



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**



**T E S I S**

**ENABOLITE PROFESIONALES  
FACULTAD DE QUIMICA**

**REGENERACION DE SOSA EN UN PROCESO DE  
EXTRACCION DE ALUMINA**

**MATIAS MORENO MENDOZA**

**INGENIERO QUIMICO**

**1984**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# I N D I C E

	PAG.
I.- INTRODUCCION.	4
II.- ANTECEDENTES	11
III.- DIAGRAMA DE FLUJO DE LA PLANTA PILOTO	16
IV.- EXPERIMENTAL	19
MOLIENDA	21
CALCINACION	25
CAUSTIFICACION	29
FILTRACION	38
SECADO	39
EVAPORACION DE LA SOLUCION GENERADA.	40
V.- DISCUSION DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES.	41
CONCLUSIONES	52
VI.- APENDICE	55
BIBLIOGRAFIA	70

I N T R O D U C C I O N  
-----

El aluminio es uno de los metales de mayor uso en el mundo, - por las múltiples características ventajosas que posee (dureza elevada, baja densidad volumétrica, alta conductividad --- eléctrica, etc.) En la actualidad, el aluminio ocupa un lugar preponderante de consumo en el mundo entre los diferentes metales, siendo sus principales usos: en la construcción, el transporte y la Industria eléctrica. El mayor auge de este metal lo ha tenido a partir de 1945 que ha presentado crecimientos del orden de 7% anual. En México este fenómeno ha seguido la misma tendencia, aunque su despegue lo iniciara hasta los años 50's; la demanda interna por aluminio en México, se ha - expandido de 70,000 toneladas en 1970 a 270,000 en 1980<sup>1/</sup>. Es ta expansión corresponde a tasas anuales medias de 8.5%. Si - en base a esta evolución histórica se proyecta la demanda por aluminio en México, se obtiene el siguiente rango de necesidades: Para 1985, la demanda puede variar entre 240 y 300 mil - toneladas y para el año 1990, la demanda podría encontrarse - en el intervalo de 370 a 500 mil toneladas al año. De las cifras anteriores corresponde la menor, a un crecimiento del -- producto interno bruto a una tasa de 6.5% y; la cifra supe---

1.-Situación de la Industria del Aluminio en México. NAFINSA.1981

rior a una tasa del 8% esto es, considerando un comportamiento diferencial de los sectores demandantes. En contraste con las cifras de demanda, desde fines de la década de los 60's, se encuentra una capacidad instalada de producción en aluminio primario de unas 45,000 toneladas al año, de las que se produjeron 42,600 en 1980<sup>1/</sup>.

A esto puede agregársele las 17,000 toneladas de aluminio reciclado o secundario, lo que nos da un total de abastecimiento de 62,000 toneladas; de esta forma se tiene un déficit en el país de 108 mil toneladas. Estas necesidades de aluminio importado se han satisfecho en 70 mil toneladas en forma de lingote y chatarra y el resto, en forma de productos transformados.

El panorama anterior, muestra que la producción nacional es alrededor de la cuarta parte de la demanda de nuestro País.

El aluminio se obtiene electrolíticamente a partir del compuesto denominado alúmina, éste es el óxido de aluminio - - ( $Al_2O_3$ ). La electrólisis se efectúa en celdas de grafito, -- usando electrodos también de grafito. El fenómeno que se produce durante la electrólisis es el depósito de aluminio en el cátodo (tina de electrólisis) y el oxígeno proveniente de la descomposición de la alúmina, reacciona con el carbono (grafito) del ánodo para desprenderse como monóxido de carbo

no gaseoso. La electrólisis se verifica a temperaturas entre 950 y 1000°C, y una diferencia de potencial de unos 5 volts.

La alúmina es el único compuesto a partir del cual se obtiene el aluminio. En la naturaleza, el aluminio se encuentra formando parte de diferentes minerales como: gibbsita, bohemita, diasporo, caolinita, etc., La forma de obtener la alúmina a partir del mineral, varía de acuerdo a la composición mineralógica que posea y a su concentración en la mezcla. El tipo de mineral mas codiciado en la actualidad es la gibbsita, por su fácil extracción y lo es mas cuando los contenidos de sílice y hierro en la mezcla son bajos (menor de 8% de  $SiO_2$ )

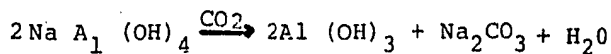
En el mundo los principales países que poseen yacimientos minerales con alto contenido de alúmina son los siguientes: Jamaica, Guinea, Australia, URSS, Yugoslavia, etc., este mineral se le ha denominado bauxita, término que puede ser aplicado a los diversos minerales con contenidos de aluminio como alúmina mayores del 40%, aunque no se encuentre como gibbsita, pero contenidos de sílice bajos (menores de 8%).

En México, todo el aluminio que se consume se produce a partir de alúmina importada o se importa el aluminio directo

tamente, como se mencionó con anterioridad, lo que significa salidas de divisas por este concepto del orden de 500 millones de dólares anuales.,<sup>2/</sup> Considerando el crecimiento del mercado del aluminio en nuestro país, es de gran importancia poder encontrar alguna alternativa para la sustitución de -- las importaciones de alúmina y aluminio. Solamente se cuenta en nuestro país con minerales cuyo contenidos de aluminio es muy bajo y además poseen elevados contenidos de sílice, condición que no les permite ser económicamente extraídos por -- ninguno de los métodos comerciales que en la actualidad operan.

La Comisión Federal de Electricidad ha venido realizando un estudio al respecto, a partir de minerales del Estado de Chiapas; dicho estudio ha abarcado desde la localización de yacimientos aluminíferos de interés, hasta la adaptación del procesamiento más apropiado para los minerales localizados. Después de un exhaustivo trabajo de exploración por el Estado de Chiapas, se ha encontrado un yacimiento importante en el Municipio de Estación Juárez, Chiapas, del cual se ha estudiado aproximadamente el 10% de su área potencial. Al --- igual que las demás fuentes de obtención de alúmina en nuestro País, este yacimiento puede caracterizarse por contener -

un mineral aluminífero de bajo grado; sin embargo, su situación geográfica estratégica lo hace tomar gran importancia - al existir las vías de comunicación necesarias para la distribución de su producción y otras necesidades (carreteras, ferrocarril y cercanía al mar) y el proceso encontrado como mas adecuado para la extracción de alúmina, utiliza como materia prima importante el hidróxido de sodio (sosa cáustica) - de producción regional. La sosa toma parte en la extracción de la alúmina del mineral formando parte de componentes intermedios como el aluminato de sodio en la solución y el silico-aluminato de sodio precipitado y desechado conjuntamente con los lodos rojos. La solución conteniendo aluminato de sodio, le es separado el aluminio por formación del sólido de hidróxido de aluminio, obtenido al hidrolizar dicha solución por burbujeo de bióxido de carbono gaseoso.



La solución resultante al separar el precipitado contiene carbonato de sodio, formado por el  $\text{CO}_2$  alimentado, excesos de gas carbónico dan origen a una mezcla de carbonato y bicarbonato de sodio, la cual puede eventualmente precipitar. Esta solución es la base para la regeneración del hidróxido de sodio que habrá de reutilizarse en los ciclos posteriores de extracción de alúmina.



La regeneración del hidróxido de sodio con eficiencia es tan importante como alcanzar altas extracciones de alúmina, porque ambas son la clave que mueven la economía del proceso. Fué por esta razón, que se decidió realizar experimentación, para encontrar los parámetros óptimos de operación, que permitieran alcanzar eficiencias de regeneración tales que no resultaran ser una limitante crítica en la economía de extracción de alúmina. La metodología adoptada para el desarrollo del trabajo fué el estudio a nivel laboratorio de las condiciones de operación establecidas previamente, para que finalmente, estas se realizaran en la planta piloto. De esta forma los ensayos efectuados definieron desde el tipo de material a utilizar, considerando las impurezas permisibles, hasta las relaciones molares de los componentes de la mezcla y el reactivo regenerante, además de temperaturas y tiempos de reacción de los compuestos que intervienen. Se encontró que el método de regeneración apropiado es la caustificación del carbonato, en el que se aprovecha la reactividad de este compuesto con el óxido de calcio y por presentar las características deseadas de baja contaminación.

Además los gases de combustión producidos en la formación del  $\text{CaO}$ , son en su mayoría bióxido de carbono, que es de gran utilidad en la precipitación del hidróxido de aluminio.

Aunque hasta el momento de la elaboración de este trabajo -- los valores aquí alcanzados no han sido aprovechados para la definición de la economía del proceso de extracción de alúmina, el método queda definido a nivel laboratorio y probado -- con buenos resultados en planta piloto que servirán de guía en el momento que sea requerido.

CAPITULO II

A N T E C E D E N T E S

La Comisión Federal de Electricidad, siendo una de las entidades de México que consume los mayores porcentajes de aluminio que se producen, inició en 1976 un trabajo de investigación en minerales aluminíferos en el Estado de Chiapas. El reconocimiento mineralógico realizado sobre el Estado, solamente arrojó dos zonas de interés, de las cuales solamente una de ellas, situada al norte del Estado, presenta perspectivas de explotación importantes. Este yacimiento no presenta características de una bauxita propiamente dicha, si se considera su bajo contenido de Alúmina y alto contenido de Sílice. A continuación se presenta un análisis comparativo de la concentración de los principales componentes de una bauxita típica y el mineral localizado en el Estado de Chiapas.

CUADRO I

ANALISIS QUIMICO COMPARATIVO

COMPONENTE	MINERAL DE CHIAPAS	MINERAL DE JAMAICA
% $Al_2O_3$	36	49
% $SiO_2$	27	4.5
% $Fe_2O_3$	17	15

TiO <sub>2</sub>	1.5	1
P.p.c.*	17.5	29

El mineral de Jamaica es procesado por metodología Bayer que consiste principalmente en una lixiviación alcalina con hidróxido de sodio a 148°C en un recipiente a presión -- durante 1 hora, seguido de la separación de los lodos rojos de la solución de aluminato de sodio; dicha solución es enviada a recipientes de reposo en donde se verifica el fenómeno de hidrólisis dando como producto un precipitado amorfo de hidróxido de aluminio; esta precipitación es inducida por la adición de Al(OH)<sub>3</sub> (semilla). El precipitado denominado hidrato de alúmina es separado y lavado, como preparación para su calcinación a 1100°C para obtener alúmina. Las soluciones conteniendo aluminato de sodio que no se hidrolizó y las aguas de lavado, son reutilizadas en ciclos posteriores de procesamiento para la lixiviación, enriqueciendo las siguientes soluciones de aluminato de sodio; esto provoca el efecto de una hidrólisis mas eficiente. Este proceso por su sencillez, permite alcanzar valores óptimos de aprovechamiento. La principal limitante que posee este método es la presencia en los minerales de contenidos elevados de sílice (SiO<sub>2</sub>), valores mayores de 8% resultan no ser económicos; la razón es la gran reactividad que tiene la sílice con el hidróxido de so-

\* P.p.c. - pérdidas por calcinación.

dio bajo las condiciones de lixiviación establecidas, para formar el complejo silico-aluminato de sodio insoluble, que además de atrapar en su molécula aluminio, retiene también sodio, causando el doble impacto económico de bajas extracciones de aluminio y elevados consumos de reactivo (Hidróxido de sodio).

El mineral de Chiapas, como de otros yacimientos localizados en el País, tienen características de alta sílice que impide su aprovechamiento por el método Bayer, principalmente porque la sílice presente se encuentra como caolinita, mineral de gran reactividad con el hidróxido de sodio. Pruebas realizadas con mineral de Chiapas, por este método, dan evidencia de lo anterior al alcanzar extracciones del orden de 40.50% del contenido total de alúmina en la muestra y contenido de sodio en los lodos residuales hasta el 20%, que considerando los ya de por sí bajos contenidos de alúmina del mineral, reducen aún más las posibilidades de extracción en forma económica.

En virtud de lo anterior, se inició el estudio a nivel Laboratorio en búsqueda del método más adecuado para la extracción del aluminio en el tipo de mineral localizado, realizando ensayos de extracción por los diferentes métodos ---

existentes cómo s $\acute{o}$ n: Cal-Sosa, Cal-Sosa-Sinter, métodos ácidos, etc., encontrándose después de innumerables pruebas que la mejor manera de solubilizar el aluminio se lograba por lixiviación del mineral en solución de hidróxido de sodio, a presión atmosférica y temperatura de ebullición, por ser esta la forma de evitar la reactividad de la caolinita presente, obteniendo de esta manera una solución de aluminato de sodio proveniente exclusivamente de la reacción de la gibbsita que se encuentra en el mineral. El licor de aluminato de sodio así obtenido presentó diferencias respecto al que se obtiene bajo condiciones Bayer, por no presentarse el precipitado por hidrólisis inducida por la adición de semilla. Ante esta disyuntiva, fué necesario buscar un agente externo que produjera dicha precipitación. Se probaron diversos agentes precipitantes: Acido sulfúrico, Acido clorhídrico, amoníaco, bióxido de carbono; resultando este último la forma más adecuada por las siguientes razones:

- a).- El producto secundario formado de la reacción del aluminato de sodio y el hidróxido de sodio con el  $\text{CO}_2$  es carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) que presenta -- perspectivas de regeneración a Hidróxido de sodio nuevamente, por su gran reactividad con algunos compuestos como el caso del óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ).

b).- Las características del subsuelo del Estado de -- Chiapas de poseer yacimientos enormes de minera-- les con contenidos elevados de calcio como la cal\_ cita (piedra caliza con alto contenido de carbona\_ to de calcio) que al ser calcinada a 1000°C produ\_ ce óxido de calcio necesario para la regeneración de sosa y bióxido de carbono usado para la preci\_ pitación del hidróxido de aluminio.

Se concluyó entonces que el método, aunque presentaba algu\_ nas operaciones que no son parte de la metodología Bayer, - era el más idóneo para dichos minerales. Se puso especial - interés en el estudio de aquellas operaciones que no son co\_ munes al Bayer y se establecieron los parámetros de opera-- ción a nivel Laboratorio, para proceder posteriormente al - diseño y construcción de una planta piloto en Chicoasén, -- Chiapas, lugar donde se construía la Planta Hidroeléctrica del mismo nombre.

La Planta Piloto fué diseñada para procesar cantidades de - mineral necesarias que permitieran realizar una evaluación económica de este proceso.

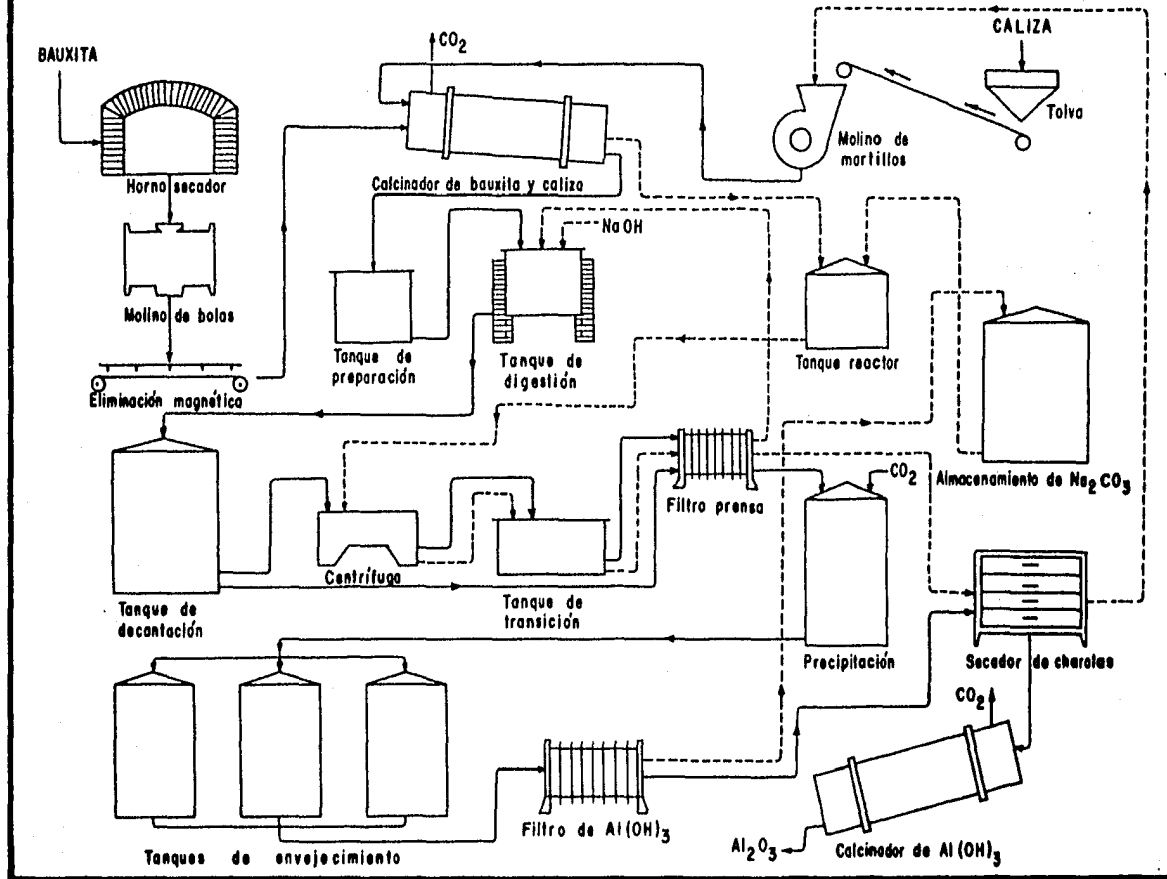
### CAPITULO III

#### DEFINICION DEL DIAGRAMA DE FLUJO

El diagrama de flujo de la planta piloto fué establecido una vez que se definieron todas las operaciones que se involucraban, incluyendo la regeneración reactivos utilizados, específicamente el hidróxido de sodio. Todos los parámetros en cada una de las operaciones habían sido experimentados a nivel laboratorio y presentaban al proceso de extracción de alúmina con perspectivas económicas muy interesantes que solamente a nivel semi-industrial podrían ser evaluadas con mayor representatividad. El diseño de la planta se hizo con cierta flexibilidad en algunas operaciones, de tal manera que permitieran adoptar más de una opción en la optimización del proceso. A continuación se presenta el diagrama de flujo, que incluye el aspecto de regeneración de sosa, el cuál fué definido en base a los resultados de las pruebas que se realizaron y que se describen en el capítulo experimental del presente trabajo.



# PROCESO DE EXTRACCION DE ALUMINA



En este diagrama, las líneas punteadas representan la parte correspondiente a la regeneración alcalina y las líneas continuas, las demás partes del proceso. Siguiendo el diagrama desde el inicio se observa una sola alternativa antes de la digestión, aunque existen dos; la primera comprende el secado, molienda para poder eliminar el hierro magnéticamente y la calcinación, como pretratamiento y beneficio del mineral y la otra es alimentar directamente éste al digester sin ningún tratamiento previo, dependiendo de las condiciones adoptadas como más apropiadas. En el digester se le adiciona el hidróxido de sodio regenerado y/o fresco para realizar la lixiviación. La separación de la mezcla lixiviada se realiza por decantación y posterior centrifugado y filtrado de la fase clarificada. El licor limpio es enviado a precipitación con  $\text{CO}_2$ , para luego pasar a un circuito de envejecimiento de cristales, como preparación para una buena filtración, por el aumento de tamaño que se presenta por este efecto. El precipitado separado mediante un filtro prensa, es secado y calcinado para obtener finalmente la alúmina. La fase líquida obtenida de la separación del hidrato de alúmina contiene una mezcla de carbonato y bicarbonato de sodio, la cuál es enviada a un tanque de almacenamiento. Se dispondrá de él, cuando se realice su regeneración a hidróxido de sodio en el tanque reactor, al --

ser puesto en contacto con el óxido de calcio. El óxido de calcio es producto de la calcinación de piedra caliza, la - cuál es previamente molida al tamaño apropiado para aumen-- tar el área de contacto y por ende su reactividad. Las ope-- raciones de filtrado y lavado en las diferentes partes del proceso provocan un aumento de volúmen considerable en la - solución a regenerar (en ocasiones hasta 5 veces su volúmen inicial, dependiendo de la intensidad de los lavados), que es necesario evaporar con el fin de alcanzar la concentra-- ción del hidróxido de sodio necesaria en la digestión en -- que se reutilizará; este equipo de evaporación no se contem-- pla en el diagrama por no existir físicamente en la planta piloto; sin embargo para fines del presente trabajo si está contemplado, en el diagrama de flujo siguiente, con las ca-- racterísticas que se mencionan en el apartado de evaporación.

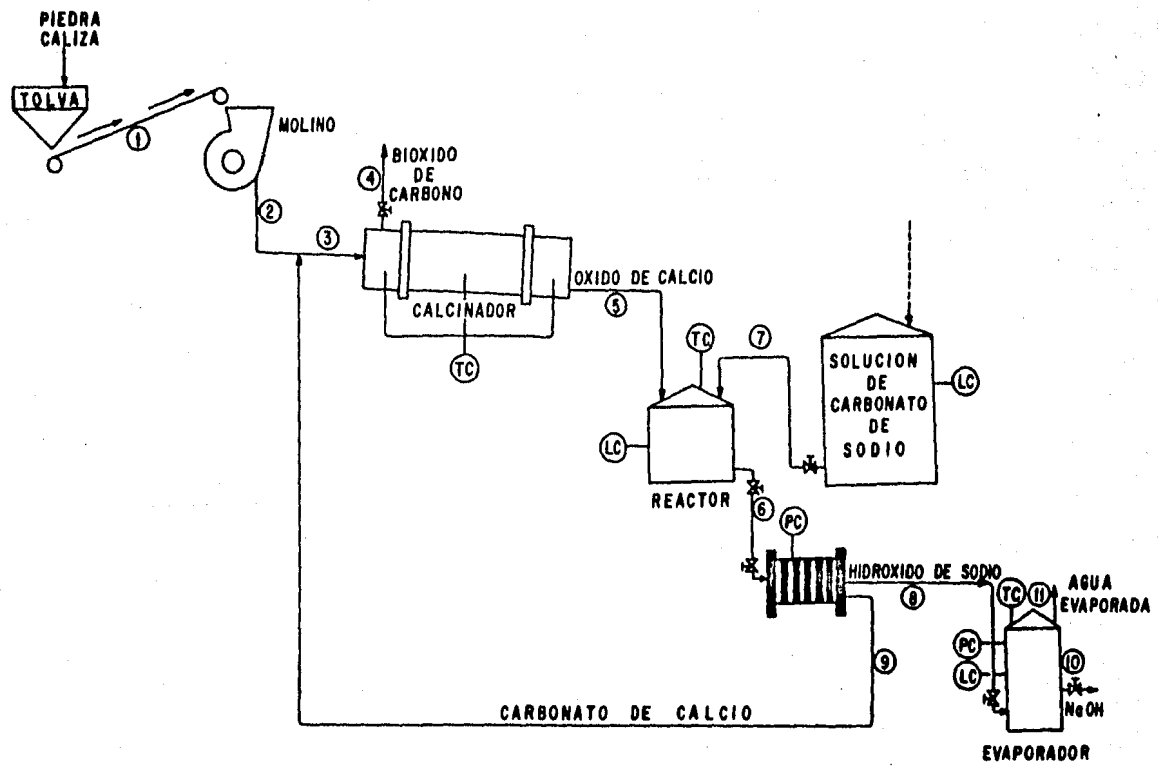
LISTA DE EQUIPO

DESCRIPCION DEL EQUIPO	C A R A C T E R I S T I C A S
TOLVA	CAPACIDAD: 2 TONELADAS
BANDA TRANSPORTADORA	ANCHO: 40 cms LARGO: 4.5 m CAPACIDAD: 70 kg/min
MOLINO DE MARTILLOS	POTENCIA: 30 H.P.
CALCINADOR ROTATORIO	DIAMETRO: 78 cm LONGITUD: 2.6 m CAPACIDAD: 10-50 kg/min VELOCIDAD: 0.5-2.0 r.p.m. INCLINACION: 0-15 grados ADAPTADO UN QUEMADOR DE 1 H.P.
TANQUE REACTOR	CAPACIDAD: 1658 litros AGITADOR DE PALETAS -3/8" espesor VELOCIDAD DE AGITACION: 40 r.p.m.
FILTRO PRENSA	15 PLACAS Y 15 MARCOS DE 30x30cm
SECADOR	CAPACIDAD: 80 BANDEJAS DE 50x50 cm CAPACIDAD DE SECADO: 60kg/hr.
EVAPORADOR	CAPACIDAD: 2457 kg/hr de H <sub>2</sub> O

CUADRO DE BALANCE

NUMERO DE CORRIENTE	COMPONENTE	CANTIDAD (kg)
1	CaCO <sub>3</sub>	630
2 6 9 + 2	CaCO <sub>3</sub>	630
4	CO <sub>2</sub>	277
5	CaO	353
6	NaOH	225
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	99
	CaCO <sub>3</sub>	431
	CaO	112
	H <sub>2</sub> O	6,942
7	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	238.13
	NaHCO <sub>3</sub>	252.5
	H <sub>2</sub> O	6,942
8	NaOH	220
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	97
	H <sub>2</sub> O	6,900
9	CaCO <sub>3</sub>	431
	CaO	112
	NaOH	5
	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	2
	H <sub>2</sub> O	42
10	NaOH	220
	H <sub>2</sub> O	1,387
11	H <sub>2</sub> O	5,513

# DIAGRAMA DE PROCESO DE REGENERACION ALCALINA



CAPITULO IV

E X P E R I M E N T A L

La sosa es el reactivo importante en el proceso de extracción de alúmina. La economía del proceso se ve afectada enormemente por las pérdidas que se tengan de este reactivo durante el procesamiento, por presentar precios unitarios tan elevados que representan alrededor del 80% del valor de la unidad de alúmina. Las pérdidas de hidróxido de sodio bajo el método Bayer por ejemplo se presentan casi exclusivamente en los lodos de digestión y la cantidad depende del contenido de sílice reactiva que contenga el mineral. En el proceso descrito en este trabajo, que es adaptado a las características de alto contenido de sílice del mineral, además de la pérdida en los lodos, los costos se elevan por la conversión del carbonato y bicarbonato de sodio a hidróxido de sodio, y por las posibles pérdidas durante la conversión.

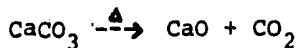
Por esta razón, para tener competitividad económica, es necesario alcanzar valores de regeneración alcalina muy elevados y abatir los costos de su operación.

Para la definición del método de regeneración alcalina,

fué necesario contemplar en primer lugar todas las formas - practicadas de regeneración y adoptar la más adecuada a las características del proceso y sus necesidades, tratando de que pudiera ser factible de realizar, de acuerdo a los requerimientos de materias primas principalmente.

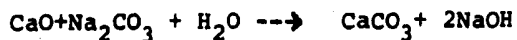
En base a lo anterior se decidió usar el método de cal carbonato, el cual presenta ventajas importantes que se describen a continuación:

- a).- El método parte desde la calcinación de carbonato de calcio, durante el cual, además de formar el reactivo buscado (CaO), se desprende como coproducto, gas carbónico, que resulta de tanta utilidad como el óxido de calcio mismo, por el requerimiento que se tiene de CO<sub>2</sub> para la precipitación del hidróxido de aluminio.



- b).- En la operación de caustificación se obtienen como productos, hidróxido de sodio en solución y carbonato de calcio precipitado.

Este carbonato de calcio, deberá nuevamente ser calcinado, situación que representa un ahorro considerable por evitar costos de extracción y acarreo de piedra caliza nueva.



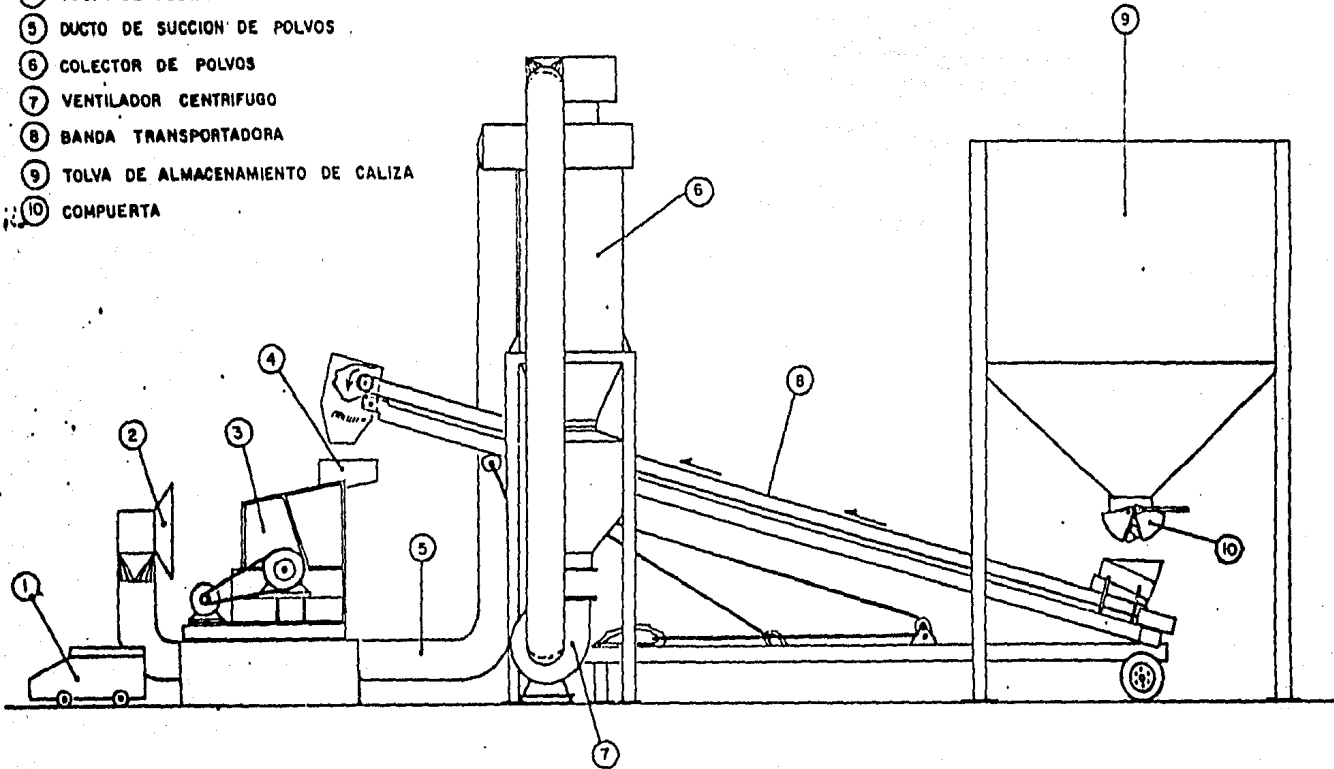


# RECUPEFACION DE SOSA

(Molienta de caliza)

## CLAVE

- ① CARRO COLECTOR DE MATERIAL MOLIDO
- ② CAMPANA DE EXTRACCION DE POLVOS
- ③ MOLINO DE MARTILLOS
- ④ TOLVA DE DESCARGA DE MATERIAL A MOLER
- ⑤ DUCTO DE SUCCION DE POLVOS
- ⑥ COLECTOR DE POLVOS
- ⑦ VENTILADOR CENTRIFUGO
- ⑧ BANDA TRANSPORTADORA
- ⑨ TOLVA DE ALMACENAMIENTO DE CALIZA
- ⑩ COMPUERTA



c).- El subsuelo del Estado de Chiapas posee yacimientos gigantescos de piedra caliza de buena calidad (alto contenido de  $\text{CaCO}_3$  y bajo de  $\text{MgCO}_3$ ) lo que permite garantizar su existencia y su costo relativamente bajo.

La parte experimental en este trabajo, para encontrar las condiciones de operación para la regeneración alcalina, fué realizada a nivel laboratorio y llevada posteriormente a planta piloto para comprobar su validez.

En el ciclo de regeneración del hidróxido de sodio se llevan a cabo las siguientes operaciones: Molienda de caliza, calcinación, caustificación, filtración, lavado, secado de carbonato de calcio, evaporación de la solución regenerada. A continuación se describen cada una de estas operaciones, incluyendo en esta descripción los equipos utilizados en la planta piloto describiendo brevemente sus características de diseño y operación:

#### MOLIENDA DE CALIZA.

La piedra caliza para ser utilizada en el proceso deberá antes que nada evaluarse su calidad. Cuando se habla de calidad se hace referencia principalmente a los siguientes valores:

Alto contenido de  $\text{CaCO}_3$  (alrededor de 90%), bajos contenidos de  $\text{SiO}_2$ , Hierro y Magnesio principalmente; lo anterior es en base a la necesidad de contar con un producto -- (CaO) que no produzca contaminación por sílice y/o fierro a la sosa que se regenera y alcanzar la reactividad adecuada por la ausencia de carbonato de magnesio. Esta evaluación -- deberá hacerse en el laboratorio de acuerdo al método de -- que se disponga y que tenga alto grado de confiabilidad; pa -- ra el presente trabajo el método de evaluación utilizado es el que se muestra en el apéndice.

Esta forma de determinación se utiliza para la evaluación inicial de un yacimiento en estudio y como rutina durante la operación en planta para conocer la calidad del -- subproducto que se habrá de reutilizar.

Un análisis rápido de determinación del contenido de --  $\text{CaCO}_3$  de una caliza es el siguiente:

Se pasa una cantidad conocida de caliza previamente se cada, la cual es atacada por medio de ácido clorhídrico de concentración y volúmen conocidos a temperatura de ebullición hasta lograr la disolución completa de la muestra; el residuo de ácido es neutralizado con solución valorada de -- hidróxido de sodio al vire de la fenolftaleína. Los cálcu-

los se realizan en base a la diferencia de ácido presentes al principio y al final de la titulación, que representará el ácido reaccionante

Esta determinación se hace exclusivamente para fines de evaluación, cuando se ha determinado las generalidades de la materia prima y que garantice la inexistencia de los compuestos nocivos al proceso general.

La caliza estudiada bajo las condiciones del procedimiento general, en el área determinada en el Estado de --- Chiapas obtuvo los siguientes resultados.

COMPOSICION QUIMICA DE CALIZAS

CLAVE	%CaO	%MgO	%SiO	%Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%SO <sub>3</sub>	%Na <sub>2</sub> O	%K <sub>2</sub> O	%Ppc
M-0-31	56.1	0.31	0.23	0.006	0.0	0.0	0.0	0.04	43.38
M-0-19	55.8	0.33	0.0	0.03	0.03	0.0	0.0	0.08	43.47
S-1-27	56.5	0.34	0.01	0.001	0.02	0.0	0.0	0.0	43.42
S-4-40	56.5	0.27	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.09	43.45

Esta caliza para los fines perseguidos es de magnífica calidad.

Una vez determinada la caliza propia para ser utilizada, se procede a la molienda. En laboratorio esta operación se realiza en tres etapas: La primera es el rompimien-

to de la piedra caliza en una quebradora de quijadas, de la cual se obtiene material de tamaño menor de malla 10. Para reducir mas el tamaño se usa un molino micrométrico, el que proporciona partículas menores de 80 mallas y finalmente -- para alcanzar el tamaño requerido (partículas menores de -- 100 mallas), se realiza la molienda en mortero de laboratorio.

Este tamaño fué adoptado en base a experiencias -- reportadas de otros laboratorios, consideradas como tamaño óptimo para la calcinación, lo que permite suponer tambien que es válido para la reactividad con el carbonato de so--- dio.

A nivel planta piloto el material es alimentado a una tolva cuya capacidad es de 2 toneladas y conducido a un molino de martillos de 30 H.P. de potencia, por medio de -- una banda transportadora de material flexible de 40 cm de -- ancho y una velocidad de alimentación de 70 Kg. por minuto.

El molino es regulado con el fin de tener un tama-- ño de partícula de menos veinte mallas. Se usa este tama-- ño en base a que los menores presentaron problemas, princi-- palmente de polveo, que repercutía en pérdidas por fugas, -- además de hacer el área de operación demasiado peligrosa, -- principalmente después de la calcinación, por la gran reac-- tividad que presenta el óxido de calcio con el agua y que -

al ponerse en contacto con piel humedecida por el sudor, --ojos y garganta de los operadores, causan graves problemas.

A la salida del molino se encuentra adaptado un equipo de tamizado de tal forma que permite seleccionar, por tamaño, el material que entrará al proceso y el que regresará al molino para una nueva molienda. Para evitar pérdidas, el equipo cuenta con un sistema de recolección de polvos. El material seleccionado es transportado al calcinador por medio de carros manuales.

### C A L C I N A C I O N

Para establecer las bases de operación se han realizado pruebas de laboratorio que determinan dos variables que resultan ser las más importantes: temperatura de calcinación y tiempo de calcinación.

Para fijar estos parámetros, se realizaron ensayos primeramente en laboratorio en un intervalo de temperatura entre 900 - 1100°C; esto en base al conocimiento de que a --- 882°C, el  $\text{CaCO}_3$  comienza a descomponerse para dar  $\text{CaO}$  y - -  $\text{CO}_2$ . Para cada una de las temperaturas de calcinación fijadas, el material fué expuesto por lapsos de tiempo entre 5 y 120 minutos. En laboratorio se usa para esta prueba una

mufla con intervalo de temperatura de 0-1200°C y las muestras son calcinadas en crisoles de porcelana, previamente puestos a peso constante. Con esto se determina la variación de los porcentajes de pérdida por calcinación, que si bien este valor no es una medida de la calidad de una caliza, nos establece una relación que permite observar el grado de descomposición que han tenido los carbonatos (de calcio y magnesio) por la calcinación. Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

EFFECTO DEL TIEMPO Y TEMPERATURA EN  
CALCINACION DE CALIZA.  
PERDIDAS POR CALCINACION

TIEMPO	900°C	1000°C	1100°C
5	43.71	43.36	43.82
10	43.76	43.43	43.87
15	43.37	43.34	43.74
30	43.67	43.64	43.75
60	43.36	43.76	43.78
90	43.18	43.84	43.77
120	43.40	43.72	43.75

En Planta piloto se usa para esta operación un calcinador rotatorio que tiene un diámetro de 78 cm y una longitud de 2.6 m y fué diseñado para manejar entre 10 y 50 Kg. por minuto de mineral, dependiendo de la velocidad de giro y la inclinación que se establezca. El medio de calentamiento es diesel, para cuya operación se usa un quemador acoplado a un turboventilador de 1 H.P. de potencia.

Los resultados obtenidos en laboratorio, proporcionan una guía muy valiosa para evitar trabajos innecesarios en la planta piloto, porque nos indican a grandes rasgos las pérdidas de peso que sufre el material, debidas en su mayoría al desprendimiento del  $\text{CO}_2$  proveniente de carbonatos, de los que gran parte son de calcio y alguna cantidad de magnesio. Esto permite evaluar por estequiometría la cantidad aproximada de carbonatos presente, sabiendo que la máxima pérdida que se obtendría, cuando la muestra fuera exclusivamente carbonatos, sería lo correspondiente al peso molecular del bióxido de carbono.

Se observa en los resultados anteriores que inclusive a  $900^\circ\text{C}$ , con el tiempo mínimo establecido en la prueba, se obtienen valores cercanos a 44 de pérdidas por calcinación (que es el máximo valor obtenible) y que además no difieren en nada o casi nada de aquellos registrados a mayores temperatu--



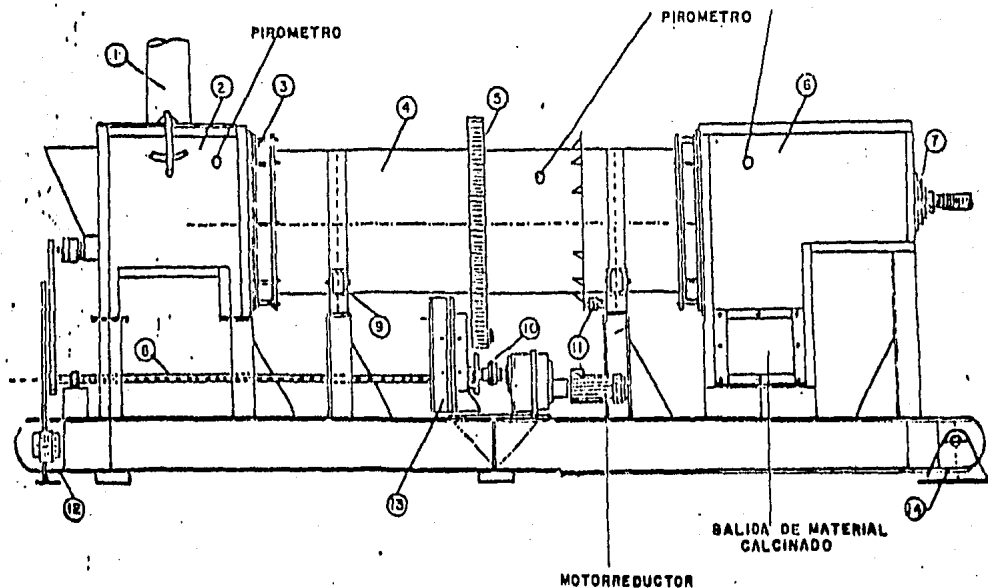
ras y tiempos. En base a esto se adopta un tiempo de 30 minutos a 1000°C que garantiza buena calcinación. A nivel de planta fué necesario aumentar el tamaño de partícula (apoyando con esto lo que se mencionó en el apartado de molienda) para evitar los problemas de arrastre de partículas finas hacia la chimenea, que se presentan por efecto de la presión de la flama, siendo incrementado mientras la temperatura a que se somete el material en el calcinador es mayor. La ventaja que presenta la calcinación en horno rotatorio es la completa homogeneización de los materiales, provocado por el movimiento continuo que repercute directamente sobre las características del producto.

- 1).- CHIMENEA
- 2).- CAMARA DE ALIMENTACION
- 3).- BRIDA DE ENLACE
- 4).- TUBO PRINCIPAL
- 5).- ENORANE
- 6).- CAMARA DE COMBUSTION
- 7).- QUEMADOR DE DIESEL
- 8).- FLECHA
- 9).- RODILLO

- 10).- COPLE FLEXIBLE
- 11).- MECANISMO PARA EMPUJE AXIAL
- 12).- REGULADOR DE INCLINACION.
- 13).- REDUCTOR DE VELOCIDAD
- 14).- APOYO

## RECUPERACION DE SOSA

( Calcificación )



La calidad del óxido de calcio producido es evaluada de dos manera diferentes: por conversión y por reactivi-  
dad. La conversión se determina al realizar pruebas de pér-  
didas por calcinación en laboratorio a temperaturas de - -  
1100°C sobre dichos productos. Valores adecuados de pérdi-  
das por calcinación son aquellos que no rebasan el 1%.

La reactividad del producto se evalúa haciendo reaccio-  
nar, también en laboratorio, el CaO en solución de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  -  
grado reactivo al 10% en peso y los resultados de conver-  
sión se comparan con datos experimentales reportados, que -  
para esa concentración de carbonato de sodio se alcanzan --  
eficiencias de conversión entre 96 - 98%. Análisis de este  
tipo realizados sobre los productos de calcinación en planta  
piloto, en promedio presentan valores de p.p.c. de 0.7% y -  
conversiones de 95%, que son resultados indicativos de una  
buena calcinación y la evidencia de una buena reactividad -  
del óxido de calcio.

### C A U S T I F I C A C I O N

Esta operación es la más importante dentro del ciclo -  
de regeneración alcalina, ya que en ella se involucran una  
serie de parámetros, los cuales deben converger para poder

alcanzar los resultados que se esperan de ella. Es necesario definir la proporción en peso que habrá de verificarse la reacción entre el  $\text{CaO}$  y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$ , así como la temperatura a que se llevará a cabo dicha reacción y el tiempo de duración de la misma.

En laboratorio empezó por definirse la temperatura a que debería realizarse la reacción. Este parámetro fué elegido como primer paso en virtud de saber de antemano que no hay reversibilidad de la reacción respecto al tiempo, razón por la que podía fijarse un tiempo elevado de reacción, sin afectar el resultado máximo obtenible; para esta prueba se adoptó dos horas. Respecto a la relación molar se estableció el valor de uno, para ambos componentes ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$ ) y el óxido de calcio.

Bajo estas condiciones se realizó por triplicado un ensayo de laboratorio en el que se partía de 100 ml de solución mezcla de carbonato y bicarbonato, obtenido de una producción normal de alúmina, teniendo valores típicos de concentración de 0.033 g/ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y de 0.035 g/ml de  $\text{NaHCO}_3$ . Seis muestras se trabajaron en cada corrida, correspondiente a cada una de las temperaturas elegidas. Cada

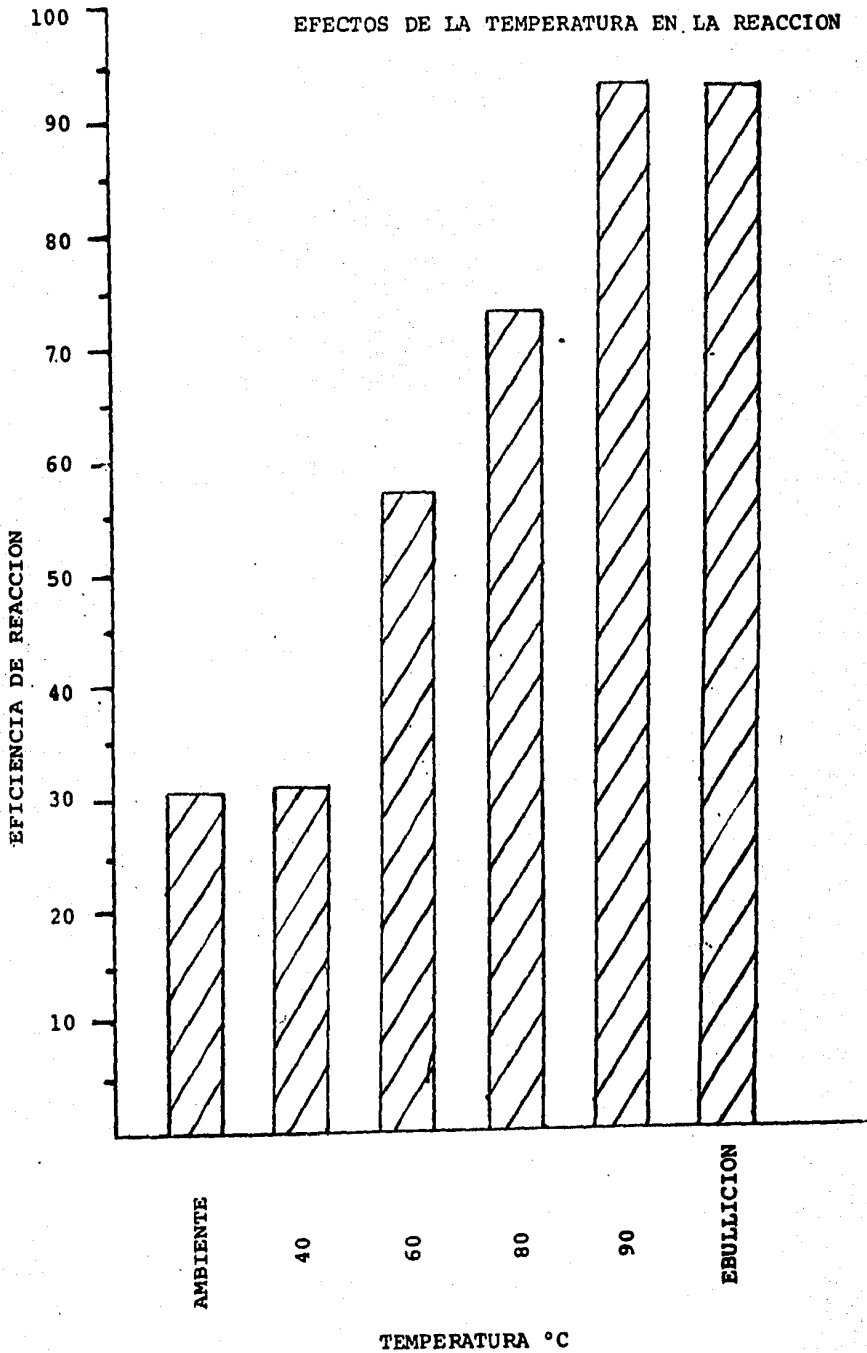
una de las muestras les sería adicionada la misma cantidad de óxido de calcio (4.02 gramos), en el momento de alcanzar la temperatura a que sería expuesta como parte de la prueba. Las muestras fueron colocadas en diferentes parrillas, provistas de sistema de agitación.

Las temperaturas elegidas para la reacción, fueron las siguientes: ambiente, 40°C, 60, 80, 90°C y temperatura de ebullición. Se inició la prueba y se empezaron a medir los tiempos establecidos (2 horas) a partir de alcanzar la solución la temperatura correspondiente y haberle adicionado el óxido de calcio. La agitación mantenida durante la reacción fué similar para todos los casos, es decir, solamente se cuidaba de que no se formara el cono característico de agitaciones drásticas, pero regulando a mantener todas las partículas de cal en suspensión.

En los primeros momentos de la reacción, inmediatamente después de haber adicionado el óxido de calcio, se notó cierta tendencia a aumentar la temperatura de las soluciones reaccionantes; sin embargo esto desapareció después de unos minutos.

Al finalizar la prueba, se procedió a filtrar cada muestra, utilizando vacío para facilitar la operación, lavando el precipitado por varias ocasiones, con el fin de eliminar el sodio ocluido en el precipitado de carbonato de calcio. La solución obtenida fué colocada en matraces volumétricos de 250 ml y llevada a volúmen con agua destilada, con lo que quedaban preparadas para su determinación de carbonato e hidróxido de sodio, mediante el método que se describe en el apéndice. Los valores de concentración así obtenidos de ambos compuestos, permitieron evaluar la eficiencia de reacción como función del sodio total que existía en la solución original como carbonato y bicarbonato. Los resultados de esta prueba se muestran en la siguiente figura.

### EFFECTOS DE LA TEMPERATURA EN LA REACCION



Los resultados anotados resultan como promedio de las tres corridas realizadas. Al observarse el mismo comportamiento en todos los casos, se puede establecer, como válido de principio, que a temperatura de 90°C se obtiene ya la máxima eficiencia y por ende se establece como temperatura de trabajo en ensayos posteriores.

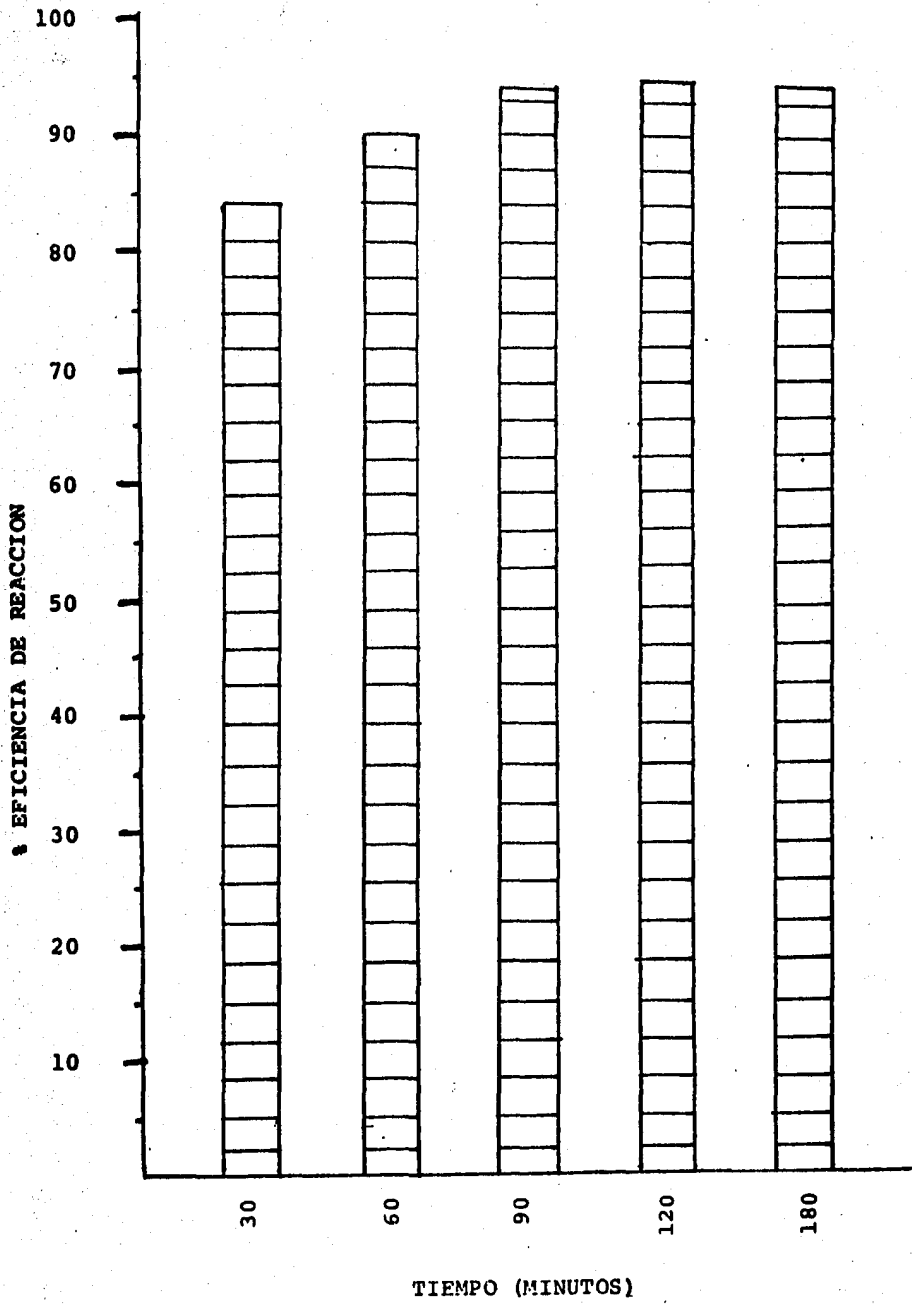
Fijada la temperatura, había de evaluarse el siguiente parámetro.

Se decidió entonces por el tiempo de reacción, buscando como condición, el mínimo al cual se obtenía la máxima conversión, cuando la reacción se verifica a 90° y con una relación molar  $\text{CaO} / \text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaHCO}_3$  de uno nuevamente. Se partió como en la prueba anterior de 100 ml de solución de carbonato-bicarbonato con las mismas concentraciones de la mezcla. Las pruebas que se hicieron fueron para 30, 60, 90, 120 y 180 minutos de tiempo de reacción. Para obtener representatividad en los resultados, se establecieron los mismos cuidados observados con anterioridad.

La mezcla resultante fué separada en sólido y líquido y evaluada la fase líquida por su contenido de NaOH y  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , de acuerdo al método presentado en el apéndice de este estudio. Al igual que el caso anterior, fueron definidas las eficiencias de reacción y obtenidos los valores promedio que se muestran en la siguiente figura.



# EFFECTO DEL TIEMPO DE REACCION



Estos resultados muestran casualmente 120 minutos (valor tomado como base de estas pruebas) como el tiempo mínimo para alcanzar la mayor eficiencia de reacción.

Finalmente se diseñaron las pruebas para encontrar la relación molar apropiada. En virtud de que las pruebas anteriores se llevaron a cabo con una relación molar de uno, se consideró innecesario repetir este valor y se decidió empezar desde una relación de 1.1 hasta 1.5. La solución --- inicial para esta prueba, presentaba una mayor concentra---ción de sodio que los dos ensayos anteriores (0.0288 gr/ml de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y 0.0494 gr/ml de  $\text{NaHCO}_3$ ) que aparentemente no -- afectarían la conversión.

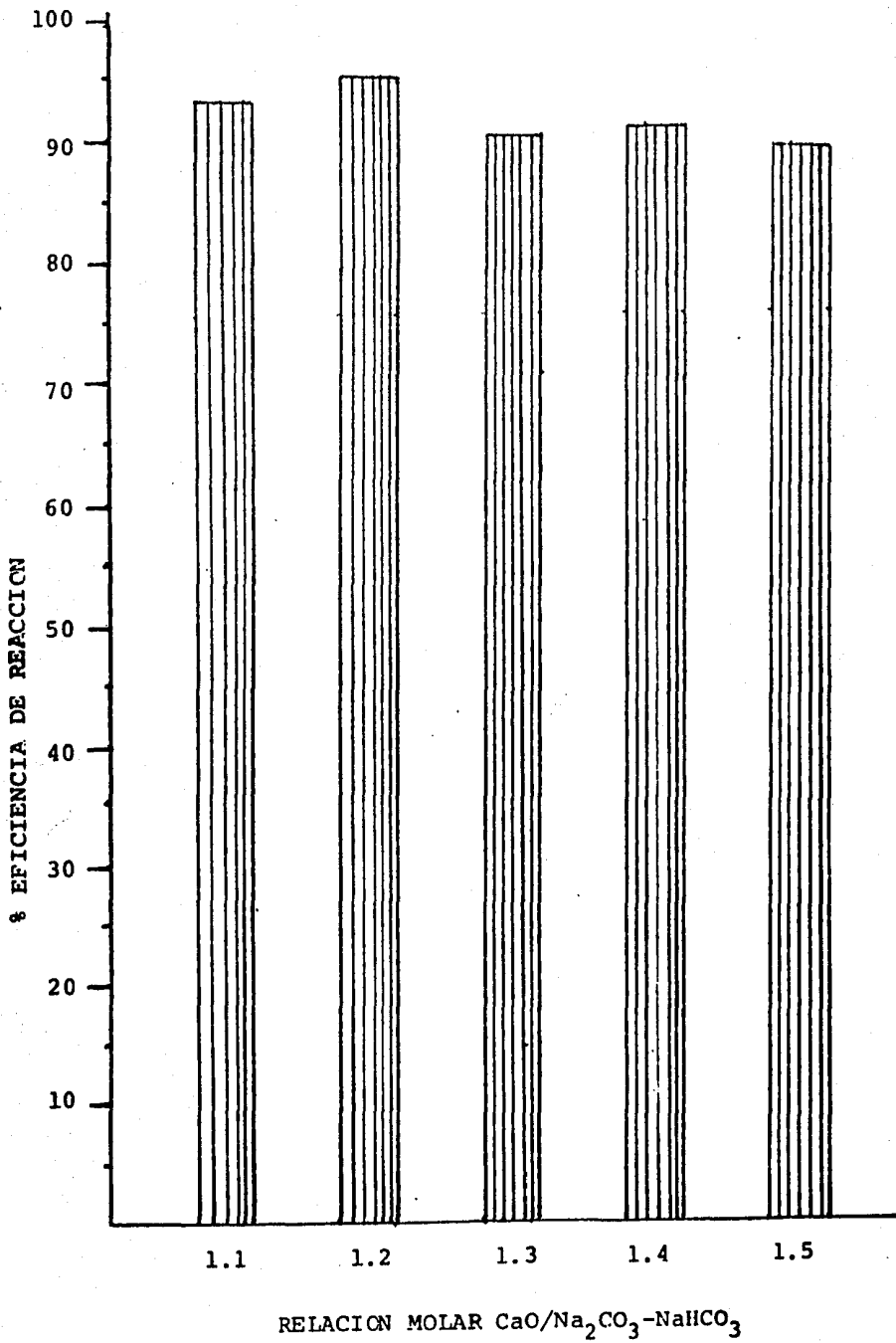
Como en las pruebas anteriores, se estableció una temperatura de  $90^\circ\text{C}$  en la solución al momento de adición del  $\text{CaO}$  y un tiempo de dos horas para la reacción. Durante este ensayo se presentaron algunos fenómenos de interés que se - enuncian a continuación.

- 1.- La reacción exotérmica que se realiza al contacto de la cal con el agua, provoca aumentos en la temperatura, en ocasiones considerables

(alrededor de 8°C) dependiendo de la relación molar usada.

2.- Por encima de relaciones molares de 1.4, se empieza a tener dificultades en la agitación de la mezcla reaccionante y al momento de la separación de las fases, posterior a la reacción, se hace difícil la extracción del sodio del precipitado, debido a lo inapropiado que resulta el manejo de volúmenes grandes de sólidos.

El procedimiento evaluativo de la solución resultante fué el mismo que en los dos casos anteriores y los resultados de eficiencia obtenidos en la gráfica siguiente:



En estos resultados se observa un pequeño descenso en la eficiencia, aún cuando la relación molar es mayor de uno, situación que debería ayudar a alcanzar mejores valores. Este fenómeno solamente puede tener su origen en la diferencia de concentraciones manejadas, que para este caso resulta ser mayor.

En base a estos ensayos, se determinaron los parámetros a los que se debería operar el reactor de la planta piloto: relación molar 1.2, a temperatura de 90°C por un tiempo de dos horas.

Bajo estas condiciones se realizaron algunas corridas en la planta piloto, primero de reconocimiento de los equipos, en su parte operativa y posteriormente para optimizar el proceso de regeneración.

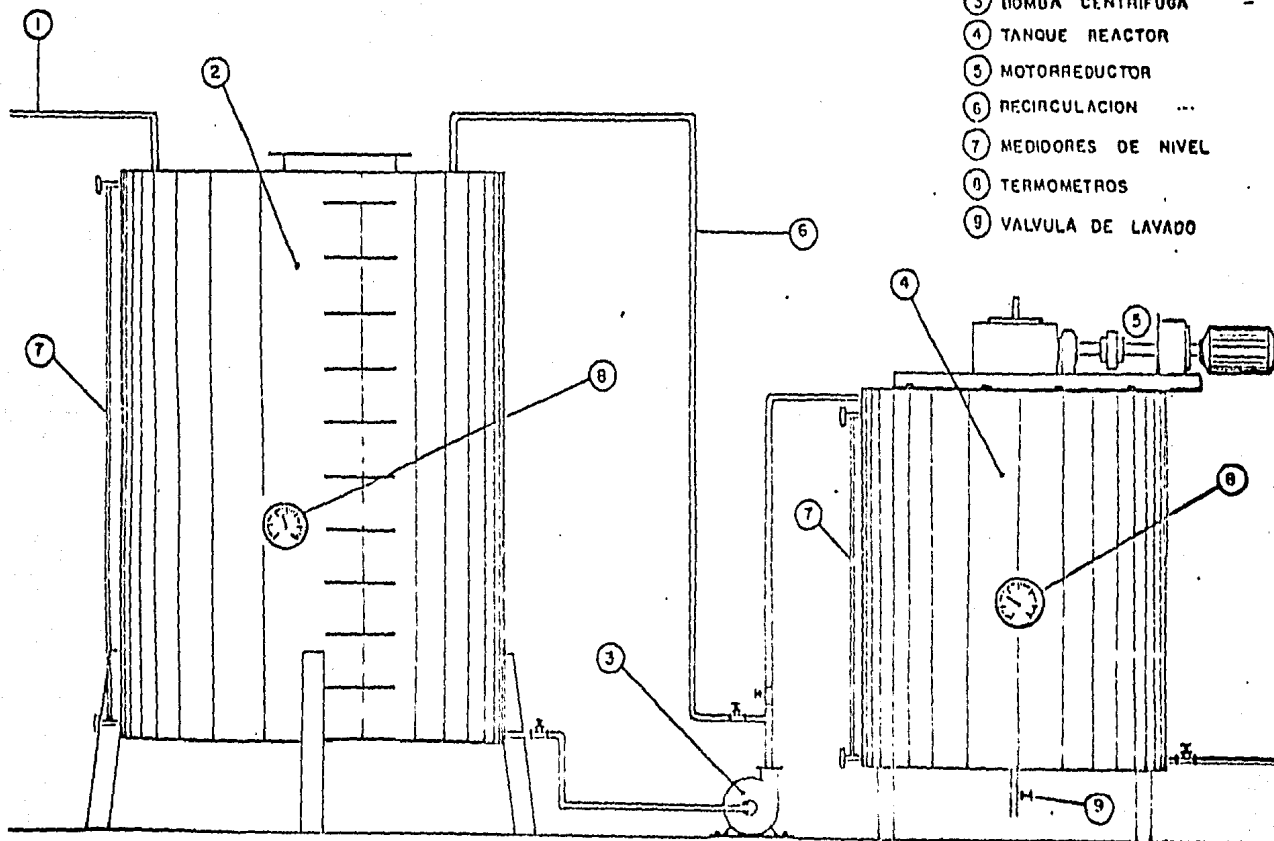
El reactor es un tanque de acero estructural de 1/4" y capacidad de alojamiento de 1658 litros, provisto de un agitador de paletas de 3/8" de espesor. Tiene acoplado un motorreductor que le proporciona una velocidad de giro de 40 R.P.M., posee un medidor de nivel construido en vidrio de 5/8", colocado en el exterior del tanque.

El máximo valor alcanzado de eficiencia de reacción bajo las condiciones experimentadas fué de 75%, incluyendo el hidróxido de sodio que quedaba ocluido en el precipitado; - el resto del sodio inicialmente presente en la solución, se identificó tanto en solución como en el precipitado en forma de carbonato que no reaccionó. Este fenómeno de baja -- eficiencia, es debido en parte a las características del -- reactor que no resultan ser las mas adecuadas para esta operación.

# RECUPERACION DE SOSA

## CLAVE

- ① SOLUCION PROCEDENTE DE FILTRADO
- ② TANQUE DE ALMACENAMIENTO DE  $\text{Na}_2\text{CO}_3$
- ③ BOMBA CENTRIFUGA
- ④ TANQUE REACTOR
- ⑤ MOTORREDUCTOR
- ⑥ RECIRCULACION ...
- ⑦ MEDIDORES DE NIVEL
- ⑧ TERMOMETROS
- ⑨ VALVULA DE LAVADO



## F I L T R A C I O N

La filtración de la mezcla resultante en la planta piloto se hace en dos etapas:

Después de haber terminado la reacción y sin dejar de agitar la solución se envía a un tanque de reposo en donde se permite la separación de las fases sólida y líquida, durante un tiempo de una hora.

La parte clarificada se hace pasar por un filtro prensa y se envía posteriormente a evaporación y tenerlo así en condiciones de volúmen y concentración adecuados para ser utilizados nuevamente en el proceso global; la parte sólida que posee humedad de 70% contiene ocluida una cantidad de sodio, evaluada como  $\text{Na}_2\text{O}$  por fotoflamómetro, de 38% respecto al alimentado, que justifica nuevos lavados que permitan una mayor extracción. Para ello se le adiciona agua en proporción de 2:1 en volúmen y se agita violentamente durante 10 minutos, después de los cuales se hace pasar por el filtro prensa sin dejar de agitar la solución, para no permitir la sedimentación de la fase sólida. El líquido es enviado a evaporación y el sólido cuyo contenido de sodio ha descendido al 7.5% del sodio alimentado, a la operación de secado, para que posteriormente sea recalcinado. El tanque de reposo usado, tiene las mismas dimensiones que el tanque --



reactor y está provisto de un agitador que tiene una velocidad de giro de 120 RPM, lo que garantiza tener las partículas en suspensión aún cuando sean de tamaños mayores a malla 16.

### S E C A D O

Para poder llevar a cabo la recalcinación del precipitado de  $\text{CaCO}_3$ , es necesario quitarle humedad hasta alcanzar valores que permitan su desplazamiento en el calcinador y -- que no exista la formación de aglomerados, esto se logra si se alcanza un valor de 4% aproximadamente de humedad.

Esta operación se lleva a cabo en un secador de bandejas con capacidad de alojamiento de 80 bandejas, distribuidas en racks de 40 cada uno, con espacios libres para circulación de aire de 5 centímetros; las dimensiones de las bandejas cuadradas es de 50 cm por lado y altura de 2.5 cm.

Las características del material a la entrada son las siguientes: 60% de humedad, densidad de 1.2 gr/ml. La capacidad de secado es de 600 Kg de material húmedo por batch, -- requiriéndose de 2 batchs para satisfacer las necesidades de

material seco. El tiempo de secado por batch es de 10 horas al usar aire a temperatura de 110°C.

#### EVAPORACION DE LA SOLUCION REGENERADA

En el proceso de obtención de alúmina, del cual proviene la solución mezcla de carbonato y bicarbonato, es utilizada una cantidad importante de agua para diluciones y lavados que aumenten el volumen original en 3.3 veces; esta solución deberá ser evaporada hasta alcanzar el volumen necesario para el proceso. Para este procedimiento se ha utilizado un evaporador de simple efecto que tiene las siguientes características: capacidad total de 2457.600 Kg/hr de agua evaporada. --- Consta de un intercambiador con placas en acero inoxidable y marco de acero al carbón, interconectado a un separador de vapor que a su vez va conectado a un condensador principal tipo contacto directo que consume 340 gal./min. de agua de enfriamiento y posee un sistema de vacío compuesto por un eyector de 2 etapas y un intercondensador de tipo contacto directo de 7 gal./min. de agua de enfriamiento. La concentración final que se alcanza es de 20% en peso de sólidos (sosa principalmente) cuando la alimentación es de 5% aproximadamente.

## CAPITULO V

### DISCUSION DE RESULTADOS Y RECOMENDACIONES

Como se mencionó con anterioridad, la caliza para ser utilizada en el proceso deberá cumplir con ciertas características de calidad, para evitar así el problema de la posible contaminación del producto y que las propiedades de la cal no se vean reducidas. Se ha mencionado la necesidad de utilizar una caliza con contenidos bajos de magnesio principalmente; es recomendable que este compuesto fluctue en un máximo de 5% como  $MgCO_3$  (2% como Mg). El grado más alto encontrado en los materiales estudiados hasta el momento es de 7% de  $MgCO_3$  en una sola muestra, teniendo la mayoría valores de 3. Este requerimiento tiene su base en el siguiente aspecto: En la reacción de calcinación, los carbonatos de calcio y de magnesio, son convertidos a sus óxidos; de estos óxidos, el magnesio es mucho más lento en hidratarse a  $Mg(OH)_2$  y este hidróxido, debido a su baja solubilidad, es mucho más lento para reaccionar con soluciones de  $Na_2CO_3$  y formar  $MgCO_3$ , por lo que no se debe considerar este compuesto para fines prácticos de reacción. No obstante que no interfiere en la reacción, forma un lodo fino que clarifica muy lentamente, afectando con ello la separación del licor. Por otra parte, existen condiciones de calcinación bajo las cuales el CaO es pasivado y en estas condicioo

nes sus características de reacción con el  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  se ve --- enormemente empobrecida; esta pasivación se lleva a cabo -- cuando el mineral es expuesto a temperaturas del orden de -  $1200^\circ\text{C}$  por periodos de tiempo grandes, sin embargo este fe- nómeno se ve favorecido mientras la cantidad de magnesio -- sea mayor. Este mismo problema se observa por la presencia de sodio, sin embargo, éste, rara vez se encuentra en la ca- lizade la región, aunque si es importante por el hecho de - neutilizar los lodos de  $\text{CaCO}_3$  formados como subproducto, -- por ello se deberá tener cuidado en lavar muy bien este pre- cipitado ya que además del problema de la pasivación conlle- va consecuencias fuertes de ataque al recubrimiento refrac- tario de los calcinadores.

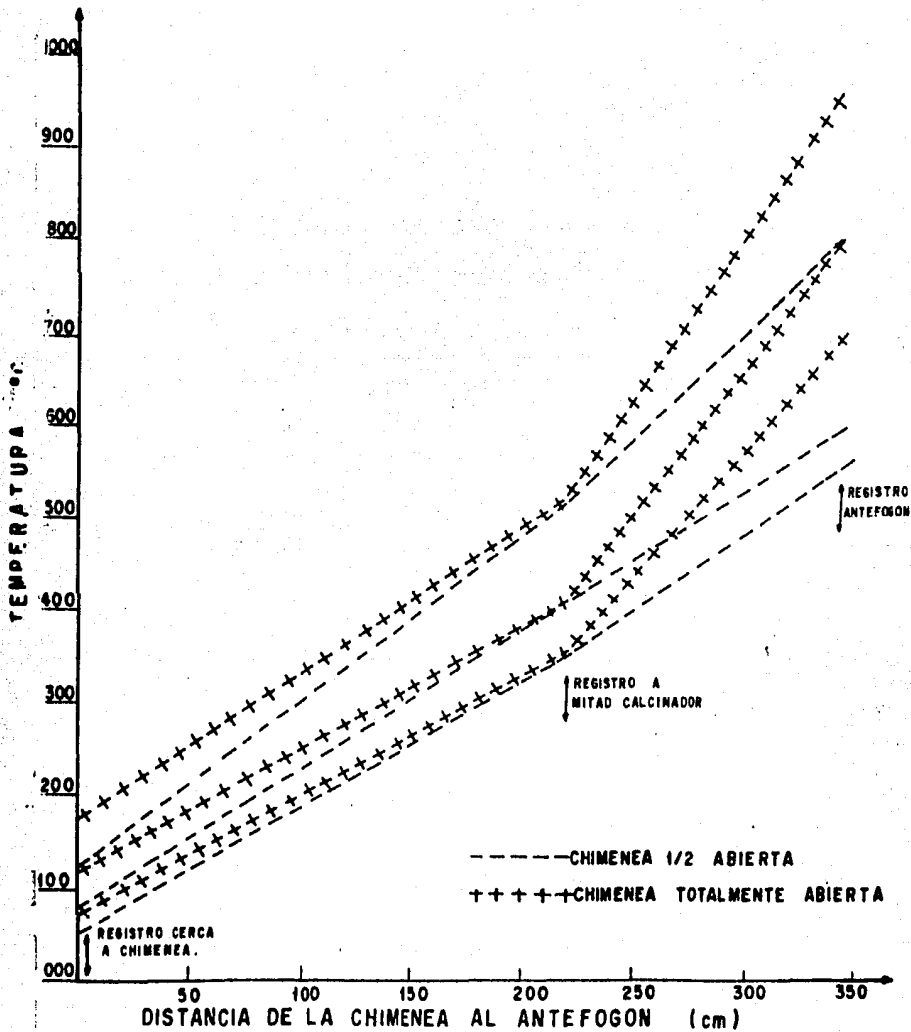
Durante la calcinación de la caliza se produce princi- palmente  $\text{CO}_2$  proveniente de la combustión y del producto de la descomposición de la caliza. Este  $\text{CO}_2$  será utilizado en el proceso de obtención de alúmina como medio para provocar la hidrólisis, por lo que es necesario tomar ciertas precau- ciones respecto al manejo para evitar contaminación en el - aluminio producido. Debido a que los combustibles normal- mente contienen sulfuro orgánico, llegando a alcanzar valo- res hasta de 6% (como es el caso del aceite combustible No. 6), deberá usarse el filtro para gases adecuado, ya que en

la combustión se forman dióxido y trióxido de azufre, los cuales, a pesar de que tienden a precipitar en forma de sulfato de calcio y son arrastrados con el flujo de cal viva, gran parte permanece en forma gaseosa.

La recalcinación del carbonato de calcio deberá hacerse en forma moderada (10 recalcinaciones como máximo) por los problemas de precipitación del sulfato de calcio mencionado, que se incrementa después de cada recalcinación y que finalmente repercute en la contaminación del aluminio.

Para obtener una buena calcinación de la caliza y no alcanzar la pasivación de la misma, es necesario regular -- adecuadamente la distribución del calor en el cuerpo del -- calcinador, para así lograr mantener la temperatura adecuada durante el tiempo necesario. Las principales variables de control son: El aire de atomización y la abertura de la chimenea de salida de gases, debido a que a mayor cantidad de aire de atomización, la velocidad de los gases dentro -- del calcinador es mayor y el efecto que causa la abertura -- de la chimenea es de retención de los gases en el cuerpo -- del calcinador. Los comportamientos típicos de la temperatura en los tres puntos que se tiene registro, distribuidos a lo largo del calcinador (a la salida de los gases de combustión, a la mitad del cuerpo del calcinador y cerca del -- antefogón) son los siguientes:

# LINEAS DE COMPORTAMIENTO DE LA TEMPERATURA EN EL CALCINADOR ROTATORIO.



De acuerdo a la distribución de la temperatura que se observa en la gráfica, el manejo del calcinador se complica, al tratar de calcinar el material a una sola temperatura por un tiempo elevado. Los esfuerzos realizados en tratar de homogeneizar lo mas posible la temperatura han sido infructuosos, lo mas que se puede hacer al tener necesidad de calcinar a una temperatura, es fijar ésta en el registro a mitad del calcinador y establecer el tiempo de residencia por medio de la inclinación del equipo. Esto tambien ha contribuido a que en la planta piloto no se alcancen las eficiencias de reacción esperadas, si se considera que para alcanzar 900 - 1000°C en el registro de la mitad del calcinador, en el antefogón se encuentra entre 1200 - 1400°C, lo que puede llegar a provocar la mencionada pasivación de la cal.

En la operación de caustificación en la planta piloto, no se han alcanzado las eficiencia de reacción que reporta la bibliografía y que se muestran en la tabla siguiente. No obstante que los datos que se presentan en esta tabla son para reacciones de CaO con carbonato de sodio exclusivamente y la solución que se maneja es mezcla de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  y  $\text{NaHCO}_3$  la comparación es válida si se toma en cuenta que la cantidad de cal adicionada es en las mismas relaciones estequiométricas, respecto a ambos componentes.

Conc. de $\text{Na}_2\text{CO}_3$ alimentado	% de conversión	Conc. de NaOH producida.
10	96-98	7.2 - 7.4
15	90-94	10.2 - 10.4
20	84-88	12.7 - 13.3
25	77-80	14.5 - 15.1
30	70-75	15.8 - 17.0
35	64-68	16.9 - 18.0

En el momento de contar con los equipos adecuados y manejar las condiciones de operación que se han establecido en este trabajo, se alcanzarán las conversiones esperadas. Hasta ahora se han alcanzado conversiones de 75% en la planta piloto, no obstante que se han manejado soluciones con concentraciones inferiores al 10% de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Aunada a esta ineficiencia de reacción está el problema de la separación de la sosa del precipitado. El análisis de la fase sólida, después de lavado, ha llegado a reportar hasta 12% en peso como  $\text{Na}_2\text{O}$ , respecto a los lodos secos, lo que representa el 20% del sodio total alimentado. La causa principal es la deficiencia que presenta el filtro prensa para lograr un buen lavado de este tipo de materiales. Se forman en el seno de las tortas de carbonato de calcio, ca-



nalizaciones por donde circula el agua de lavado, situación que no permite el contacto con la mayor parte del sólido -- contenido en el filtro prensa, aún cuando sean introducidas grandes cantidades de agua.

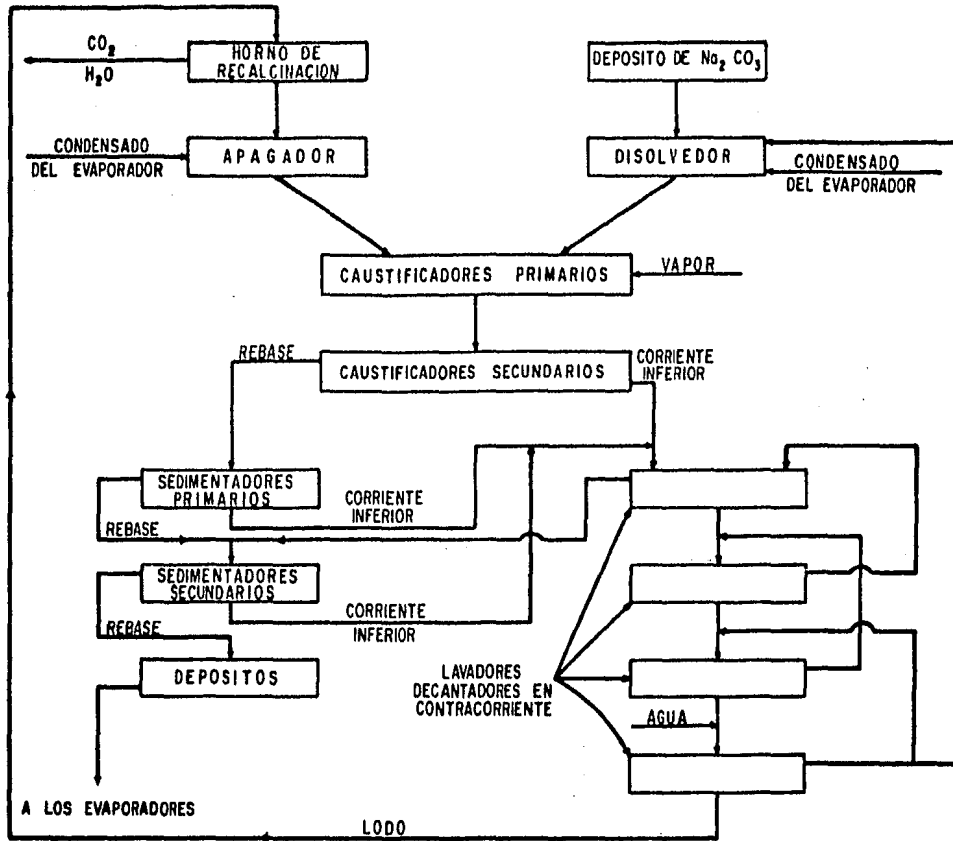
Para obtener principalmente mejores características de los lodos por recalcinar, en lo que se refiere a sus contenidos de sodio y mas alta recuperación alcalina, lo mas --- adecuado es la separación por filtración al vacío en combinación con un lavado a contracorriente. A continuación se presenta el digrama de flujo de este sistema que hace esta operación continúa.

En este tipo de proceso el carbonato de sodio se introduce con velocidad regulada exactamente, al mismo tiempo -- que se introduce la lechada de cal a un tanque de reacción o caustificador.

Se dispone de varios de estos tanques para dar tiempo suficiente para la reacción de la cal que entra en partículas mas pesadas.

De los caustificadores primarios que son agitados violentamente y calentados hasta cerca de 100°C para que se verifique un alto porcentaje de la reacción, toda la solución pasa a los caustificadores secundarios y decantadores preli

# DIAGRAMA DEL PROCESO DE CAUSTIFICACION



minares. Mediante una bomba de diafragma se introduce la suspensión en el sistema de lavado a contracorriente con agua en cantidades relativamente bajas, por una serie de vasos de decantación. El líquido de rebose del caustificador alimenta a los sedimentadores para finalmente llegar a evaporadores.

Los lodos que salen del último de los tanques se bombean directamente a la corriente de desechos o a los tanques de almacenamiento de material por calcinar, dependiendo de las condiciones del lodo. Por la necesidad de recalcinación, es necesario manejar lodos bajos en contenido de sodio; para lograr esto es adecuado colocar un filtro de vacío a la entrada del sistema de lavado para separar parte de la solución mas concentrada de sosa y manejar con los lodos solamente soluciones mas diluidas y lograr menor oclusión de sodio en lodos.

Para la operación de planta piloto, es necesario secar los lodos que habrán de recalcinarse y evitar las aglomeraciones de solidos en el calcinador, por las características propias de calcinación rotatoria horizontal. En otro tipo de hornos, verticales por ejemplo, el lodo cálcico, con humedad hasta de 60%, puede introducirse sin ningún problema

de aglomerados; en ellos el lodo es alimentado en la extremidad superior y pasado a través de un sistema de cadena, - esto es, eslabones de hierro, suspendidos en el interior -- del horno, a efecto de que recojan la papilla y la expongan a la acción secante de los gases calientes del quemador que ascienden por el tubo, de tal manera que existe una área -- grande entre la papilla y los gases que permite su secado.

Por la enorme importancia que tiene en la planta piloto - este proceso, ya que presenta la parte medular en la economía del procesamiento para la obtención de alúmina, al ser la sosa la materia prima principal en éste y su costo unitario es tan elevado como el producto a extraer, su recuperación es vital y el abatimiento de costos de la operación -- proporciona el factor decisivo de la proyección a planta industrial.

Existen una serie de factores que son recomendables -- considerar para obtener resultados óptimos que hagan que la extracción de alúmina, bajo las condiciones que se trabajan, sea económica.

Piedra caliza.- Este material representa uno de los - costos mas importantes si consideramos su extracción y aca-

rreo a la planta que es del orden de \$ 600.00 por tonelada, por esta razón es necesario aprovechar al máximo este material, logrando el mayor número de ciclos de recalcinaciones. Esta condición se cumple si se establece un control estricto en las operaciones involucradas: Control de calidad de la materia prima, separación total de sodio del precipitado y clasificación adecuada de las partículas.- Un buen control de calidad permitirá usar caliza con bajos contenidos de magnesio, sílice y fierro; contenidos altos ponen en peligro la utilidad del producto.

Una buena separación del sodio del carbonato de calcio producido durante la reacción con la solución  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , repercute de manera importante tanto por el hecho de mayor recuperación, como porque permite continuar reutilizando en calcinación el precipitado, que de lo contrario provoca un ataque fuerte al calcinador durante su operación. Lograr obtener un tamaño de partícula manejable en la calcinación, que no presente problemas operativos, es un renglón que se debe atender con cuidado porque el polveo representa pérdidas que pueden afectar gravemente la operación, además de los problemas inherentes que causa al personal operativo.

Calcinación.- En esta operación la parte crítica se encuentra en el combustible usado en la calcinación. Los -

combustibles adquieren diferencias en precio aún cuando por unidad contengan cantidades de energía aprovechable similares. La determinación del combustible a usar se hace en base a un análisis de costo, energía contenida y balance de contaminantes; de este análisis, la consideración más importante es en el aspecto de contaminantes, porque repercute directamente sobre los productos ( $\text{CaO}$  y  $\text{CO}_2$ ) que habrán de ser utilizados y que cualquier componente extraño causa problemas en el producto; si es a través del gas carbónico, a pesar de que existe la alternativa de usar filtros, no siempre se logra una máxima eficiencia y durante el burbujeo a la solución a hidrolizar aportaría de alguna manera, contaminación al producto; si es por medio del  $\text{CaO}$ , la solución regenerada se vería afectada de la misma manera y habría la posibilidad de contaminación en el producto de ciclos posteriores. Los combustibles más adecuados para la calcinación son: El gas natural y el diesel; para ninguno de estos dos materiales existe dificultad para su transportación dada la situación estratégica que representa la zona respecto a los energéticos. Hablar de costos en la operación de calcinación, que al igual que la extracción y acarreo de caliza, son la parte más importante, resulta un tanto arriesgado, porque arroja valores muy elevados por sí sola. Su evaluación real se podrá hacer en el momento que sea aprovechada -

toda la energía suministrada al calcinador y que bajo las -- condiciones actuales son desechadas. Su aprovechamiento consistiría en utilizar los gases de combustión de salida, que se encuentran a temperaturas elevadas, como medio de calentamiento de otras soluciones; la cal obtenida (1200°C aproximadamente) usarla para calentamiento de su propia solución reaccionante e intercambiar calor con otras soluciones inclusive; el cuerpo del calcinador proporcionarle el aislamiento necesario para evitar fugas a través de sus paredes, etc.

Separación de Sólidos.- La separación debe ser además de completa, utilizar la mínima cantidad de agua de lavado, para evitar así evaporaciones innecesarias. Para lograr esto, lo adecuado es la utilización del sistema propuesto de lavado a contracorriente que además de asegurar una buena separación, lo hace con cantidades pequeñas de agua de lavado.

Con los tres aspectos mencionados que se logren controlar se obtienen resultados satisfactorios desde el punto de vista económico.

## C O N C L U S I O N E S

El estudio experimentado presentado en este trabajo - se puede resumir en los siguiente puntos:

La regeneración alcalina parte de la solución mezcla de carbonato-bicarbonato de sodio obtenida de la precipitación de hidróxido de aluminio, bajo el proceso desarrollado por la Comisión Federal de Electricidad.

Se usa como base de la regeneración, el óxido de calcio, que es altamente reactivo con carbonato de sodio en la formación de hidróxido de sodio.

Para determinar las condiciones óptimas de reacción durante la regeneración, se investigaran a nivel laboratorio los siguientes parámetros: tiempo y temperatura de calcinación de la piedra caliza, temperatura, tiempo y relación molar óptimos para la reacción de la cal con la mezcla. Todos los valores obtenidos fueron base para el diseño de una planta piloto en el Estado de Chiapas para producción de alúmina.



versión completa y la reactividad necesaria con la solución carbonatada. En el aspecto de caustificación se encontró -- que las condiciones mas adecuadas para alcanzar una alta eficiencia de reacción se logran al mantener la mezcla reac--cionante a temperatura de 90°C durante dos horas, con agita--ción moderada. Bajo estas condiciones se obtuvieron en la--laboratorio eficiencias de conversión de 95% y al ser llevadas a planta piloto, la máxima eficiencia lograda fué de 75.

La razón de no haber alcanzado las eficiencias de --reacción esperadas en la planta piloto es por las limitantes que se tienen en los equipos con que se cuenta, que no lo---gran cumplir con los requerimientos especificados en las ---pruebas de Laboratorio. Entre las principales deficiencias de los equipos se pueden mencionar las siguientes: el calci--nador no logra mantener una temperatura homogénea en todo el cuerpo del mismo, teniendo diferencias hasta de 600°C desde el antefogón hasta la chimenea de salida de gases, razón por la que no es posible controlar este parámetro. El tanque --reactor no alcanza a poner en contacto todas las partículas de óxido de calcio con la solución, causando mínima reacción en algunas zonas del mismo; el lavado de los lodos cálcicos para separación de la solución de hidróxido de sodio regenerada es poco eficiente por realizarse en filtro prensa, que presenta el problema de la formación de canales en la torta durante el lavado, que evitan el contacto de las demás par--

partes del sólido.

La viabilidad económica del proceso de obtención de alúmina no podrá realizarse sin antes haber evaluado totalmente este aspecto tan importante que requiere de modificaciones en los equipos y un mejor aprovechamiento de la energía suministrada, durante la calcinación, en otras partes del proceso.

Debido a la suspensión de los trabajos de laboratorio y planta piloto por la Comisión Federal de Electricidad, este trabajo no concluyó, la optimización de los parámetros de proceso para lograr definirlos, será necesario contar con los equipos específicos para cada operación, que permitan obtener datos que sirvan de base para una evaluación económica; específicamente deberá atenderse la parte del caustificador que proporcione el tiempo de reacción obtenido en laboratorio, bajo las condiciones propicias para que se efectúe la conversión, además que la operación de separación cuente con el equipo adecuado propuesto en el capítulo V que consiste en la combinación de un lavado a contracorriente y filtración a vacío.

C A P I T U L O VI

A P E N D I C E

ANALISIS QUIMICO DE UNA MATERIA PRIMA

La muestra se seca a 100°C durante 24 Horas. Se tritura y muele hasta que pase la malla 100; después se cuartea y se guarda en frascos con su identificación.

PRIMERA MARCHA

SiO<sub>2</sub>            R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>            CaO            y            MgO

Se pesan 0.5 Gr. de muestra y se depositan en un crisol de platino, se adicionan aproximadamente 2 gr. de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> y se homogeneiza; se agrega una capa mas de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> a cubrir la mezcla anterior.

se pone en la mufla a 1000°C durante 30 minutos.

Se saca de la mufla y se deja enfriar. Se deposita en un vaso de 250 ml. y se agregan 50 ml. de agua destilada caliente y de 20 a 30 ml. de HCl concentrado ( o mas hasta que se ataque completamente el Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), se tapa con un vidrio de reloj y se coloca en la parrilla.

Sacar el crisol y lavarlo muy bien; el vaso de precipitado se pone en la parrilla y se lleva a sequedad total, es-

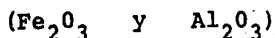
to es, hasta que no desprenda olor a ácido, (Si no es completa la sequedad, puede quedar  $\text{SiO}_2$  sin precipitar).

Enfriar y adicionar 50 ml. de Agua destilada caliente y 10 ml. de  $\text{HCl}$  1:1 (6 5ml. de  $\text{HCl}$  concentrado). Se calienta en la parrilla sin llegar al punto de ebullición (cuidando que no se proyecte), se retira de la parrilla y se filtra en caliente con papel W #41, lavando perfectamente el vaso - y el precipitado con suficiente agua caliente (volumen aproximado de 100 ml.)

La sílice queda como precipitado en el papel filtro, - el cual se calcina a  $950-1000^\circ\text{C}$  durante 30 minutos.

### C A L C U L O S

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{Peso del precipitado}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$



El filtrato obtenido después de separar la sílice, se calienta en parrilla, se adicionan una o dos gotas de rojo -

de metilo y una pastilla para filtrado rápido (no es indispensable solo que tarda mas en filtrar). Se precipita adicionándole  $\text{NH}_4\text{OH}$  1:1 Hasta que vire (de rojo a amarillo obscuro). Se deja en ebullición 5 minutos aproximadamente, se retira de la parrilla y reposa 3 minutos y se filtra en W # 41 recibiendo el filtrado en vaso de 500 ml.

Lavar el precipitado con una pequeña cantidad de nitrato de Amonio al 10%, y tres veces con agua caliente.

El precipitado se guarda.

Al filtrado se le adicionan 15 gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$  agitando constantemente.

Se pone en la parrilla sobre asbesto durante 3 minutos; si hay precipitado filtrar con papel W #41, lavar con poco nitrato de amonio y 3 veces con agua caliente. Este precipitado y el obtenido anteriormente se calcinan en el mismo crisol a  $950-1000^\circ\text{C}$  durante 30 minutos.

CALCULOS:

$$\% \text{R}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Peso del producto}}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

El filtrado obtenido se pone a ebullición y se le adicionan 1 gr. aproximadamente de oxalato de amonio, (no adicionarle el oxalato hasta que este en completa ebullición --

porque se puede proyectar), y se deja en la parrilla durante 15 minutos en ebullición. La solución debe estar un poco -- amoniacal (si hace falta agregarle unas gotas de amoniaco), - Sacar la parrilla y reposar 10'; filtrar con papel W 41. La var el vaso y el agitador con agua caliente. Se lava varias veces el precipitado.

En el mismo vaso que lavamos se le agrega 100 ml. de - agua caliente, mas 20 ml. de  $H_2SO_4$  1:1 y se pone en la pa-- rrilla; cuando la solución esté en ebullición, el precipita-- do que obtuvimos anteriormente se coloca dentro de la solu-- ción, se titula en caliente con permanganato de potasio has-- ta el vire rosa firme permanente.

CALCULOS:

$$\% \text{ CaO} = \text{ml. de KMnO}_4 \times \text{Factor de KMnO}_4$$

MgO

El filtrado obtenido se afora a 500 ml., se toma una - alicuota de 50 ml. y se diluye a 100 ml. con agua caliente - mas 2 pastillas indicadoras y se le agrega unas gotas de - -  $NH_4OH$  hasta el vire de color rojo.

Titular con E.D.T.A. hasta el vire de color verde.

CALCULOS:

$$\% \text{ MgO} = \text{ml E.D.T.A} \times \text{fracción} \times \text{Factor E.D.T.A.} \quad *$$

SEGUNDA MARCHA

Determinación de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y  $\text{SO}_3$

Se sigue el mismo procedimiento hasta la obtención  $\text{SiO}_2$  en la primera marcha.

El filtrado obtenido se lleva a un volúmen de 150 ml. con agua caliente, se coloca en la parrilla de ebullición y se le agrega 10 ml. de cloruro de bario al 10% y se deja --- 3 minutos mas en la parrilla, se saca y se deja reposar 5 minutos; filtrando con W # 42. Se lava perfectamente el vaso y el agitador con agua caliente.

El precipitado se lava varias veces con agua caliente, se calcina a  $950-1000^\circ\text{C}$  durante 30 minutos.

CALCULOS

$$\% \text{ SO}_3 = \frac{\text{Peso del producto} \times \text{PM de SO}_3}{\text{Peso de la muestra} \times \text{pm de BaSO}_4} \times 100$$

\* Estos factores aparecen en la sección de preparación de reactivos.



El filtrado obtenido se coloca en la parrilla a ebullición, el ion férrico se reduce a ferroso con una solución de cloruro estanoso hasta una coloración clara; se retira de la parrilla y se deja enfriar, se le agrega 10 ml. de cloruro - mercúrico saturada, mas 15 ml. de  $H_3PO_4$  1:1 y unas gotas de difenilamina; titular con dicromato de potasio hasta el vire de color lila.

CALCULOS:

$$\% Fe_2O_3 = \frac{\text{ml. de } K_2Cr_2O_7 \times F^{K_2Cr_2O_7}}{\text{gr de muestra}}$$

DETERMINACION DE ALCALIS

Pesar 0.25 gr. de muestra se coloca en un crisol de platino, se le agrega una gota de  $H_2SO_4$  CONC. más 10 a 15 ml de HF, se lleva a sequedad total (hasta la desaparición de humos blancos). Se enfria y se coloca en un vaso de p.p. de 450 se le agrega 50-100 ml. de agua caliente mas 10 ml. de HCl CONC. Se coloca en la parrilla hasta que se ataque toda la muestra, tapado con un vidrio de reloj se saca el crisol y se lava perfectamente al igual que el vidrio de reloj, y se deja en la parrilla durante una hora, se va agitando la muestra varias veces. Filtrar en caliente con W # 42, lavar perfectamente el vaso y el agitador. El precipitado se lava varias veces.

El filtrado se enfria y se le agrega 50 ml. de  $AgNO_3$  y se afora a 500 ml. con agua destilada, (si el precipitado está negro, se calcina en un crisol de platino y se vuelve a empezar desde el principio utilizando menos HF). Se toma una pequeña cantidad de filtrado y se lee en el fotómetro.

DETERMINACION DE CO<sub>3</sub> EN UNA CALIZA

Pesar 0.5 gr. de muestra colocarlos en un matraz erlenmeyer de 250 ml. adicionar 100 de HCl 0.1 N, se pone en la parrilla y se lleva a ebullición hasta la disolución completa de la muestra. Se lava perfectamente las paredes del matraz.

Adicionar 3 gotas de fenolftaleina. Titular con NaOH 0.1N hasta el vire de rosa palido.

CALCULOS:

$$\% \text{ CaCO}_3 = \frac{(\text{VHCl} - \text{VNaOH}) \cdot \text{NNaOH} \cdot \text{Meq CaCO}_3}{\text{Peso de la muestra}} \times 100$$

./.

PREPARACION DE REACTIVOS

CLORURO ESTANOSO:

Disolver 2 gr. de  $\text{SnCl}_2$  cristalizado en 10 veces su peso en una mezcla de tres partes de  $\text{H}_2\text{O}$  y una de  $\text{HCl}$  (densidad 1.18) agregar limadura de Sn libre de Fe y Hiérvese hasta que la solución esté clara. Consérvase la solución en -- frasco gotero que contenga Sn Metálico.

ACIDO FOSFORICO:

Agregúese lentamente y mientras se agita 150 ml. de  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (Densidad 1.7) y 150 ml. de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  CONC. a 500 ml. de  $\text{H}_2\text{O}$  y después dilúyase estas mezclas con  $\text{H}_2\text{O}$  hasta completar 1000 ml.

DIFENILAMINA:

Disolver 1 gr. de difenilamina en 100 ml.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  CONC.

TITULACION DEL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ :

Pesar 0.250 gr. de sulfato ferroso amoniacal, depositarlo en un vaso de 250 ml. + 100 ml.  $\text{H}_2\text{O}$  (CALIENTE). Se pone a calentar hasta la disolución del sulfato. Cuando está en ebullición se le agrega 2-3 gotas de  $\text{SnCl}_2$  se pone a en--

friar y se titula como en el fierro.

K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>:

Disolver 2.457 gr. de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> a aforar a 1 lt. con - -  
H<sub>2</sub>O

$$E_q = \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3}{2 \text{ Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} = \frac{159.7}{784.32} = 0.02036$$

$$E_q = 250 \times 0.02036 = 0.0509$$

$$F \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{E_q \times \text{Peso de sulfato ferroso amoniacal}}{\text{Vol. de K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$$

FOSFATO DIAMONICO (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>

Disolver 25 gr. de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub> en 100 ml. de H<sub>2</sub>O

NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>

Disolver 100 gr. de NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> en 800 ml. de H<sub>2</sub>O + 200 ml.  
de NH<sub>4</sub>OH (DENSIDAD)

VALORACION DEL PERMANGANATO USADO EN LA DETERMINACION DE CALCIO

1.- PREPARACION DE LA SOLUCION:

Se pesan a 5.636 gr. de  $\text{KMnO}_4$  se coloca en un vaso de precipitados de 1500 ml, se agrega un litro de agua, se cubre con un vidrio de reloj y se calienta la solución a ebullición, - se hierve suavemente durante 10-15 minutos y se deja enfriar toda una noche en frasco obscuro; se filtra mediante fibra - de vidrio o pelo de angel. Se recoge el filtrado en un recipiente que se ha lavado con mezcla sulfocrómica y luego, repetidas veces con agua destilada. El recipiente deberá ser obscuro.

2.- VALORACION DE PERMANGANATO CON OXALATO DE SODIO:

Se disuelven 0.75 gr. de  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  previamente secado a 105-110°C durante 2 horas; se pasa a un vaso de precipitados de 600 ml. se adicionan 200 ml. de agua y 10 ml. de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 se enfria a 25-30°C y se agita hasta disolución completa del oxalato; se inicia la titulación con solución de  $\text{KMnO}_4$  a una velocidad de 25-35 ml. por minuto hasta que el color rosa palido final empiece a permanecer mas tiempo; se calienta a -- 55-60°C hasta que el color persista por 30 segundos.

Deberá hacerse esta titulación por duplicado.

Si %CaO = ml. de  $\text{KMnO}_4$  \*Factor del  $\text{KMnO}_4$

$$\text{Factor } \text{KMnO}_4 = \frac{0.75 \text{ gr. Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 * \frac{\text{PM CaO}}{\text{PM Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} * 100}{\text{Vol. } \text{KMnO}_4 \text{ en titulación} \quad \text{Peso muestra}}$$

$$\text{Factor } \text{KMnO}_4 = \frac{0.75 * \frac{56.0794}{133.9997} * 100}{\text{Vol. } \text{KMnO}_4 \text{ en titulación} \quad \text{x peso muestra}}$$

$$\text{Factor } \text{KMnO}_4 = \frac{62.7755}{\text{Vol. } \text{KMnO}_4 \text{ en titulación}}$$

FENOLFTALEINA:

Disolver 1 gr. de fenolftaleina en 100 ml. de alcohol etílico absoluto y neutralice con solución de NaOH en alcohol etílico absoluto.

Hg Cl:

Disolver 5 gr. de  $\text{HgCl}$  en 500 ml. de  $\text{H}_2\text{O}$

CLORURO DE BARIO:

Disolver 20 gr. de cloruro de bario en 180 ml. de agua  
destilada.

./././.



DETERMINACION DE  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ,  $\text{NaHCO}_3$  y  $\text{NaOH}$ .

En una solución, la alcalinidad puede estar dada por: mezcla de carbonato y bicarbonato, mezcla de carbonato y sosa o la solución de cada uno de ellos.

Si en el análisis volúmetrico consideramos como  $V_1$  al volúmen de ácido de normalidad conocida necesario para causar el vire de color de la solución en presencia de fenolftaleina y como  $V_2$  al volúmen total para causar el vire en presencia de anaranjado de metilo desde el principio de la titulación, la siguiente tabla nos sirve de guía para determinar los componentes que se encuentran en la solución en base a un análisis comparativo de estos volúmenes.

DETERMINACION VOLUMETRICO DE COMPONENTES

COMPARATIVOS DE VOLUMENES	CALCULO DE CARBONATOS	CALCULO DE BICARBONATOS	CALCULO DE HIDROXIDO.
$V_1 = 0$	---	$V_2$	---
$V_1 < 1/2 V_2$	$2 V_1$	$V_2 - 2 V_1$	---
$V_1 = 1/2 V_2$	$2 V_1$	---	---
$V_1 > 1/2 V_2$	$2(V_2 - V_1)$	---	$2V_1 - V_2$
$V_1 = V_2$	---	---	$V_1$

ANALISIS EN LA SOLUCION ALIMENTADA.

Se toma un volumen conocido (2 a 5 ml ) y se diluye con agua destilada libre de  $\text{CO}_2$  hasta aproximadamente 100 ml, se adicionan 2 gotas de fenolftaleina y se inicia la titulación, con  $\text{HCl}$  0.01 N midiendo el volumen utilizado para lograr el vire ( $V_1$ ), se adicionan entonces anaranjado de metilo como indicador y se continua titulando hasta alcanzar el vire de este indicador, se mide el volumen total ( $V_2$ ). Se realizan los cálculos necesarios de acuerdo a la tabla anterior.

Cálculos: cuando  $V_1 < 1/2 V_2$

Conc.  $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 2V_1 \times N_{\text{HCl}} \times 0.053/\text{vol. de muestra}$

Conc.  $\text{NaHCO}_3 = (V_2 - 2V_1) N_{\text{HCl}} \times 0.084/\text{vol de muestra}$

EN EL PRECIPITADO DESPUES DE LA REACCION.

El precipitado después de haberlo secado, se toma una cantidad conocida (un gramo) y se procede a su lavado adicionando 100 ml. de agua caliente, se agita vigorosamente durante cinco minutos y se filtra. En la solución se van los compuestos solubles y el precipitado lo forma en su mayoría el  $\text{CaCO}_3$  que se formó de la reacción. La determinación en la solución resultante se hace de la misma manera que la antes descrita, midiendo previamente el volumen de solución obtenido para su referencia.

B I B L I O G R A F I A

- Parey and Chilton. Chemical Engineers Hand book. Fifth Ed. Mc. Graw - Hill
- Orozco, D. Fernando. Análisis Químico cuantitativo. Ed. Porrúa. México 1925
- Benson, Sidney W. Cálculos Químicos. Ed. - Limusa. México 1974.
- J.N. Butler. Cálculos de pH y de solubilidad. Fondo Educativo Interamericano S.A. Colombia 1968.
- Foust, S. Alan. Principios de operaciones Unitarias. Ed. - - CECSA. México 1975.
- Strobel, Howard A. Instrumentación Química. Ed. Limusa México 1974.
- Pecsok, Robert L. Modern Methods of chemical analysis. Wiley N. York. 1968
- Conley, Robert F. Reportes de trabajo No. 5,6,7,8,9 sobre -- alúmina.
- Mineral and resource Technology
- Nacional Financiera. Situación de la Industria del aluminio en México 1972.
- Vilbrandt F.C. Chemical Engineerign Plant design.
- Brown, George. Operaciones Básicas de Ingeniería Química. J.Willey N.Y. 1965
- Clarke Loyal. Manual for Process Engineering Calculations.
- Rase, Howard F. Ingeniería de Proyecto para Plantas de Proceso. 1979.