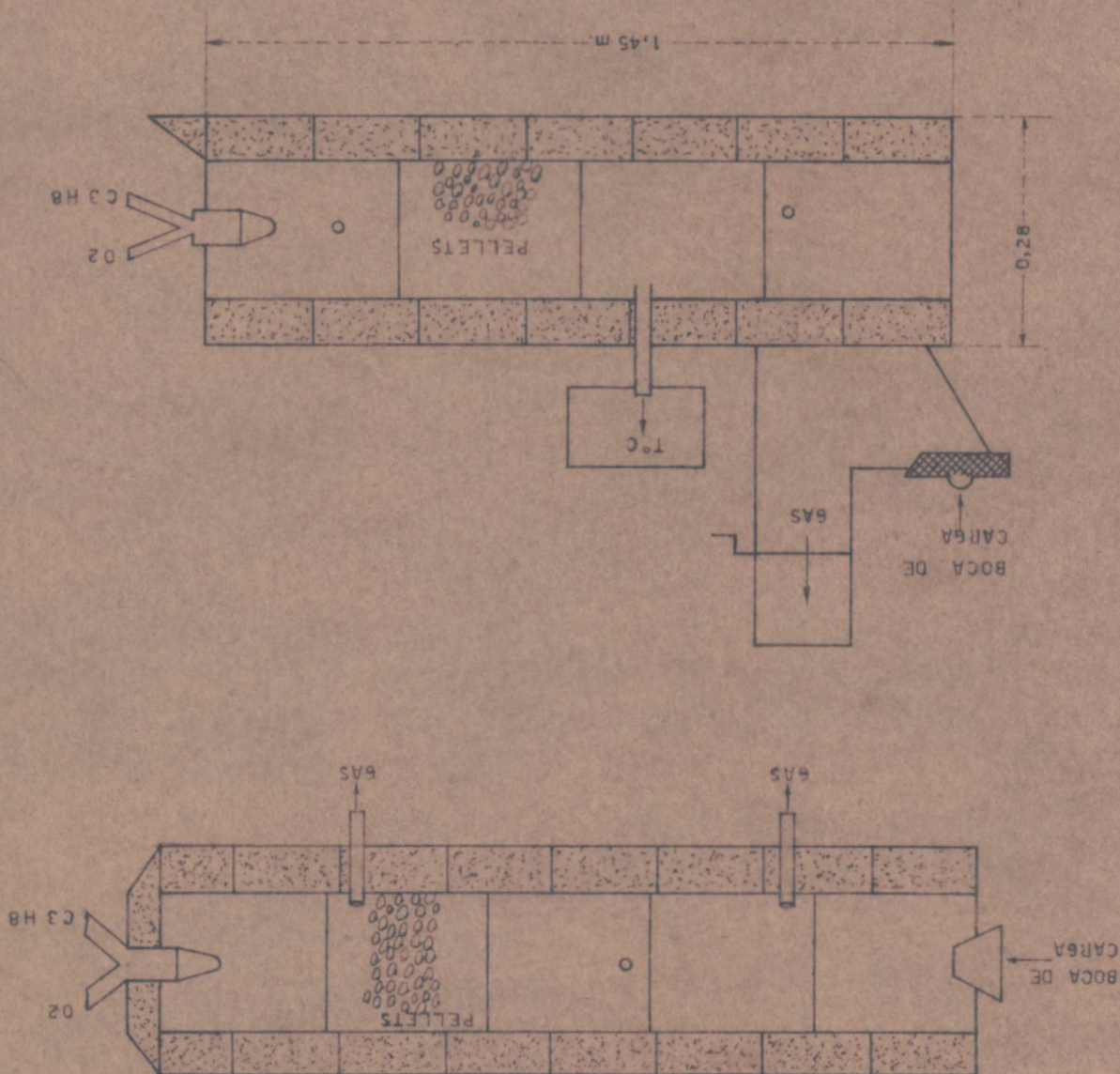
-Se continuó elevando la temperatura siempre con el mínimo de O_2 necesario para la combustión. Cuando la temperatura llegó a los 420°C , se hizo una toma de muestra del gas de salida del Horno, que al ser analizado dió los siguientes resultados:

CO_2	14.0%
O_2	0.5%
CO	0.5%

HORNO FORRADO CON CHAPA
ACERADA DE 20
VOLUMEN CAMARA: 0,0253 m³



PELLETS CRUDO
LADRILLO REFRACTARIO
02 AIRE
C3 H8 GAS PROPANO



DE PELLETS

HORNO DE REDUCCION Y ENDURECIMIENTO





....

H₂. 4.0%

CH₄. 9.0%

-Cuando la temperatura del horno había alcanzado los 540°C se cerró la entrada de aire, (tapa de entrada del horno), y el tiraje de la chimenea, para de este modo comenzar la elevación de la temperatura. Posteriormente se comenzó a inyectar vapor de H₂O. A la temperatura de 1.000°C se tomó otra muestra de gas cuyo análisis fue el siguiente:

CO₂. 14.0%

O₂. 0.0%

CO. 5.0%

H₂. 0.0%

CH₄. 2.5%

-La temperatura continuó ascendiendo hasta los 1.070°C. Cuando se habían alcanzado los 1.120°C, se mantuvo constante durante 30 minutos, siempre en las condiciones mencionadas.

En este punto se cortó el O₂ insuflado, y se comenzó a hacer pasar solamente C₃H₈ para evitar la oxidación de los pellets, comenzando de esta manera el período de enfriamiento lento dentro del horno.-

Los ensayos físicos posteriores arrojaron los siguientes datos:

Resistencia a la Compresión:

Pellets con bentonita. . . . 67 Kg/cm²

" sin bentonita. . . . 37 "

-En idénticas condiciones a la anterior, se hizo un ensayo probando el porcentaje de bentonita como aglomerante y la relación con el índice de resistencia a la compresión arrojando los siguientes datos:

Pellets de magnetita de 71.1% de Fe.

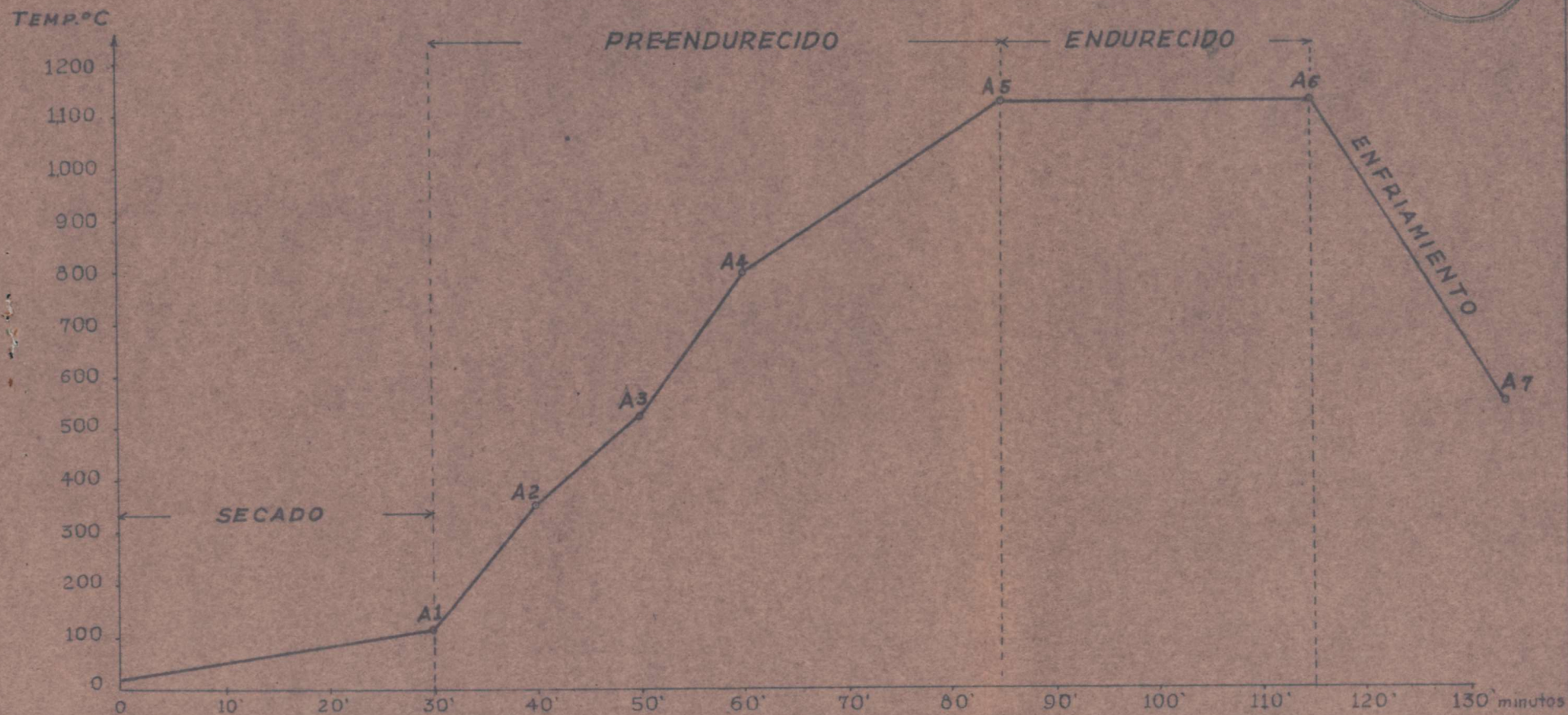
Ø 9 mm y 0.6% de bentonita. 137 Kg./cm²

Ø 11 " y 1.0% " 221 "

Ø 12 " y 6.0% " 215 "

OPERACION N°7 - MINERAL $Fe_2 O_3$
MATERIAL: PELLETS CORNEJO C/Y S/BENTONITA

FOLIO
N° 9.-



DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



.../

-A simple vista se observa el porcentaje óptimo de bentonita necesaria para aumentar la resistencia a la compresión.-

-Además se comprobó que había un proceso de metalización en el estudio al microscopio y analizado químicamente.-

-De estos ensayos orientativos resulta que es posible alcanzar con el quemado de los pellets, los siguientes valores de resistencia a la rotura por compresión de los mismos.-

Sin ningún aditivo como aglomerante.	92 Kg/cm ²
Con 0.5% de cal.	182 Kg/cm ²
Con 0.5% de bentonita.	252 Kg/cm ²
Con 1.0% de bentonita.	301 Kg/cm ²

-Efectuando el quemado en llama reductora ó neutra.-

-Una resistencia de 150 Kg/cm² es considerada suficiente para pellets destinados a Altos Hornos metalúrgicos a coke.-

-La reductibilidad del óxido de hierro a hierro metálico se produce por la reacción reductora del CO y el H₂, a las temperaturas comprendidas entre los 1.020°C-1.060°C.-

Ejemplos:

Análisis de gases a 1.020°C.-

CO ₂	13.0%
O ₂	0.5%
CO.	0.0%
H ₂	2.0%

a 1.040°C.-

CO ₂	11.0%
O ₂	0.0%
CO.	0.5%
H ₂	5.0%

a 1.060°C.-

CO ₂	11.0%
O ₂	0.0%
CO.	0.0%
H ₂	14.0%

DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



.....V

-Luego de un previo secado durante 30 minutos en una estufa a 120°C , los pellets fueron introducidos al Horno y se comenzó a elevar la temperatura del mismo como lo indica el gráfico de tiempos y temperaturas. Al comienzo la llama era pobre, con el aire necesario para la combustión incompleta, con abundancia de CO monóxido de carbono.- Luego, para que el ascenso de la temperatura sea más rápido, se incrementó la cantidad y presión del aire insuflado y en exceso.- A los 48 minutos de operación se comenzó a inyectar vapor de agua con el objeto de nivelar la temperatura que en ese momento era de 1.000°C , y había bajado a 960°C . En ese preciso momento se tomó una muestra de gas en balón para ser analizada. El tiraje estaba cerrado para evitar que los gases arrastraran cantidades de calor, (Q), considerables y que son aprovechables. La operación continuó en estas condiciones por espacio de 30 minutos a una temperatura de 1.200°C .-

-Cuando el proceso hubo llegado al punto deseado teóricamente, se cortó el aire y se hizo pasar solamente C_3H_8 , mientras descendía la temperatura del Horno. Se tomó una muestra de gas.-

-Cuando en el enfriamiento la temperatura había llegado a los 500°C , la puerta del Horno fué abierta para acelerar el enfriamiento en corriente de O_2 .- El material obtenido fué sometido seguidamente a los ensayos físicos, arrojando los siguientes resultados:

Pellets sin aglomerante 47 Kg/cm^2
" con 0.5% de bentonita 57 "

-Los resultados así obtenidos despues del proceso, teniendo en cuenta que se partió de magnetita, (Fe_3O_4), son negativos debido a su escasa resistencia a la compresión, y apreciable oxidación comprobada por los análisis químicos. Posiblemente esto se deba al exceso en la inyección de vapor de agua durante los 30 minutos que duró la operación de endurecido a 1.200°C .-

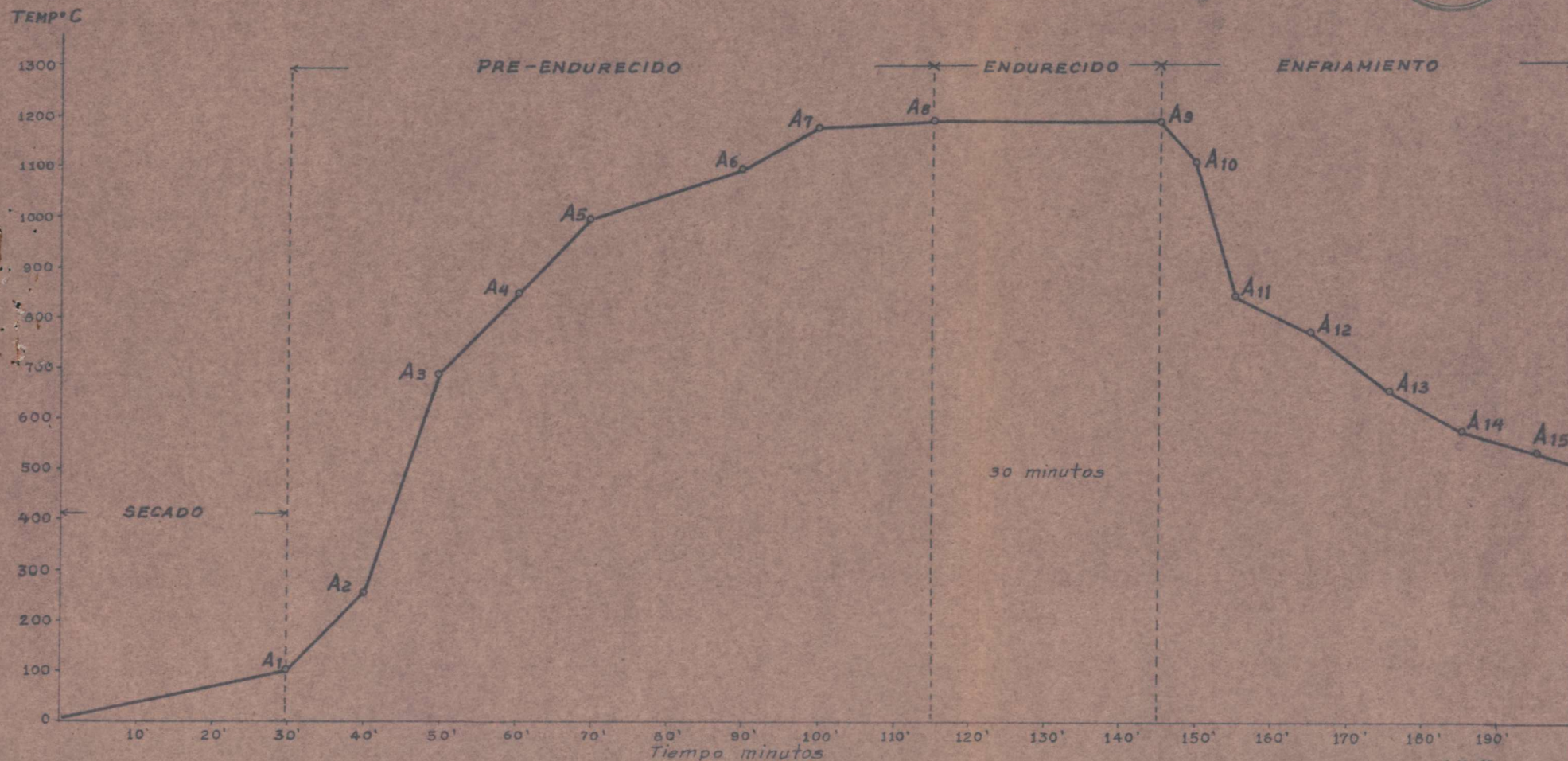
-Hago la aclaración asimismo, que los pellets fueron aglomerados manualmente y no en tambor como se hacía anteriormente, lo que puede ser una causa de falla en la aglomeración y compactación.-

-En los dos casos, (operaciones Nº 7 y 8)

OPERACIÓN N° 8 - CURVA DE TEMPERATURAS - TIEMPOS - Fe_3O_4
MATERIAL: PELLETS MINERAL DE UNCHIME - 15-5-67

FOLIO

Nº 12.-





.....VI

se puede apreciar que los pellets aglomerados con bentonita, dan mejores resultados en cuánto a mayor resistencia a las cargas - se refiere.-

OPERACION Nº 10.-PELLETS DE MINERAL DE UNCHIME.-

-Esta operación resultó ser la más óptima y conveniente - de todas las experiencias realizadas por cuánto arrojó los datos más importantes del proceso.-

-La características de los pellets utilizados fue la siguiente:

- 1): Sin bentonita como aglomerante.-
- 2): Con 0.5% de bentonita.-
- 3): Con 1.0% de bentonita.-

-El secado de los pellets se efectuó IDEM a las anteriores operaciones.- Se elevó la temperatura bruscamente, siempre con llama ligeramente reductora. A los 30 minutos de haber comenzado el proceso y cuando la temperatura había alcanzado los 900°C, se tomó y analizó una muestra de gas que - dió los siguientes resultados:

CO ₂		10.0%
O ₂		0.0%
CO		7.0%
H ₂		3.0%
CH ₄		5.0%

-Se continuó elevando la temperatura hasta llegar al punto crítico establecido teóricamente, y, se permaneció en él por espacio de 15 minutos. Luego se procedió al enfriamiento sumamente lento con pasaje de C₃H₈ + O₂, con combustión incompleta. Los pellets obtenidos fueron sometidos a ensayos físicos con los siguientes resultados:

RESISTENCIA A LA COMPRESION.-

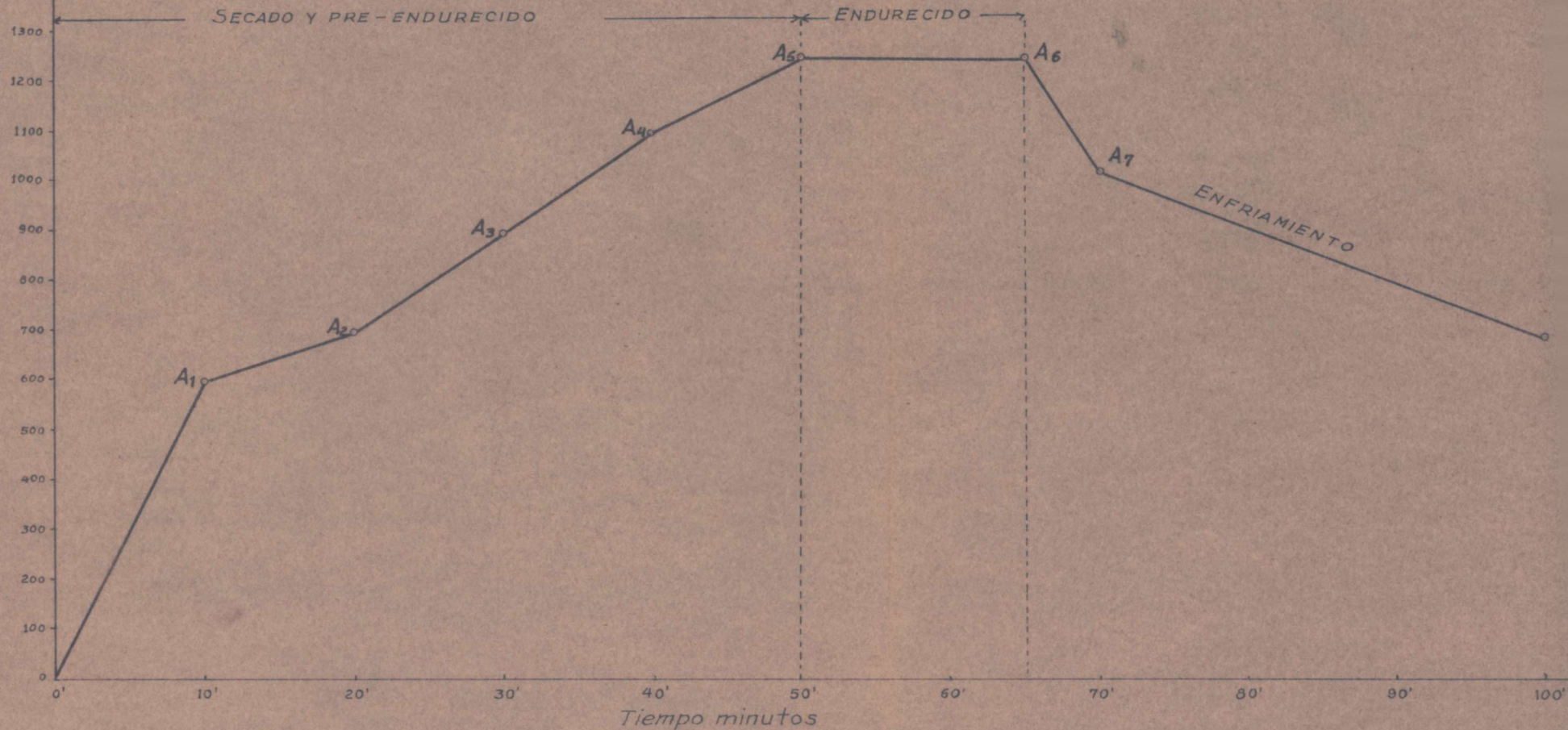
- 1): Pellets sin bentonita 92 Kg/cm²
- 2): " con 0.5% de bentonita 252 "
- 3): " con 1.0% " " 301 "

-Además podemos decir, que durante el período de permanencia a la t°C crítica de endurecimiento de los pellets, se hizo una determinación simultánea de la composición-

OPERACIÓN N° 10 - PROCESO DE ENDURECIMIENTO
MATERIAL: PELLETS MINERAL UNCHIMÉ
22-5-67

FOLIO
N° 14.-

TEMP° C



DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



.....VII

del gas, tanto a la entrada como salida, para comprobar las reacciones que se producían con el mineral como catalizador, y se obtuvieron los siguientes resultados:

GAS DE ENTRADA.

CO ₂		6.0%
O ₂		0.0%
CO		7.0%
H ₂		4.0%
CH ₄		1.0%

GAS DE SALIDA.

CO ₂		9.0%
O ₂		1.0%
CO		2.0%
H ₂		2.0%
CH ₄		0.0%

-Con estos datos podemos comprobar el consumo de CO y H₂ para reducir el Fe₂O₃ a FeO y posteriormente a Fe metálico en los pellets.-

Por ejemplo:

-En una primera determinación de reductibilidad por medio del H₂ puro durante 30 minutos a 990°C, se comprobó la siguiente diferencia de reductibilidad:

Pellets no quemados :

$$\text{RED} = \frac{\% \text{ Fe metálico}}{\% \text{ Fe total}} \times 100 = 57.5\%$$

Pellets quemados con 252 Kg/cm² :

$$\text{RED} = \frac{\% \text{ Fe metálico}}{\% \text{ Fe total}} \times 100 = 9.8\%$$

-Se trata de poner a punto condiciones de quemado, temperatura y tiempo, que permitan alcanzar el valor de 150 Kg/cm² mínimo de resistencia a la compresión, sin una disminución excesiva del coeficiente de reductibilidad.-

SAN SALVADOR DE JUJUY, 6 de junio de 1973.-



Esteban Arias Cáu
Esteban Arias Cáu
Laboratorio Químico

PROCESO DE REDUCCIÓN
GAS H_2 PURO CALENTAMIENTO CON C_3H_8
8-6-67

FOLIO
No 15.-

TEMP. C

