

2 Ej. 2015



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

LIXIVIACION A PRESION DE CAOLINES

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A

ROBERTO AUGUSTO MORALES MEDINA

MEXICO, D. F.

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

	<u>PAGINA</u>
I. <u>INTRODUCCION</u>	1
II. <u>ASPECTOS TEORICOS</u>	6
II. 1 Origen de las arcillas	7
II. 2 Clasificación	7
II. 2.1 Grupo del caolín	7
II. 2.2 Grupo montmorillonítico	7
II. 2.3 Grupo hidromica	7
II. 3 Estructura	8
II. 3.1 Minerales del caolín	8
II. 3.2 Caolinita	9
III. <u>EXPERIMENTAL</u>	14
III. 1 Análisis químico	15
III. 2 Composición mineralógica	16
III. 3 Análisis térmico del material	17
III. 4 Análisis termogravimétrico del material	18
III. 5 Lixiviación	19
III. 5.1 Cantidad de muestra utilizada	20
III. 5.2 Cantidad de ácido utilizado .	20
III. 5.3 Temperatura de lixiviación . .	20
III. 5.4 Tiempo de lixiviación	20
III. 6 Técnicas analíticas en el análisis de los licores	20
III. 6.2 Determinación de Al_2O_3	22

IV. <u>RESULTADOS EXPERIMENTALES</u>	30
IV. 1 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $69^\circ C$	31
IV. 2 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $80^\circ C$	31
IV. 3 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $93^\circ C$	32
IV. 4 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $102^\circ C$	32
IV. 5 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $105^\circ C$	32
IV. 6 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $110^\circ C$	32
IV. 7 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $115^\circ C$	33
IV. 8 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de $120^\circ C$	33
IV. 9 Extracción del Fe_2O_3 a diferentes tiempos de lixiviación	33
IV. 10 Extracción del Al_2O_3 a diferentes tiempos de lixiviación	33
V. <u>RESUMEN Y CONCLUSIONES</u>	46
V. 1 Efecto de la temperatura de lixiviación	47
V. 2 Efecto del tiempo de lixiviación	47
V. 3 Conclusiones	48
VI. <u>BIBLIOGRAFIA</u>	49

I. INTRODUCCION

Cada vez se hace más importante tener tecnología propia, uno de los motivos, es el de tener desarrollo propio y otro el económico. Por lo tanto estas dos razones son suficientes para orientar la investigación hacia el desarrollo de programas de investigación, que eventualmente crean procesos que permiten elaborar productos que son más difíciles de importar.

Uno de los procesos a desarrollar, es el de obtención de alúmina a partir de minerales no bauxíticos, que se encuentran en una buena proporción dentro de nuestros recursos naturales, ya que para obtener la alúmina es necesario importar bauxita, y el precio de importación de este mineral es cada vez más alto.

En los últimos tres años según datos del Instituto del Aluminio, A.C., la fabricación del lingote nacional de fusión primaria ha disminuido, aunque se continúa importando este metal.

En 1980 fue de 42,149 tons., en 1981 fue de 40,749 tons., y en 1982 fue de 32,263 tons., ó sea que de 1980 a 1982 disminuyó la producción nacional en un 23.46%. Se desconocen los motivos de esta disminución.

En cambio la importación de aluminio en 1982 fue de - - - 13,777.8 tons., que tuvo una erogación para la industria de 17,869,111 dólares, lo mismo sucedió en la importación del óxido de aluminio que fue de 90,011.5 tons., que tuvieron una erogación de 26,970,807 dólares (Tabla No. 1). Todos estos datos muestran la necesidad de producir la

alúmina para satisfacer la demanda nacional y de esta forma reducir las erogaciones tan fuertes que se hacen al importar esta materia prima. Y ésto solamente se puede lograr explotando los recursos minerales aluminíferos que hay en el país.

Desde años atrás existen procesos de obtención de alúmina a partir de minerales no bauxíticos, por ejemplo, las de las compañías:

Pechiney - Kuhlmann (Francia) y Aluminum Co. of Canada, una subsidiaria de Alcan - Aluminio, las cuales tienen invertidos alrededor de 25 millones de dólares en una planta piloto cerca de Marsella (Procesos H^+).

La prueba Francesa se conoce con el nombre de "Proceso H^+ ", esta planta debió arrancar a mediados del año de 1976 con una capacidad inicial de 20 toneladas por día de producto de alúmina.

En este proceso se utiliza la lixiviación a presión sin cal cinación previa con ácido sulfúrico, siendo el sulfato de aluminio producido, posteriormente convertido y purificado a cloruro.

La utilización de arcillas y otros minerales como materia prima para la obtención de alúmina, está siendo investigada en el Depto. de Ingeniería Química Metalúrgica, Facultad de Química, U.N.A.M. En base a evaluaciones de yacimientos potenciales realizados por organismos oficiales, se decidió utilizar arcillas provenientes de los estados de Hidalgo y Veracruz.

En la lixiviación se estudia entre otros parámetros, la tem

peratura y el tiempo de lixiviación. El intervalo estudiado es de 69°c, a 120° c, como son temperaturas mayores que el punto de ebullición del ácido utilizado para la digestión, es necesario aumentar la presión para evitar la vaporización del ácido. Las bombas de lixiviación ácida usadas en este trabajo nos evitan la vaporización del ácido, debido a que por dentro contienen un recipiente de teflón en el cual se coloca la muestra con el ácido y se cierran a presión.

PRODUCCION NACIONAL DE ALUMINIO E IMPORTACION
DE ALUMINIO Y OXIDO DE ALUMINIO

LINGOTE PRIMERA
FUSION

	DICIEMBRE 1982		DICIEMBRE 1981		DICIEMBRE 1980	
	MES	ACUMULADO	MES	ACUMULADO	MES	ACUMULADO
PARA EXTRUSION	890	10,206	899	14,651	1,336	15,629
PARA LAMINACION	194	8,177	1,070	12,977	792	12,245
PARA FUNDICION	2,275	13,880	871	13,101	1,419	14,275
T O T A L E S	3,359	32,263	2,840	40,749	3,547	42,149

INSTITUTO DEL ALUMINIO, A.C.
COMITE DE ESTADISTICAS
ESTADISTICAS DE FACTURACION MENSUAL
Y ACUMULADA DEL AÑO COMPARADAS
CON LOS MISMOS PERIODOS DEL MES DE
DICIEMBRE

FRACCION	DICIEMBRE 1982			TOTAL EN 1982		
	CANTIDAD (EN KGS.)	VALOR (EN DOLARES)	VARIACION	CANTIDAD (EN KGS.)	VALOR (EN DOLARES)	VARIACION
ALUMINIO	545,558	683,387	1.25	13,777,871	17,869,111	1.30
Al ₂ O ₃	12,854,492	4,752,174	0.37	90,011,530	26,970,807	0.30

BANCO DE MEXICO
IMPORTACION DE:
ALUMINIO (EN BRUTO) Y
OXIDO DE ALUMINIO

TABLA NO. I

II. ASPECTOS TEORICOS

II. 1 Origen de las arcillas

Las arcillas caoliníticas son el resultado de la descomposición de minerales aluminosos especialmente el feldespato de rocas graníticas, que al sufrir alteraciones ya sea de origen hidrotermal o meteórico, dan lugar a los caolines.

Una vez efectuada la alteración de la roca y debido a fenómenos meteóricos, los productos son erosionados para ser arrastrados y depositados, formando así compuestos de pureza variable.

La arcilla resultante permanece en inmensas capas de caolín generalmente más o menos mezcladas con cuarzo libre y además otras impurezas que forman parte de los constituyentes originales de la roca.

II. 2 Clasificación

Mineralógicamente las arcillas se clasifican en tres grupos:

II. 2.1 Grupo del caolín.-

Ejems.: caolinita, dickita, nacrita, nauxita, hallosita y alofana.

II. 2.2 Grupo montmorillonítico.-

Ejems.: montmorillonita, beidelita, montronita, saponita, sauconita y hectorita.

II. 2.3 Grupo hidromica.-

Ejems.: gravasita, bentonita, ordovisiana e.ilita.

II. 3 Estructura

II. 3.1 Minerales del caolín

La estructura de los minerales del caolín está basada en una unidad fundamental llamada capa de caolinita, la cual está constituida esencialmente por dos unidades estructurales. La primera unidad está formada por dos capas de átomos de oxígeno o hidróxilos en los cuales los átomos de aluminio, fierro o magnesio, están fijos en coordinación octaedral, de tal manera que equidistan de los seis oxígenos o hidróxilos (Figura No. II. 3.1).

Cuando el aluminio está presente, solamente dos terceras partes de las posiciones posibles se encuentran para balancear la estructura, la cual es una estructura de gibsitita, y tiene la fórmula de: $Al_2(OH)_6$.

Cuando el magnesio está presente, todas las posiciones se encuentran balanceando la estructura, la cual es de la brucita y tiene la fórmula $Mg_3(OH)_6$.

La distancia común entre oxígeno y oxígeno es de 2.60 Å, y la distancia común entre hidróxilo e hidróxilo es de 2.94 Å, el espacio disponible para el átomo en la coordinación octaédrica es aproximadamente de 0.61 Å.

La dimensión de la unidad es de 5.05 Å en las estructuras de estas arcillas.

La segunda unidad está constituida por tetraedros de silicio. En cada tetraedro un átomo de silicio equidista de cuatro oxígenos o hidróxilos necesarios para balancear la estructura, y arreglados en forma de tetraedros con el átomo de silicio en el centro.

Los grupos de tetraedros de silicio están acomodados en forma de red hexagonal, la cual es repetida indefinidamente hasta formar una lámina de composición $\text{Si}_4\text{O}_6(\text{OH})_4$ (Figura No. II.3.2).

Los tetraedros están arreglados de tal forma que todos los puntos de ellos se encuentran en la misma dirección y las bases de todos los tetraedros se encuentran en el mismo plano.

II. 3.2 Caolinita

Esta estructura está compuesta por una lámina tetraedral de silicio y una lámina octaedral de alúmina combinadas entre sí en una unidad, de tal manera que las puntas de los tetraedros de sílice y una de las capas de la lámina octaedral forman una capa común (Figura No. II.3.3).

Todos los puntos de los tetraedros de sílice señalan en la misma dirección y hacia el centro de la unidad hecha por la sílice y las láminas octaedrales.

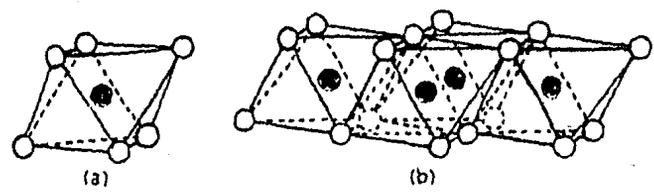
En la capa simple para los grupos octaedral y tetraedral, dos terceras partes de los átomos son compartidos por el silicio y el aluminio, para convertirse en oxígenos en vez de hidróxilos.

Solo dos terceras partes de las posiciones posibles para el aluminio en la lámina octaedral son llenados y hay tres planos posibles de ocupación regular de la capa octaedral con aluminios.

Los dos aluminios están separados por un hidróxilo arriba y uno abajo haciendo una distribución hexagonal en un solo plano en el centro de la lámina octaedral.

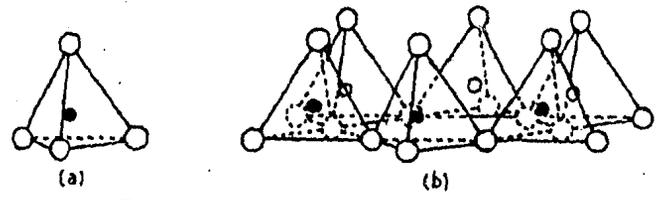
Los grupos hidróxilos están colocados de tal forma, que cada hidróxilo está directamente por debajo de la perforación de la red hexagonal de oxígenos en la lámina tetra--
edral.

ESTRUCTURA DE MINERAL TIPO CAOLIN



○ y ○ = Hidróxilos ● = Aluminios, Magnesios, etc.

DIAGRAMA QUE MUESTRA: (a) Unidad octaédrica simple y
(b) Estructura planar de las unidades octaédricas



○ y ○ = Oxígenos ○ y ● = Silicios

DIAGRAMA QUE MUESTRA: (a) tetraedro simple de sílice y
(b) Estructura planar de los tetraedros de sílice arreglados
en forma de red hexagonal.

FIGURA Nº II.3.1

ESTRUCTURA DE MINERAL TIPO CAOLIN

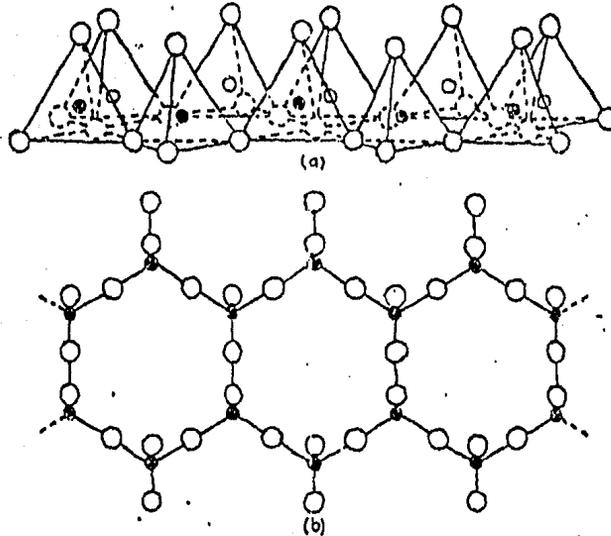


DIAGRAMA QUE MUESTRA LA DOBLE CADENA DE TETRAEDROS DE SILICIO COMO OCURRE EN EL TIPO DE MINERALES ARCILLOSOS (a) EN PERSPECTIVA (b) PROYECTADAS EN EL PLANO DE LA BASE DE LOS TETRAEDROS.

FIGURA N° II.3.2

ESTRUCTURA DE LA CAOLINITA

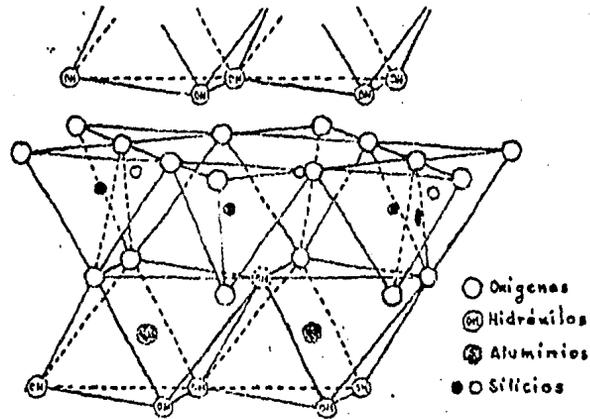


DIAGRAMA QUE MUESTRA LA ESTRUCTURA DE LA
CAPA DE CAOLINITA SEGUN GRUNER (1932)

FIGURA N° II.3.3

III. EXPERIMENTAL

CARACTERIZACION DE LA MATERIA PRIMAIII. 1. Análisis químico

Los caolines son silicatos de aluminio hidratados, cuya composición aproximada es: $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, aunque ya se vió que existe una gran variedad de arcillas caoliníticas, solamente las del tipo caolín contienen suficiente alúmina para su extracción, la composición teórica de una arcilla típica es: 36-39% de Al_2O_3 ; 44-46% de SiO_2 ; 0.1% de TiO_2 ; 1-2% Fe_2O_3 y 12-14% de agua combinada (6).

La composición química de la muestra de arcilla utilizada en este trabajo se da en la Tabla No. III.1.

ANALISIS QUIMICO DEL MATERIAL	
FORMULA	PORCIENTO
SiO_2	55.02
Al_2O_3	31.87
Fe_2O_3	0.42
CaO	0.22
MgO	0.31
Pérdidas por calcínación	<u>12.14</u>
T O T A L	99.98 =====

TABLA NO. III. 1

Tomando en cuenta el análisis de la muestra y comparándolo con la composición teórica antes señalada, el contenido de óxido de aluminio difiere en un 4.13% del mínimo requerido por la fórmula, pero esta diferencia se compensa con el contenido del óxido de fierro que en este caso es menor en un 0.58% y; ésto tiene importancia ya que el contenido de este óxido siempre ofrece mayor dificultad para su extracción.

III. 2 Composición mineralógica

En la tabla No. III.2.1, se muestra la composición mineralógica de la arcilla utilizada, en ella se observa que además de la arcilla caolinítica también contiene alunita aunque en un porcentaje bajo.

COMPOSICION MINERALOGICA DEL MATERIAL

MINERAL	PORCIENTO
CAOLINITA	73.93
ALUNITA	13.38
OTROS	<u>4.03</u>
T O T A L	91.34. =====

TABLA NO. III.2.1

Cabe señalar en este punto que la alunita es un mineral que contiene un cierto porcentaje del óxido de aluminio (36.92%), la composición teórica se da en la tabla - - - No. III.2.2

COMPOSICION TEORICA DE LA ALUNITA	
FORMULA	PORCIENTO
SO ₃	38.66
Al ₂ O ₃	36.92
K ₂ O	11.37
H ₂ O	<u>13.05</u>
TOTAL	100.00 =====

TABLA NO. III.2.2

III. 3 Análisis térmico del material

El método de análisis térmico diferencial determina, por medio de aparatos adecuados, la temperatura a la cual las reacciones químicas tienen lugar en un material cuando éste, es calentado continuamente a una temperatura elevada, así como también la intensidad y el carácter general de tales reacciones. En el caso de los minerales arcillosos, el análisis térmico diferencial muestra las características de las reacciones endotérmicas debidas a la deshidratación y a la pérdida de la estructura cristalina, y de las reacciones exotérmicas debidas a la formación de nuevas fases.

Los resultados del análisis térmico diferencial se grafican en forma de una curva continua en la cual el cambio de temperatura del material se traza contra las temperaturas del horno, en donde las reacciones endotérmicas convencionalmente muestran desviaciones hacia abajo y las reacciones exotérmicas muestran desviaciones hacia arriba desde una línea horizontal como base, el análisis térmico diferencial de la muestra está dado en la Gráfica No. III.3:1. En la Gráfica No. III.3.1, el material se deshidrata desde los 48°C hasta los 430°C, posteriormente a los 541°C pierde agua estructural, finalmente a los 974°C hasta los 1001°C existe un máximo, y termina hasta aproximadamente los 1384°C donde se verifica un cambio de fase. Las condiciones del análisis fueron en atmósfera de aire y a una velocidad de calentamiento de 20°C/minuto.

III. 4 Análisis termogravimétrico del material

La técnica de la termogravimetría se lleva a cabo en un aparato conocido como termobalanza, en él se puede detectar y registrar los cambios de peso que presente una sustancia al ser calentada o enfriada, como una función de la temperatura o el tiempo.

Los resultados de esta técnica se reportan en forma gráfica y las curvas obtenidas son conocidas como termogramas. El análisis termogravimétrico del material se observa en la Gráfica No. III.4 en donde se puede observar que a la temperatura de 100°C, el material empieza a deshidratarse hasta los 400°C, enseguida a una temperatura de 756°C sufre una descomposición en peso de 2.59 mg, que correspon-

den a la pérdida de agua estructural, inmediatamente es estable hasta un poco más arriba de los 1000°C. Estas pérdidas en peso se verifican primero a una velocidad de - - - 0.09 mg/min., y la siguiente a una velocidad de - - - - - 0.430 mg/min.

III. 5 Lixiviación

Los procesos de extracción de alúmina, a partir de materiales de silicatos de aluminio pueden clasificarse como ácidos y alcalinos, los procesos alcalinos no están considerados prácticos para materiales con alto contenido de sílice, debido a que la disolución de la sílice durante la lixiviación impurifica la alúmina obtenida.

En los experimentos de la lixiviación se utilizó ácido clorhídrico al 26%, esto fue debido a que estudios previos han reportado que es la concentración más adecuada (6).

En este caso los parámetros investigados fueron el tiempo y la temperatura de lixiviación.

La lixiviación del material se efectuó en una bomba a presión (Bomba de lixiviación) calentada en un baño termostático de aceite mineral.

Para determinar la temperatura de lixiviación, se tomaron inicialmente varias lecturas de la temperatura del baño y del vaso de teflón el cual forma parte de la bomba de lixiviación.

Estos datos registraron una línea recta de temperatura, en donde por cada aumento de 5°C de temperatura del baño, el aumento de temperatura de la bomba es de 3°C.

Estos datos demuestran la tendencia de la línea recta, y

por medio de la ecuación de ésta, se calculó correctamente la temperatura de lixiviación del material (Tabla No. III.5).

III.5.1 Cantidad de muestra utilizada

En todas las corridas se utilizó una muestra de 1 gramo, debido a la pequeña capacidad del equipo utilizado.

III.5.2 Cantidad de ácido utilizado

Por las mismas razones expuestas anteriormente, la cantidad de ácido utilizado fue de 10 ml.

III.5.3 Temperatura de lixiviación

Uno de los parámetros a estudiar fue la temperatura de lixiviación. Una razón es ver la influencia que ésta tendrá en la recuperación del óxido de aluminio así como también del óxido de fierro, y ésto solo se puede lograr teniendo temperaturas arriba del punto de ebullición del ácido utilizado, motivo es el de ver el efecto que tendrá la temperatura en material sin previa calcinación, debido a tales causas se aplicaron las siguientes temperaturas: 69°C, 80°C, 93°C, 102°C, 105°C, 110°C, 115°C y 120°C.

III.5.4 Tiempo de lixiviación

El tiempo de lixiviación se estudió en períodos de tiempo variables, ésto con el fin de determinar el tiempo óptimo para mayor extracción de los óxidos. Estos tiempos junto con las temperaturas se muestran en la Tabla III.5.4.

III. 6 Técnicas analíticas utilizadas en el análisis de los licores

Las técnicas utilizadas fueron: para el óxido férrico, la técnica de absorción atómica, ya que el contenido de éste

en el material (0.42%), es muy bajo y por medio de esta técnica se pueden detectar cantidades muy pequeñas. En cambio para el óxido de aluminio, la técnica utilizada fue el análisis por gravimetría, ya que la cantidad presente en el material (31.87%) hace posible emplear este tipo de análisis.

El óxido férrico se determinó, primeramente como Fe como anteriormente se señaló, el método utilizado fue el de absorción atómica, preparando inicialmente la disolución patrón de fierro (1000 ppm), a partir de ésta se tomaron disoluciones de: 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 80 y 100 ppm de Fe para el ajuste de los problemas.

El aparato utilizado es un espectrofotómetro de absorción atómica marca "Techtron", las condiciones de trabajo fueron las siguientes:

a) Longitud de onda = 2483 Å

b) Sensibilidad: $m_a = 8$

Ajuste grueso = posición 10

c) Presión de aire = 20 lb/in²

d) Presión del acetileno = 4 lb/in²

e) Fuente = lámpara de cátodo hueco

Posteriormente en la flama acetileno - aire, se introdujeron los licores problemas leyendo en absorbancia e introduciendo estos datos en la gráfica contra concentración obtenida anteriormente de las disoluciones, se calcularon las concentraciones (Figura III, 6.1), y por medio del factor $Fe_2O_3/2Fe$, se calculó la concentración como Fe_2O_3 y de éstos a mg. de Fe_2O_3 (Tabla No. III. 6.1).

III. 6.2 Determinación de Al_2O_3

El óxido de aluminio se determinó gravimétricamente precipitando los óxidos presentes en la muestra como R_2O_3 y por diferencia se determinó el óxido de aluminio.

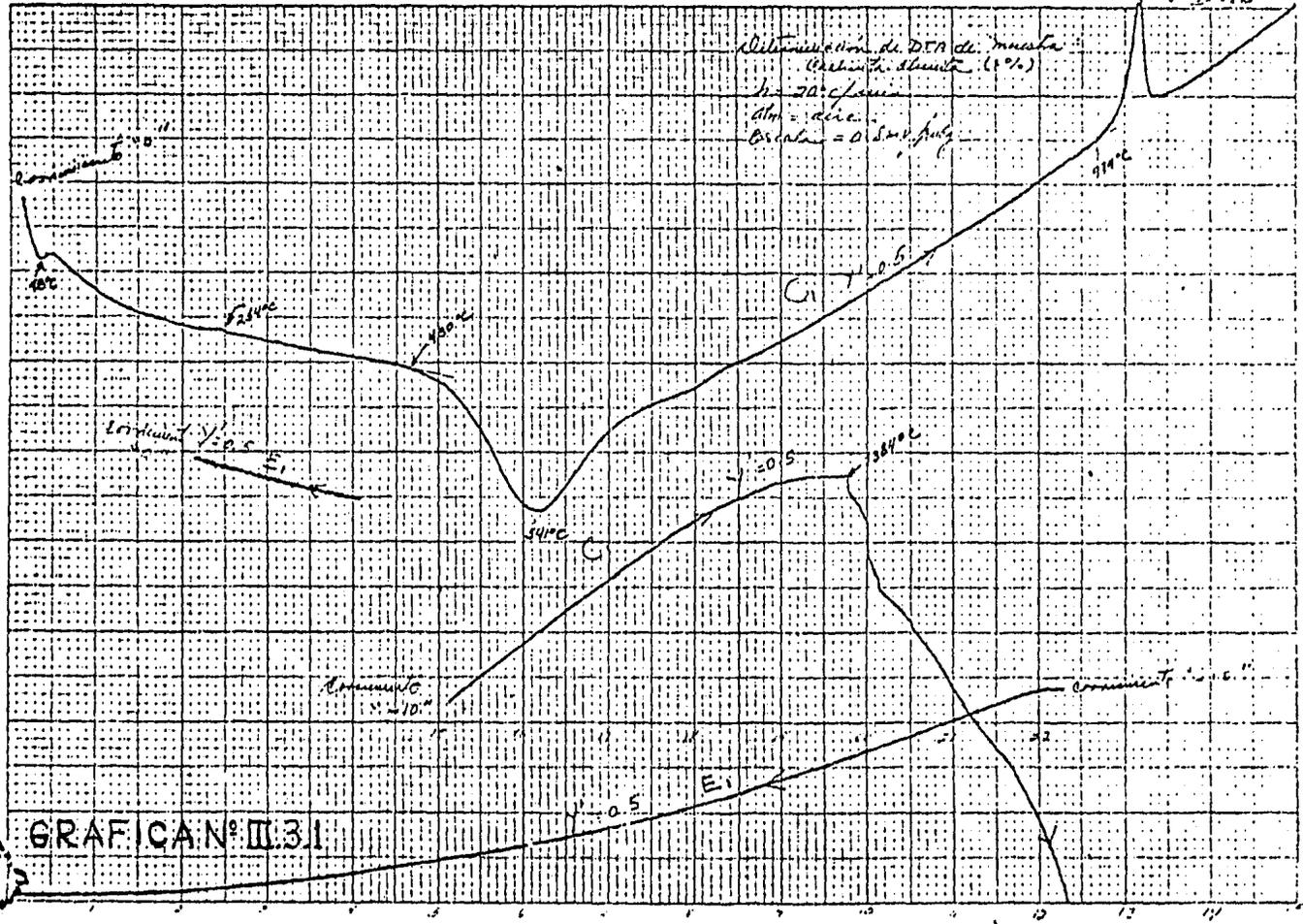
La marcha analítica fue la siguiente: se tomó una alicuota de 50 ml, la cual se calentó en baño maría poniendo una gota de rojo de metilo como indicador y agregando gota a gota hidróxido de amonio hasta el vire rojo-amarillo (Precipitación del R_2O_3), se filtró el precipitado, se lavó con solución caliente de cloruro de amonio al 2%, se calcinó en crisoles de porcelana (Previamente puestos a peso constante) durante 15 minutos a $900^\circ C$, se dejaron enfriar en desecador y se pesaron.

Los resultados están en la Tabla No. III.6.2 (Las primeras nueve muestras fueron determinadas directamente como Al_2O_3 por colorimetría).

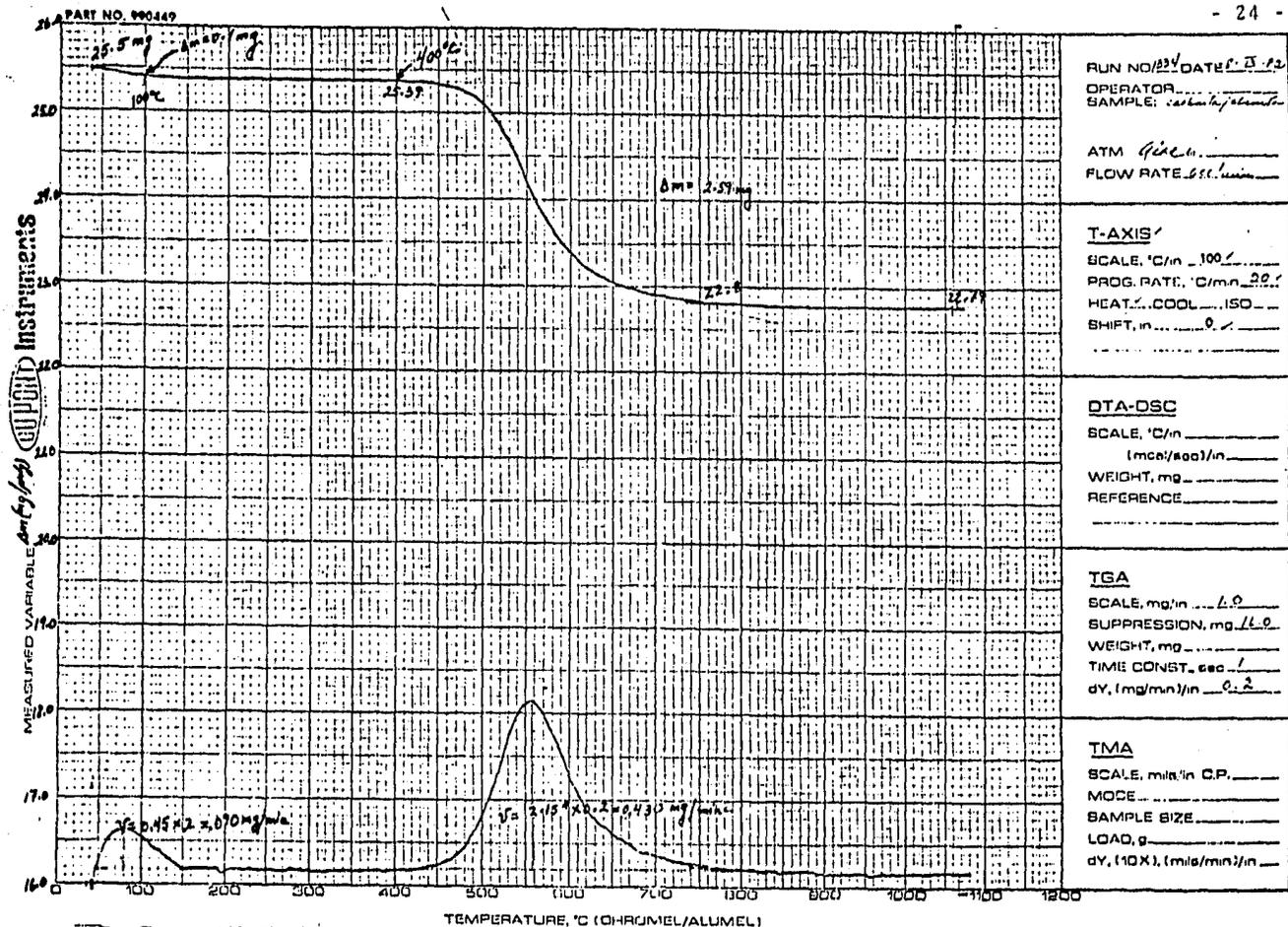
no. 1933

8.17.52

Determinazione di DEA di musca
 (Cibinia decisa (1%))
 $\lambda = 70^\circ \text{C}/\text{min}$
 $d_{\text{col}} = 1 \text{ mm}$
 $\text{Ciclaton} = 0.5 \text{ mg}$



GRAF CAN° II.31



RUN NO. 024 DATE 8.25.82
OPERATOR _____
SAMPLE: castanholite

ATM gla
FLOW RATE 6cc/min

T-AXIS
SCALE: °C/in 100
PROG. RATE: °C/min 20
HEAT... COOL... ISO...
SHIFT... in... 0

DTA-DSC
SCALE: °C/in _____
(mcal/sec)/in _____
WEIGHT, mg _____
REFERENCE _____

TGA
SCALE, mg/in 4.0
SUPPRESSION, mg 16.0
WEIGHT, mg _____
TIME CONST., sec. / _____
dy, (mg/min)/in 0.2

TMA
SCALE, min./in C.P. _____
MODE _____
SAMPLE SIZE _____
LOAD, g _____
dy, (10X), (mil/min)/in _____

GRAFICA N° III.4

CALCULO DE LA TEMPERATURA
EN LAS BOMBAS

DATOS EXPERIMENTALES

TEMPERATURA DE LA BOMBA (X)	TEMPERATURA DEL BAÑO (Y)
62°C	70°C
65°C	75°C
68°C	80°C
71°C	85°C
74°C	90°C
77°C	95°C
80°C	100°C

DATOS CALCULADOS

TEMPERATURA DE LA BOMBA (X)	TEMPERATURA DEL BAÑO (Y)
69°C	81.6°C
80°C	100.0°C
93°C	121.6°C
102°C	136.6°C
105°C	141.6°C
110°C	150.0°C
115°C	158.3°C
120°C	166.6°C

$$\text{ECUACION: } Y - Y_1 = m (X - X_1)$$

$$\text{PENDIENTE: } m = \frac{Y_1 - Y_2}{X_1 - X_2}$$

EJEM.: Para obtener la temperatura correcta de la bomba (80°C), es necesario ajustar la temperatura del baño por medio de la ecuación:

$$Y - 70^\circ\text{C} = \frac{5}{3} (80^\circ\text{C} - 62^\circ\text{C})$$

$$Y = 100^\circ\text{C}$$

TABLA NO. III.5

TEMPERATURAS Y TIEMPOS DE LIXIVIACION

TEMPERATURA DE LIXIVIACION (°c)	MUESTRA NO.	TIEMPO DE LIXIVIACION (MINUTOS)
T=69	1	15
	2	30
	3	45
	4	60
T=80	5	15
	6	30
	7	45
	8	60
	9	75
T=93	10	15
	11	30
	12	60
T=102	13	15
	14	30
	15	45
	16	60
	17	75

TEMPERATURA DE LIXIVIACION (°c)	MUESTRA NO.	TIEMPO DE LIXIVIACION (MINUTOS)
T=105	18	15
	19	30
	20	45
	21	60
	22	75
T=110	23	15
	24	30
	25	45
	26	60
	27	75
T=115	28	15
	29	30
	30	45
	31	60
	32	75
T=120	33	15
	34	30
	35	45
	36	60
	37	75

TABLA NO. III,5.4

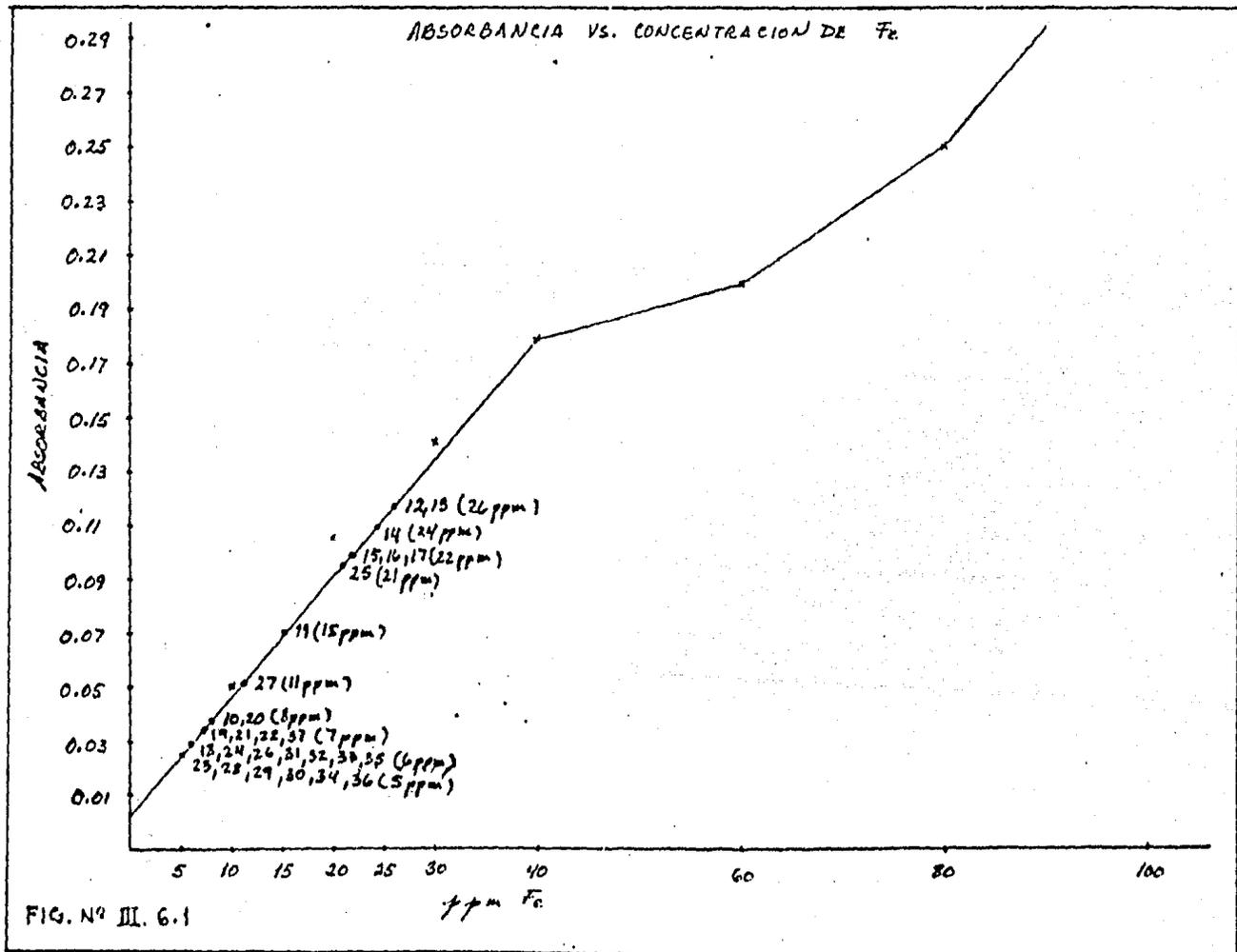


FIG. N° III. 6.1

ppm Fe

CONCENTRACION DE Fe Y Fe₂O₃ EN CADA MUESTRA

TEMP. (°c)	FRASCO NO.	ppm Fe	FACTOR Fe ₂ O ₃ /2Fe	ppm Fe ₂ O ₃	mg Fe ₂ O ₃ en 100 ml	TEMP. (°c)	FRASCO NO.	ppm Fe	FACTOR Fe ₂ O ₃ /2Fe	ppm Fe ₂ O ₃	mg Fe ₂ O ₃ en 100 ml
T=69	1			16	1.6	T=105	18	6	1.4294	8.57	0.857
	2			10	1.0		19	7	1.4294	10.00	1.000
	3			10	1.0		20	8	1.4294	11.43	1.143
	4			13	1.3		21	7	1.4294	10.00	1.000
T=80						T=110	22	7	1.4294	10.00	1.000
	5			14	1.4		23	5	1.4294	7.14	0.714
	6			10	1.0		24	6	1.4294	8.57	0.857
	7			14	1.4		25	21	1.4294	30.01	3.001
	8			14	1.4		26	6	1.4294	8.57	0.857
T=93						T=115	27	11	1.4294	15.72	1.572
	10	8	1.4294	11.43	1.143		28	5	1.4294	7.14	0.714
	11	15	1.4294	21.44	2.144		29	5	1.4294	7.14	0.714
T=102						T=120	30	5	1.4294	7.14	0.714
	12	26	1.4294	37.16	3.716		31	6	1.4294	8.57	0.857
	13	26	1.4294	37.16	3.716		32	6	1.4294	8.57	0.857
	14	24	1.4294	34.30	3.430		33	6	1.4294	8.57	0.857
	15	22	1.4294	31.44	3.144		34	5	1.4294	7.14	0.714
	16	22	1.4294	31.44	3.144		35	6	1.4294	8.57	0.857
	17	22	1.4294	31.44	3.144		36	5	1.4294	7.14	0.714
							37	7	1.4294	10.00	1.000

TABLA NO. III. 6.1

ANALISIS GRAVIMETRICO DE R_2O_3

FRASCO NO.	PESO DEL CRISOL	PESO DEL CRISOL CON ppt.	PESO DEL ppt.	PESO DE R_2O_3	FRASCO NO.	PESO DEL CRISOL	PESO DEL CRISOL CON ppt.	PESO DEL ppt.	PESO DE R_2O_3
1					19	12.0913	12.1185	0.0272	0.0544
2					20	11.9839	11.9899	0.0060	0.0120
3					21	10.8311	10.8600	0.0289	0.0578
4					22	12.6311	12.6639	0.0328	0.0656
5					23	12.0913	12.1032	0.0119	0.0238
6					24	11.9839	11.9893	0.0054	0.0108
7					25	10.8311	10.8530	0.0219	0.0438
8					26	12.6311	12.6600	0.0289	0.0578
9					27	12.0913	12.1166	0.0253	0.0506
10	12.6311	12.6600	0.02889	0.05778	28	11.9839	11.9893	0.0054	0.0108
11	12.0913	12.1260	0.0347	0.0694	29	10.8311	10.8530	0.0219	0.0438
12	10.8311	10.8757	0.0446	0.0892	30	12.6311	12.6566	0.0255	0.0510
13	10.8311	10.8736	0.0425	0.0850	31	12.0913	12.1245	0.0332	0.0664
14	12.6311	12.6848	0.0537	0.1074	32	11.9839	11.9882	0.0043	0.0086
15	12.0913	12.1500	0.0587	0.1174	33	10.8311	10.8432	0.0121	0.0242
16	11.9839	12.0052	0.0213	0.0426	34	12.6311	12.6440	0.0129	0.0258
17	10.8311	10.8721	0.0410	0.0820	35	12.0913	12.1148	0.0235	0.0470
18	12.6311	12.6569	0.0258	0.0516	36	11.9839	12.0073	0.0234	0.0468
					37	10.8311	10.8768	0.0457	0.0914

TABLA NO. III.6.2

IV. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Una muestra de arcilla sin calcinar de los estados de Hidalgo y Veracruz fue usada para la extracción de alúmina usando el proceso de lixiviación ácida a presión. La lixiviación fue hecha con ácido clorhídrico al 26%, los parámetros del proceso investigados fueron: la temperatura y el tiempo de lixiviación. Los resultados del porcentaje de extracción de los óxidos de aluminio y fierro están calculados en las tablas IV (a) y IV (b) y resumidos en las siguientes figuras: IV.1, IV.2, IV.3, IV.4, IV.5, IV.6, IV.7 y IV.8, las cuales se analizan a continuación:

IV.1 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 69°C

La Figura No. IV.1, nos muestra que a esta temperatura la extracción del Fe_2O_3 disminuye con el tiempo de lixiviación hasta los 30 minutos permaneciendo estable durante los siguientes 15 minutos para posteriormente aumentar hasta un poco más del 30% en un tiempo de lixiviación de una hora. En cambio la extracción del Al_2O_3 incrementa muy poco al aumentar el tiempo de lixiviación, esta extracción es muy poca comparada con la del Fe_2O_3 .

IV.2 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 80°C

Esta extracción se muestra en la Figura No. IV.2. En ella se observa que la extracción del Fe_2O_3 es bastante estable entre los 45 y 60 minutos, después de este tiempo la extracción disminuye, sin embargo la máxima extracción a esta temperatura sigue siendo aproximadamente del 30%. Para el Al_2O_3 la extracción aumenta al incrementar el tiempo de lixiviación, la cual es ahora del 5% aproximadamente.

IV.3 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 93°C

A esta temperatura la extracción de ambos óxidos es máxima, ésto se observa en la Figura No. IV.3, la línea de extracción es ascendente tanto para el Fe_2O_3 como para el Al_2O_3 . En la figura además se observa una extracción del Fe_2O_3 del 88% aproximadamente y una extracción del Al_2O_3 del 27% aproximadamente, ambos óxidos con un tiempo de lixiviación de una hora.

IV.4 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 102°C

En la Figura No. IV.4, se muestra que la extracción del Fe_2O_3 disminuye desde 88% hasta un 74% aproximadamente conforme aumenta el tiempo de lixiviación, futuros incrementos del tiempo no influyen en la extracción de este óxido. En cambio para el Al_2O_3 se presenta la máxima extracción a los 45 minutos la cual es del 35%.

IV.5 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 105°C

En la Figura No. IV.5, se observa que la extracción del Fe_2O_3 es de un 27% con un tiempo de lixiviación de 45 minutos, después de este tiempo disminuye la extracción hasta en una hora y posteriormente se mantiene estable. En cambio la extracción del Al_2O_3 aumenta hasta un 20% con un tiempo de lixiviación de 75 minutos.

IV.6 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 110°C

La extracción a esta temperatura se muestra en la Figura No. IV.6. En ella se observa que la extracción de ambos óxidos aumenta al incrementar el tiempo de lixiviación, precisamente en una hora la extracción del Fe_2O_3 es del 20% y la

extracción del Al_2O_3 es del 17%, posteriormente la extracción del Fe_2O_3 aumenta, en cambio la extracción del Al_2O_3 disminuye poco a poco al incrementar el tiempo de lixiviación.

IV. 7 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 115°C

La Figura No. IV. 7, nos muestra que la extracción del Fe_2O_3 y del Al_2O_3 es casi estable, aunque al llegar a una hora la extracción es igual en ambos óxidos (20%).

IV. 8 Extracción del Fe_2O_3 y Al_2O_3 a la temperatura de 120°C

A esta temperatura la Figura No. IV. 8, nos muestra que la extracción del Fe_2O_3 se mantiene estable con un 20% aproximadamente, en cambio la extracción del Al_2O_3 aumenta conforme crece el tiempo de lixiviación hasta llegar a un 28% con un tiempo de 75 minutos.

IV. 9 Extracción del Fe_2O_3 a diferentes tiempos de lixiviación

La Figura No. IV. 9, nos indica cómo varía la extracción del Fe_2O_3 , conforme aumenta la temperatura de lixiviación, esto a los diferentes tiempos de lixiviación. En la figura se observa que la extracción del óxido es máxima a dos temperaturas (93°C y 102°C) con tiempos de lixiviación de 60 minutos y 15 minutos respectivamente, esta extracción es del 88%.

IV. 10 Extracción del Al_2O_3 a diferentes tiempos de lixiviación

En la Figura No. IV. 10, también variamos la temperatura de lixiviación a diferentes tiempos de lixiviación, pero para el Al_2O_3 . En la figura se observa que la máxima extracción es del 35% a una temperatura de lixiviación de 102° y en un tiempo de lixiviación de 45 minutos.

PESO DE Fe_2O_3 Y Al_2O_3

FRASCO NO.	PESO DE R_2O_3 (gr)	PESO DE R_2O_3 (mg)	PESO DE Fe_2O_3 (mg)	PESO DE Al_2O_3 (mg)	FRASCO NO.	PESO DE R_2O_3 (gr)	PESO DE R_2O_3 (mg)	PESO DE Fe_2O_3 (mg)	PESO DE Al_2O_3 (mg)
1			1.6	2.40	23	0.0238	23.80	0.714	23.08
2			1.0	3.00	24	0.0108	10.80	0.857	9.94
3			1.0	3.00	25	0.0438	43.80	3.001	40.79
4			1.3	4.30	26	0.0578	57.80	0.857	56.94
5			1.4	2.20	27	0.0506	50.60	1.572	49.02
6			1.0	5.40	28	0.0108	10.80	0.714	10.08
7			1.4	11.00	29	0.0438	43.80	0.714	43.08
8			1.4	11.80	30	0.0510	51.00	0.714	50.28
9			1.0	13.40	31	0.0664	66.40	0.857	65.54
10	0.05778	57.78	1.143	56.63	32	0.0086	8.60	0.857	7.74
11	0.0694	69.40	2.144	67.25	33	0.0242	24.20	0.857	23.34
12	0.0892	89.20	3.716	85.48	34	0.0258	25.80	0.714	25.08
13	0.0850	85.00	3.716	81.28	35	0.0470	47.00	0.857	46.14
14	0.1074	107.40	3.430	103.96	36	0.0468	46.80	0.714	46.08
15	0.1174	117.40	3.144	114.25	37	0.0914	91.40	1.000	90.39
16	0.0426	42.60	3.144	39.45					
17	0.0820	82.00	3.144	78.85					
18	0.0516	51.60	0.857	50.74					
19	0.0544	54.40	1.000	53.39					
20	0.0120	12.00	1.143	10.85					
21	0.0578	57.80	1.000	56.79					
22	0.0656	65.60	1.000	64.59					

TABLA NO. IV (a)

PORCIENTO DE EXTRACCION
DE Fe_2O_3 Y Al_2O_3

FRASCO NO.	PORCIENTO DE Fe_2O_3	PORCIENTO DE Al_2O_3	FRASCO NO.	PORCIENTO DE Fe_2O_3	PORCIENTO DE Al_2O_3
1	38.09	0.75	23	17.00	7.24
2	23.80	0.94	24	20.40	3.11
3	23.80	0.94	25	71.45	12.79
4	30.95	1.35	26	20.40	17.86
5	33.33	0.69	27	37.42	15.38
6	23.80	1.69	28	17.00	3.16
7	33.33	3.45	29	17.00	13.51
8	33.33	3.70	30	17.00	15.77
9	23.80	4.20	31	20.40	20.56
10	27.21	17.76	32	20.40	2.42
11	51.04	21.10	33	20.40	7.32
12	88.47	26.82	34	17.00	7.86
13	88.47	25.50	35	20.40	14.47
14	81.66	32.62	36	17.00	14.45
15	74.85	35.84	37	23.80	28.35
16	74.85	12.37			
17	74.85	24.74			
18	20.40	15.92			
19	23.80	16.75			
20	27.21	3.40			
21	23.80	17.81			
22	23.80	20.26			

TABLA NO. IV (b)

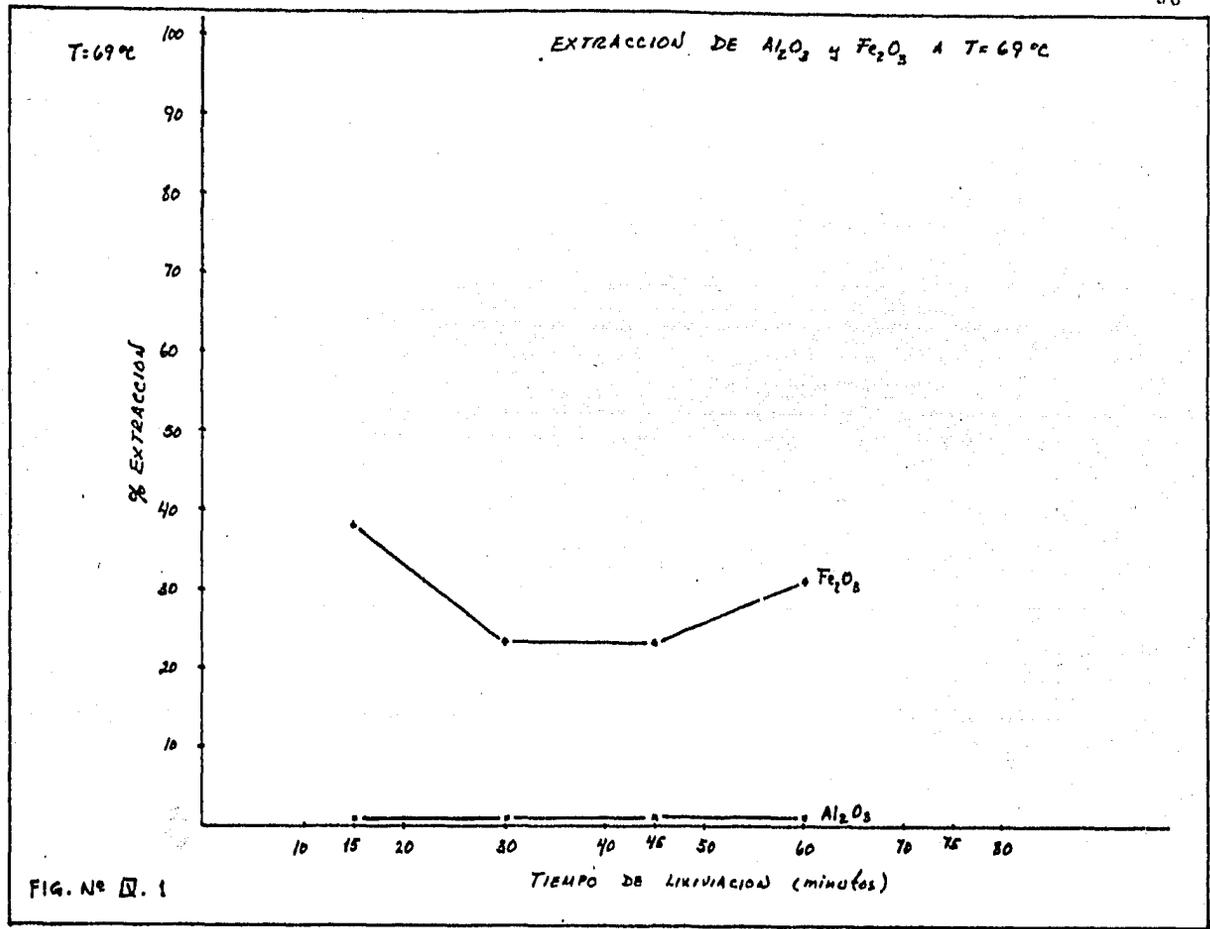
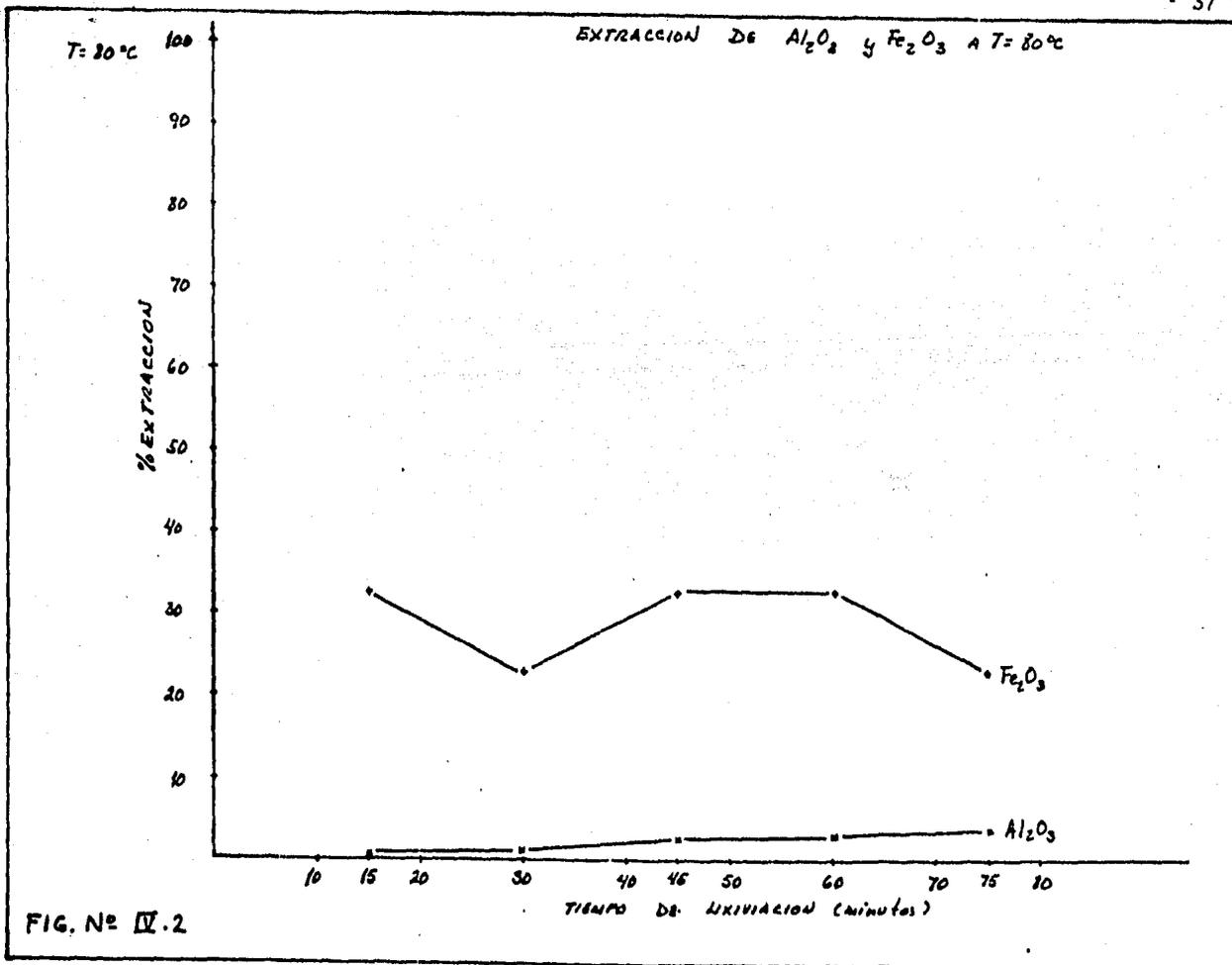
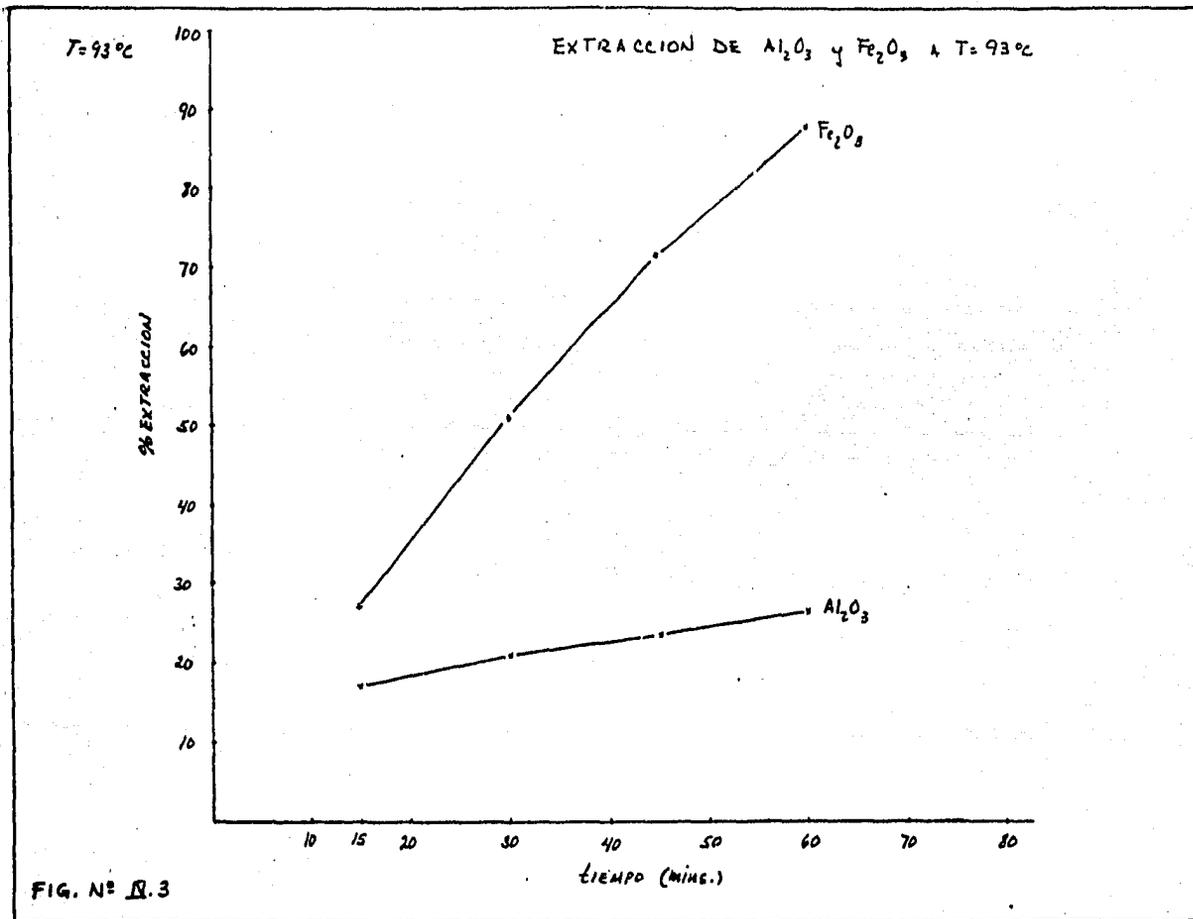


FIG. N° 1.





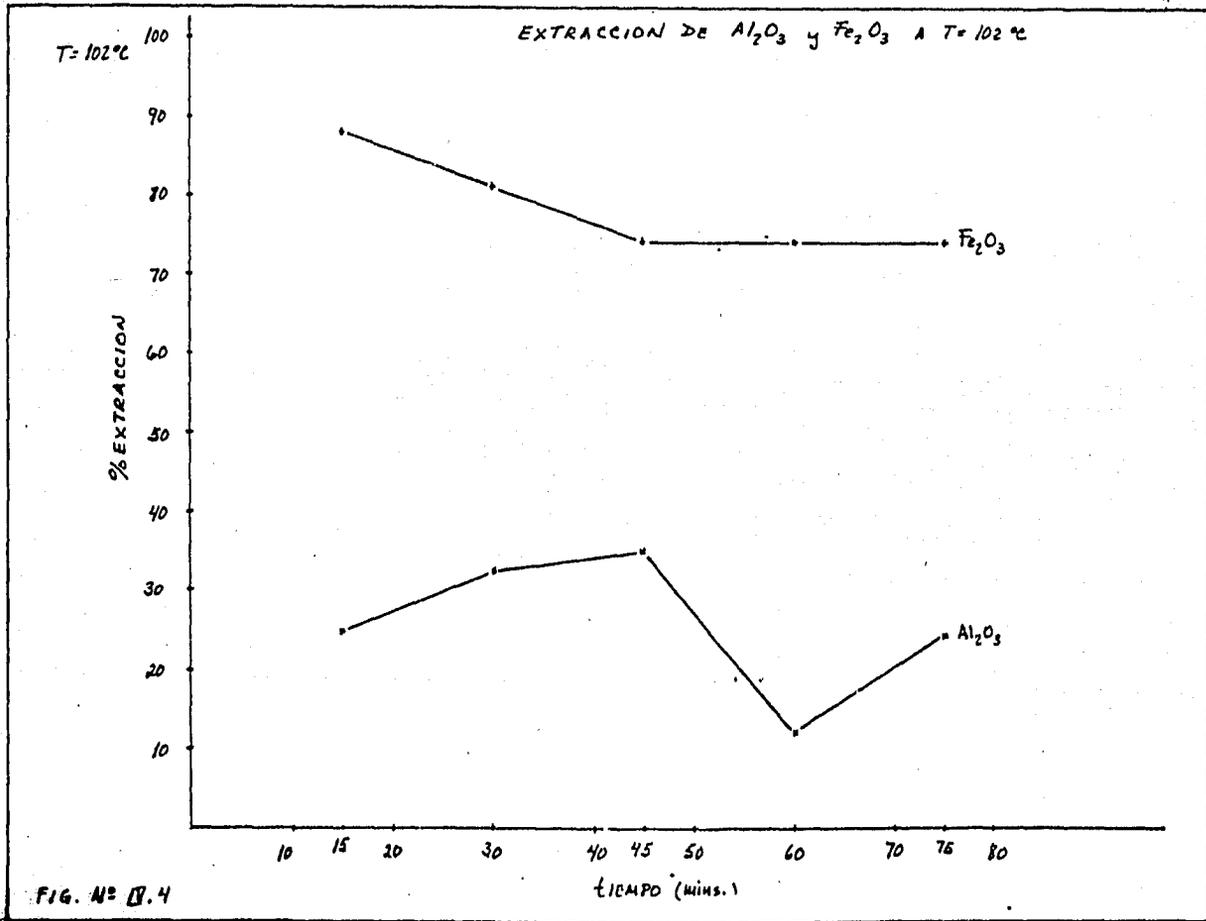
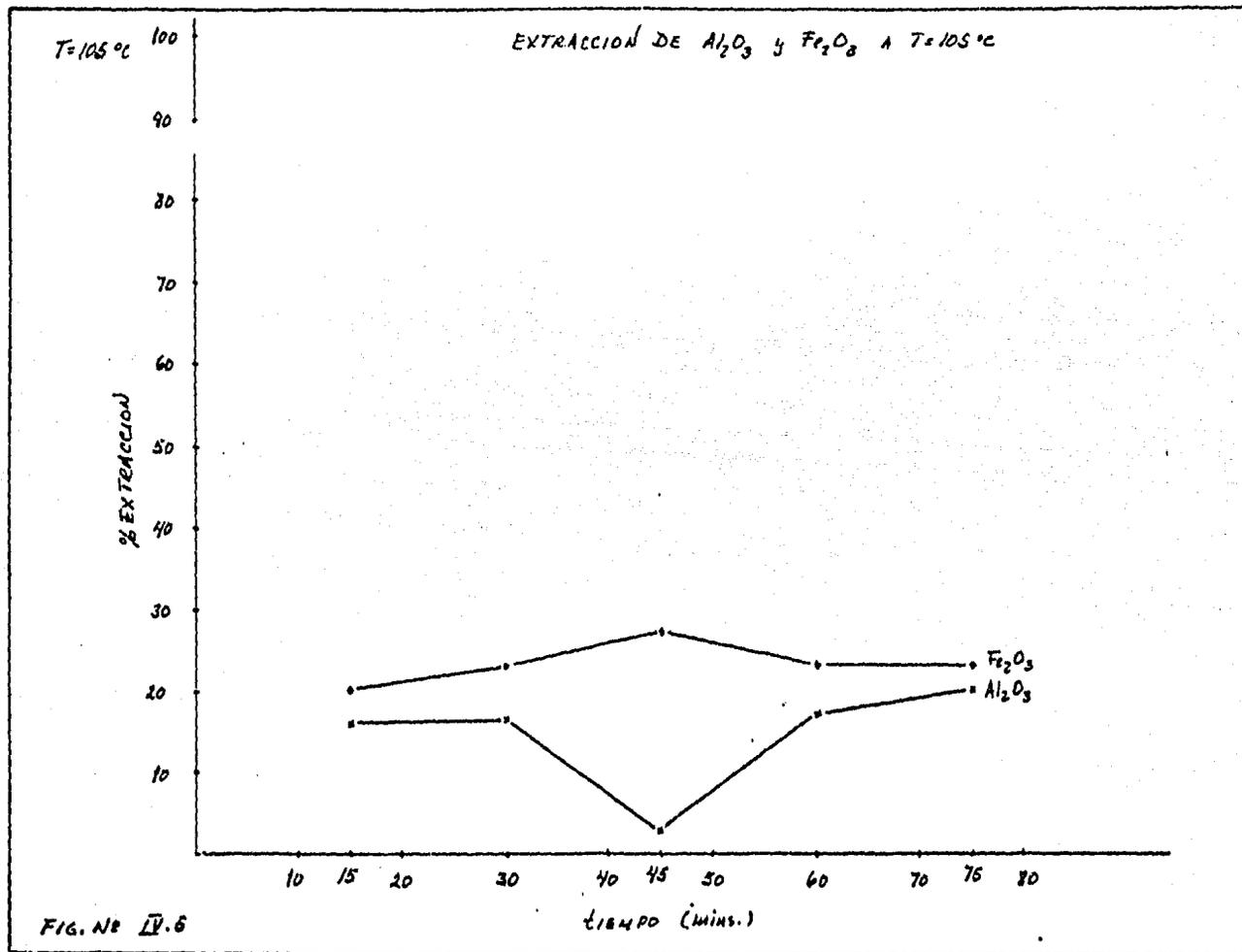
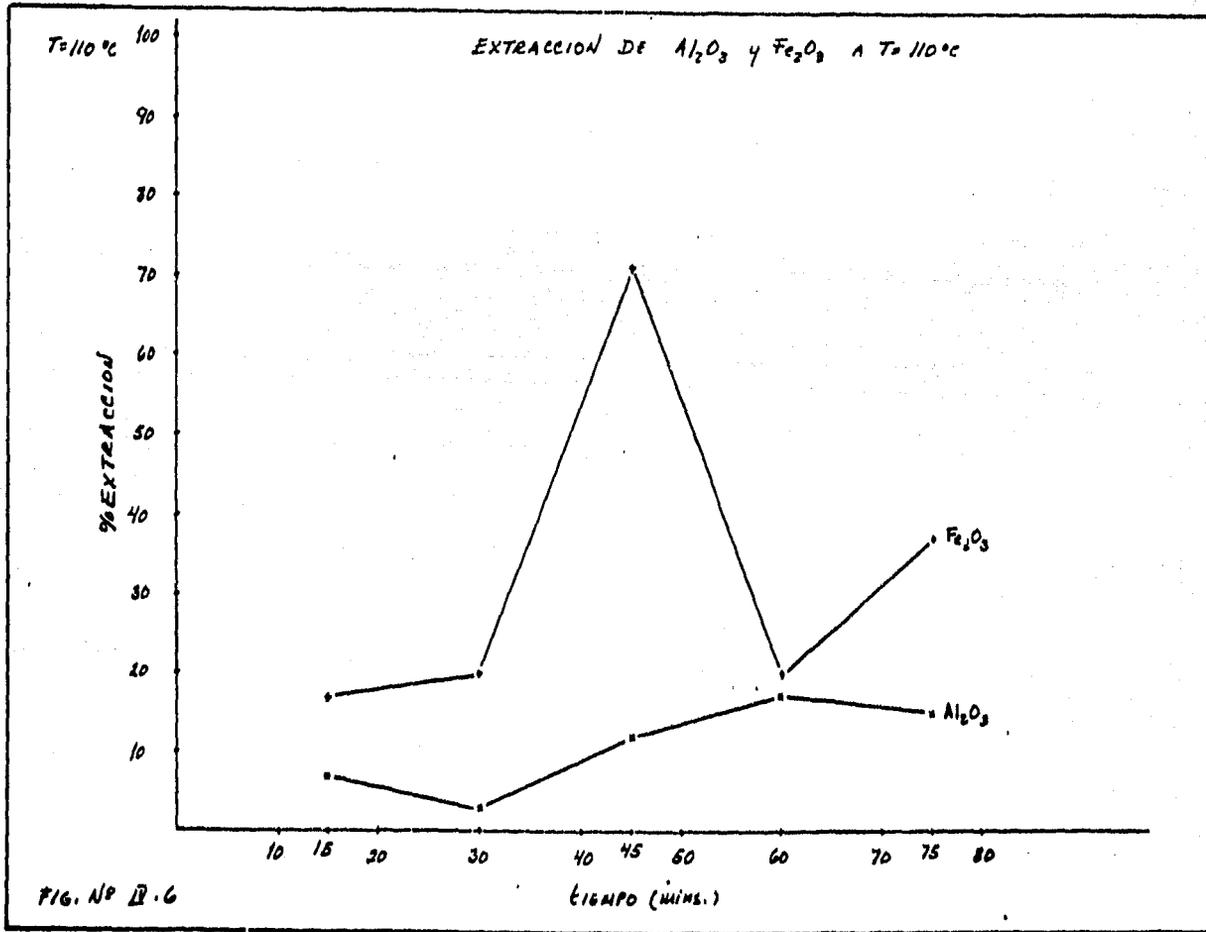


FIG. N° 17.4





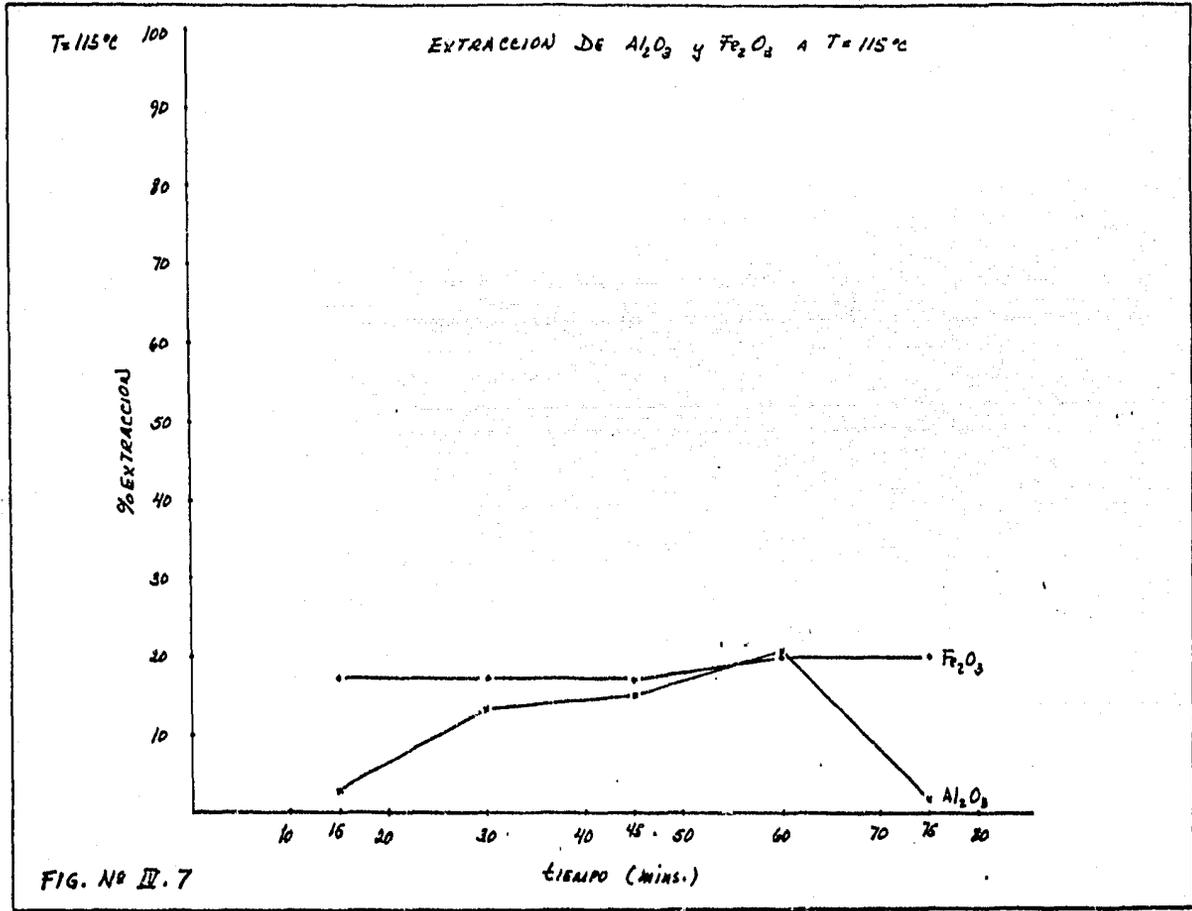
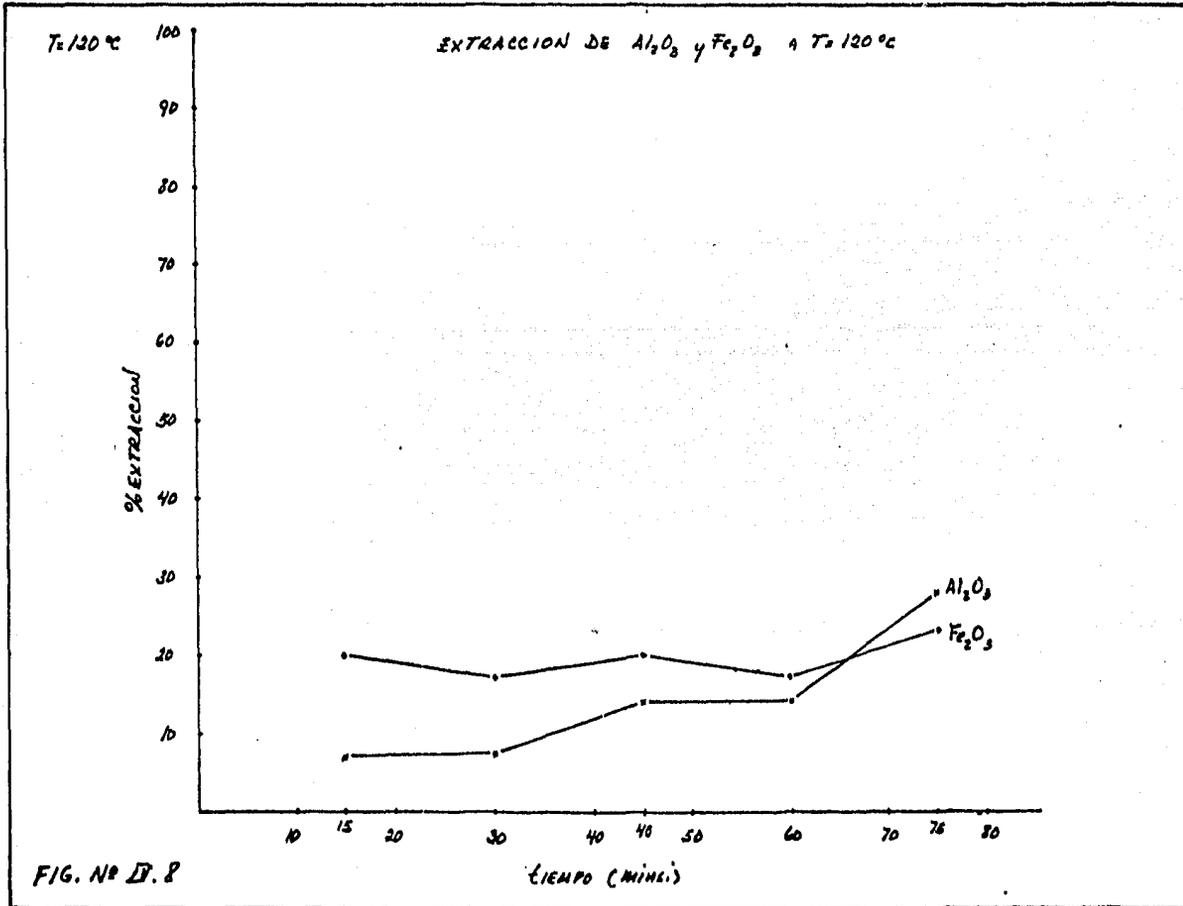


FIG. Nº III.7



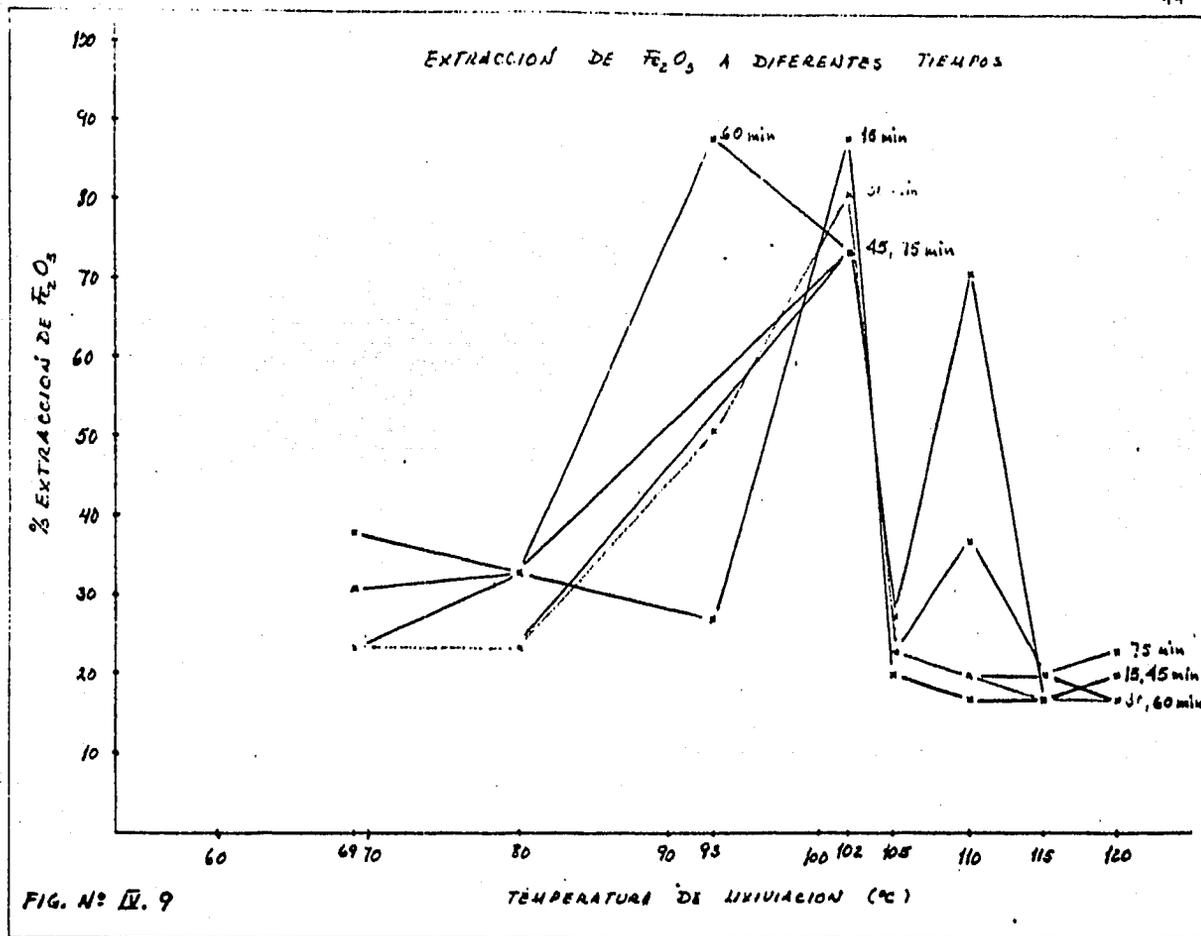


FIG. N° IV. 9

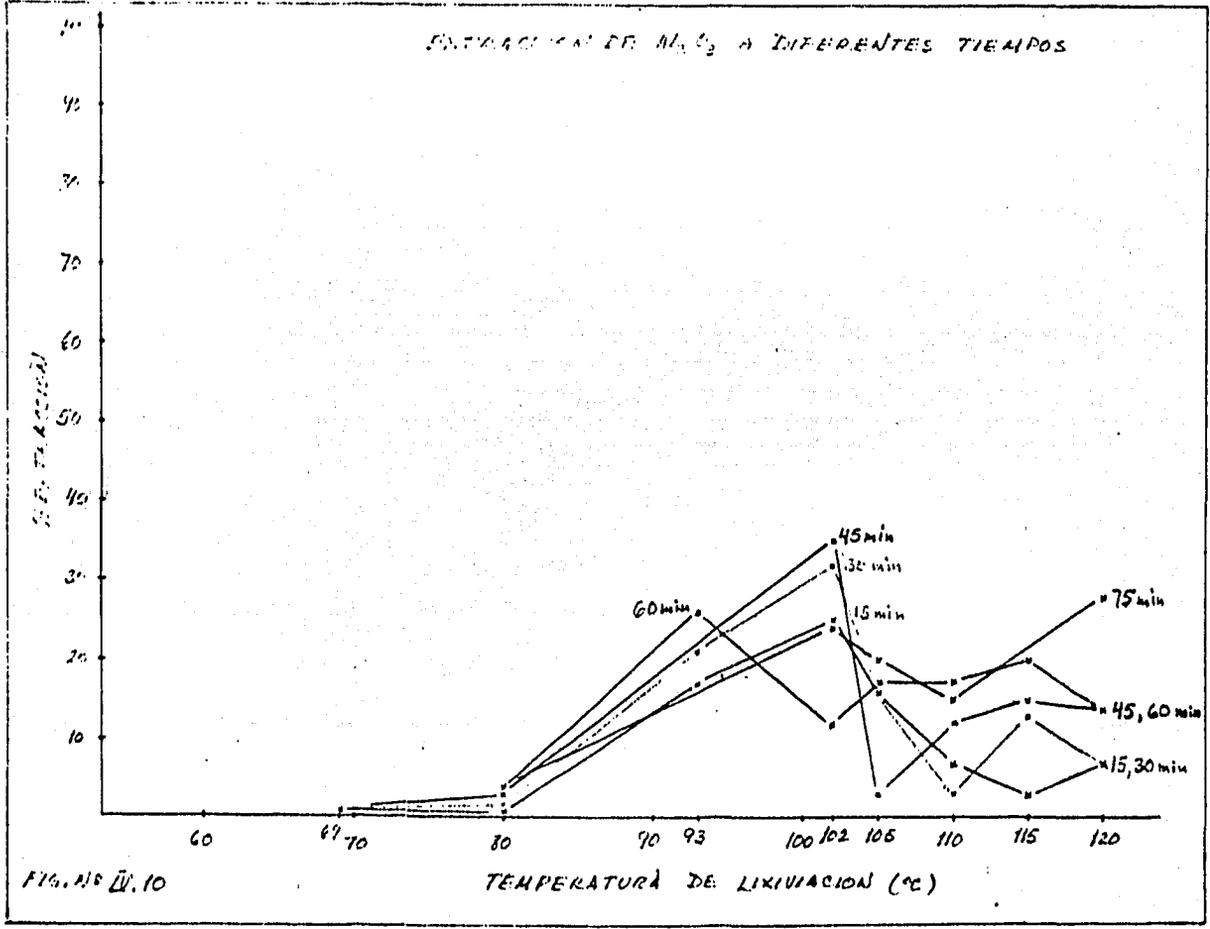


FIG. NO IV. 10

V. RESUMEN Y CONCLUSIONES

Fueron dos los parámetros estudiados en este trabajo, uno es el efecto de la temperatura de lixiviación en la extracción de los óxidos de fierro y de aluminio y; el otro el efecto del tiempo de lixiviación en la extracción de estos óxidos.

V.1 Efecto de la temperatura de lixiviación

El efecto de la temperatura de lixiviación en la extracción del óxido férrico y de la alúmina fue investigado para ácido clorhídrico.

Las Figuras: IV.1, IV.2, IV.3, IV.4, IV.5, IV.6, IV.7 y IV.8, muestran el efecto de la temperatura de lixiviación. En éstas se pudo ver, que en las primeras temperaturas la extracción de la alúmina y del óxido férrico crece conforme aumenta el tiempo de lixiviación, el máximo de extracción de alúmina es del 35% y del óxido férrico es del 88% a una temperatura de 102°C, futuros crecimientos de la temperatura de lixiviación reduce la extracción de estos óxidos.

V. 2 Efecto del tiempo de lixiviación

El efecto del tiempo de lixiviación en la extracción de alúmina y óxido férrico fueron llevados en períodos de tiempo variables de 15 minutos a 75 minutos. Las Figuras IV. 9 y IV. 10, muestran el tiempo óptimo para la extracción de óxido férrico y alúmina respectivamente.

En las figuras se observa que al aumentar el tiempo de lixiviación, la extracción de alúmina aumenta y es hasta un tiempo de 45 minutos donde se observa la mayor extracción con una temperatura de 102°C, no sucede lo mismo con el

óxido férrico en donde para las dos primeras temperaturas (69°C y 80°C) la extracción del óxido es variable conforme aumenta el tiempo de lixiviación y es hasta alcanzar la temperatura de 93°C en donde se obtiene la máxima extracción que es del 88%, con un tiempo de lixiviación de una hora. A temperaturas más altas el tiempo de lixiviación no influye en una mayor extracción.

V.3 Conclusiones

Todos estos resultados concluyen que para obtener extracciones óptimas tanto para el óxido férrico, como para el óxido de aluminio, el tiempo de lixiviación debe de ser de entre 45 a 60 minutos con una temperatura de lixiviación de 102°C.

El bajo porcentaje de extracción del óxido de aluminio puede deberse a que el material se debe calcinar previamente a 760°C, ya que por medio de esto se purifica previamente el material y de esta manera obtener mejores extracciones. Se recomienda para que si alguien se interesa en desarrollar futuros trabajos, es necesario que lleve a cabo una calcinación previa del material y si es posible utilizar bombas de lixiviación de mayor capacidad. Actualmente se está trabajando en el departamento de metalurgia extractiva de la Facultad de Química, en la lixiviación a presión en un pequeño reactor, en el cual se controla la temperatura y la presión. Esta lixiviación se lleva a cabo con ácido sulfúrico y donde el material es calcinado previamente obteniéndose excelentes extracciones del óxido de aluminio.

VI. BIBLIOGRAFIA

1. INSTITUTO DEL ALUMINIO, A.C., BOLETIN MENSUAL
(ENERO 1983) (pag. 2).
2. CANADIAN INSTITUTE OF MINING AND METALLURGY
(ABRIL 7, 1975) (Pag. 20).
3. GRIM, RALPH E. CLAY MINERALOGY
Mc Graw - Hill Book Co., n, y (1968) (Pags. 52, 53, 54,
55 y 58).
4. ALVARADO AZCARATE M.R., OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR
DE CAOLINES MEDIANTE EL TRATAMIENTO CON ACIDO
CLORHIDRICO (1978) TESIS (Pags. 14 y 15).
5. JUAREZ ISLAS J.A., MENDEZ NONELL M., TRAPAGA MARTINEZ L.G.,
CARACTERIZACION DE SEIS CAOLINES MEXICANOS Y EVALUACION
DE SU POTENCIALIDAD COMO MATERIA PRIMA PARA LA OBTENCION
DE ALUMINA GRADO METALURGICO (1980) TESIS (Pags. 14, 15,
16, 17, 18, 19 y 20).
6. CANADA CENTRE FOR MINERAL AND ENERGY TECHNOLOGY ACID
PROCESSES FOR THE EXTRACTION OF ALUMINA: PART I
(DECEMBER 1977).
7. WILLARD, MERRIT D., METODOS INSTRUMENTALES DE ANALISIS
(1981) C.E.C.S.A. (Pags. 383 y 384).
8. J.B. WILLIS, PROC. ROY ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY I,
PRINCIPLES AND INSTRUMENTATION II, APLICATION
AUSTRALIAN CHEMICAL INSTITUTE TYPE AA-100 ATOMIC
ABSORPTION SPECTRO PHOTOMETER (Pags. 29, 245, 357)
TABLA I (1962).