



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

## FACULTAD DE QUÍMICA

TESIS

CARACTERIZACIÓN DE ESCORIAS DE ALUMINIO PARA SU  
RECUPERACIÓN A TRAVÉS DE ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN  
ATÓMICA CON PLASMA POR ACOPLAMIENTO INDUCTIVO (ICP-OES) Y  
FLUORESCENCIA DE RAYOS X.

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA

PRESENTA:

LUCERO FIGUEROA LÓPEZ



CIUDAD DE MÉXICO

2018



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.

## **JURADO**

PRESIDENTE: Prof. Ciro Eliseo Márquez Herrera

VOCAL: Prof. Ricardo Hernández Flores

SECRETARIO: Prof. José Fernando Flores Álvarez

1er. SUPLENTE: Prof. Blanca Paz Díaz

2do. SUPLENTE: Prof. Paola Roncagliolo Barrera

## **LUGAR DÓNDE SE DESARROLLÓ EL PROYECTO**

LABORATORIO 208-209, EDIFICIO D, DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA METALÚRGICA, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

## **ASESOR**

---

PROF. CIRO ELISEO MÁRQUEZ HERRERA

## **SUPERVISOR TÉCNICO**

---

PROF. PAOLA RONCAGLIOLO BARRERA

## **SUSTENTANTE**

---

LUCERO FIGUEROA LÓPEZ

## **AGRADECIMIENTOS**

A mis padres Lucero y Antonio, Por apoyarme en todo momento y enseñarme que para conseguir las cosas que uno quiere se tiene que trabajar, esforzarse y no darse por vencido, que de nada nos sirve ser el mejor en la carrera, si antes no se es el más humilde para ser mejores personas. Gracias por sus consejos y sabiduría, por darme la oportunidad de estudiar una carrera por ser un gran modelo a seguir. Los amo con todo mi corazón.

Toño, que a pesar de no coincidir en muchas cosas siempre me apoyaste, me escuchaste y me enseñaste a ser más compartida y mucho mejor persona, gracias por creer siempre en mí. Te amo.

Edgar, a pesar de las peleas sé que siempre estás ahí para apoyarme. Te amo.

Arturo, gracias por la paciencia que siempre me has tenido, por los consejos, por ayudarme y apoyarme siempre que lo necesito, por explicarme cuando no entendía y por estar en mi vida, en mis mejores momentos y en los más difíciles. Gracias por ser mi amigo, mi cómplice. Te amo

Tía Ana, Foncho y Caro, los quiero muchísimo, gracias por escucharme y orientarme, porque sé que cuento con ustedes en todo momento. Gracias por su amor. Los amo.

A toda mi familia, por apoyarme, siempre escucharme darme una sonrisa cada vez que los veía y alentarme a seguir adelante, por cada una de sus palabras, sus apapachos y su amor incondicional. Los amo.

Pao, por ser la amiga más increíble de la vida, por enseñarme que una verdadera amistad puede durar toda una vida, por escucharme y por quererme tal y como soy.

Karla, que siempre estuviste ahí en los buenos y malos momentos, una persona a la que admiro y que me inspira a querer ser mejor siempre. La que me enseñó que el miedo estorba y que si dejamos que nos coma nunca seremos más de lo que podemos ser.

Itzel, Magali, Marco, Armando les agradezco infinitamente su amistad, su paciencia y su amor hacia mí, son personas que me inspiran y me hacen ser mejor cada día, los amo.

Clemente, Jenny, gracias por hacer mi estancia en la carrera más divertida, gracias por los momentos que compartimos y por ser cómplices de comida. Los quiero.

Alex, Jeny; mis compañeros de laboratorio y amigos, muchas gracias por sus consejos, por compartirme sus conocimientos y ayudarme a acabar esta tesis.

Al Dr. Ciro, por permitirme entrar a su laboratorio, compartirme sus conocimientos, tiempo y mostrar siempre interés en mi crecimiento tanto personal como profesional.

A la profesora Paola Roncangliolo por sus conocimientos, su paciencia, sus revisiones y por ayudarme a avanzar en este proyecto.

A la Facultad de Química porque aquí conocí maravillosas personas, por ser mi casa y proporcionarme todas las oportunidades para ser un buen profesionista, a la UNAM que me enseñó lo que es ser universitaria, a tenerle amor a mi universidad y demostrarle que podemos ser excelentes profesionistas para lograr hacer de este un país mejor.

A la QFB Fabiola Vega del laboratorio de Geoquímica Ambiental del Instituto de Geología por su apoyo para la realización de los análisis de Fluorescencia de Rayos X.

A la Dra. Teresa Pi I. Piug del Departamento de Geoquímica del Instituto de Geología por su apoyo para la realización de los análisis de Difracción de Rayos X.

<b>1. INTRODUCCIÓN</b>	<b>8</b>
<b>1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</b>	<b>9</b>
<b>1.2 OBJETIVOS</b>	<b>10</b>
1.1.2 OBJETIVOS GENERALES	10
1.2.2 OBJETIVOS PARTICULARES	10
<b>1.3 HIPÓTESIS</b>	<b>11</b>
<b>2. ANTECEDENTES</b>	<b>12</b>
<b>2.1 GENERALIDADES DEL ALUMINIO</b>	<b>13</b>
<b>2.2 PROCESOS DE OBTENCIÓN DE ALUMINIO</b>	<b>14</b>
2.2.1 ALUMINIO PRIMARIO	14
2.2.2 ALUMINIO SECUNDARIO	15
<b>2.3 FUNDICIÓN DE ALUMINIO</b>	<b>17</b>
<b>2.4 TIPOS DE HORNOS PARA LA FUNDICIÓN DE ALUMINIO</b>	<b>19</b>
2.4.1 HORNO DE REVERBERO	19
2.4.2 HORNO ROTATIVO	20
2.4.3 HORNO DE CRISOL	21
2.4.4 HORNO DE RESISTENCIA	22
<b>2.5 ESCORIAS DE ALUMINIO</b>	<b>23</b>
<b>2.6 FUNDENTES</b>	<b>25</b>
<b>2.7 PROCESO DE RECUPERACIÓN DE ESCORIAS</b>	<b>28</b>
2.7.1 ELECTROMETALURGIA DE ALUMINIO POR SALES FUNDIDAS	28
<b>2.8 TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO</b>	<b>31</b>
<b>2.8.1 ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ÓPTICA CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP-OES)</b>	<b>32</b>
2.8.1.1 NEBULIZADOR	34
2.8.1.2 BOMBAS PERÍSTALTICAS	35
2.8.1.3 ANTORCHA	36
2.8.1.4 GENERADOR DE RADIO FRECUENCIA	37
2.8.1.5 SISTEMA ÓPTICO	37

2.8.1.6 PLASMA	38
2.8.1.7 CÁMARA DE ROCÍO	39
2.8.1.8 INYECTOR	39
<b>2.8.2 CURVA DE CALIBRACIÓN</b>	<b>39</b>
<b>2.8.3 ESPECTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA</b>	<b>40</b>
<b>2.8.4 ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X</b>	<b>42</b>
<b>2.8.5 ESPECTROSCOPIA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X</b>	<b>44</b>
<b><u>3. METODOLOGÍA DE TRABAJO</u></b>	<b><u>46</u></b>
<b>3.1 REACTIVOS Y EQUIPO UTILIZADO</b>	<b>48</b>
<b>3.2 CARACTERIZACIÓN DE ESCORIAS</b>	<b>50</b>
<b>3.3 TAMAÑO ÓPTIMO DE PARTÍCULA</b>	<b>51</b>
<b>3.4 DIGESTIÓN DE MUESTRAS</b>	<b>51</b>
<b>3.5 DIGESTIÓN EN HORNO DE MICROONDAS</b>	<b>51</b>
<b>3.6 ABSORCIÓN ATÓMICA</b>	<b>53</b>
<b>3.7 FLUORESCENCIA DE RAYOS X</b>	<b>54</b>
<b>3.8 ICP-OES</b>	<b>54</b>
<b>3.9 DIFRACCIÓN DE RAYOS X</b>	<b>57</b>
<b><u>4. RESULTADOS Y ANÁLISIS</u></b>	<b><u>59</u></b>
<b>4.1 INSPECCIÓN VISUAL</b>	<b>59</b>
<b>4.2 ANÁLISIS QUÍMICO POR ICP-OES</b>	<b>61</b>
4.2.1 ELEMENTOS MAYORITARIOS	62
4.2.2 ELEMENTOS MINORITARIOS	63
4.2.3 ELEMENTOS TRAZA	63
<b>4.3 ANÁLISIS QUÍMICO POR ABSORCIÓN ATÓMICA</b>	<b>66</b>
<b>4.4 ANÁLISIS QUÍMICO POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X</b>	<b>67</b>
<b>4.5 DIFRACCIÓN DE RAYOS X</b>	<b>69</b>
<b>4.6 RECUPERACIÓN DE ALUMINIO</b>	<b>72</b>
4.6.1 RECUPERACIÓN DE ALUMINIO POR MÉTODO ÁCIDO	72
4.6.2 RECUPERACIÓN DE BAUXITA (AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) PARA ELECTROOBTENCIÓN POR SALES FUNDIDAS	75

4.6.3 RECUPERACIÓN DE ESCORIAS PARA SU REUTILIZACIÓN COMO FUNDENTE	75
<b>5. CONCLUSIONES</b>	<b>77</b>
<b>6. BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>78</b>
<b>7. ANEXOS I. ANÁLISI LEIDOS A TRAVÉS DE DIFRACCION DE RAYOS X</b>	<b>80</b>
<b>8. ANEXOS II. RESULTADOS SIN TRATAMIENTO DE ICP-OES</b>	<b>83</b>
<b>9. ANEXOS III. DATOS OBTENIDOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X</b>	<b>84</b>



# 1. INTRODUCCIÓN

## 1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En el ámbito ingenieril mundial el aluminio ha tenido más usos desde el siglo X. debido a su gran gama de propiedades mecánicas, físicas y químicas, que se deben en gran medida a su factibilidad de aleación.

Los beneficios económicos y medioambientales del reciclaje de aluminio son evidentes y significativos, siendo uno de los aspectos más importante que puede ser reciclado casi de manera completa, sin pérdida de calidad del producto final. Otro aspecto a destacar es la energía que se utiliza durante el reciclaje de aluminio, comparado con el consumo de energía para producir aluminio, el proceso de reciclaje solo consume entre el 5 y el 20% de la energía necesaria para la producción de aluminio a partir del mineral Bauxita.

La cantidad y naturaleza de los residuos y efluentes generados durante el reciclaje de aluminio también hacen que este proceso presente un menor impacto medioambiental que el proceso de producción de aluminio primario. A pesar de todas estas ventajas, la demanda mundial de aluminio hace que la producción de este siga siendo la principal fuente para la obtención de este metal. [1]

Esta problemática requiere, una atención creciente por parte de la sociedad, debido a la necesidad de proteger el medio ambiente. En este sentido, los esfuerzos se centran en reducir al máximo la generación de residuos y buscar vías de aprovechamiento de aquellos que son inevitables, soluciones mucho más aconsejables desde el punto de vista técnico, ecológico y económico que su vertido o destrucción. [2]

Las escorias se generan cuando en el proceso de fundición de aluminio, se utilizan sales para cubrir el metal fundido. Las sales fundentes previenen la oxidación del aluminio y permiten separar fácilmente los óxidos metálicos del metal debido a su composición y posible reacción con el agua, las escorias que vienen de los procesos de reciclaje de aluminio están catalogadas como residuos peligrosos, debido a su

posible reacción con el agua o humedad del ambiente, dando lugar a la generación de gases tóxicos o la lixiviación de elementos a los suelos o mantos acuíferos. Sin embargo las escorias de aluminio representan un residuo con un potencial de valorización importante, ya que es posible la recuperación de subproductos como aluminio metálico y otros productos no metálicos como óxidos y sales fundentes de sodio, potasio y magnesio. [3]

El reciclado de aluminio, la recuperación y rendimiento de metal pueden variar según la calidad del material y la carga mal clasificada puede en cierta medida disminuir el rendimiento del metal.

Para el reciclado de aluminio se emplean diversos hornos para fundir diferentes tipos de desechos, con el fin de recuperar este elemento. En este proceso se funde la escoria a más de 1100°C por medio de sales fundidas para obtener una reacción que separe las sales fundentes de la alúmina.

Adicionalmente, se suelen agregar sales al baño del metal para mejorar la fluidez del metal, de modo que no es necesario elevar la temperatura del horno, y consecuentemente, se minimiza la oxidación del material. La única desventaja de la adición de sales, es el hecho de que se producen emisiones gaseosas contaminantes al ambiente. [1]

## **1.2 OBJETIVOS**

### **1.2.1 OBJETIVOS GENERALES**

Desarrollar una metodología a través de espectroscopia de emisión atómica con plasma por acoplamiento inductivo (ICP-OES) para confirmar se utilizara fluorescencia de rayos X y difracción de rayos X para la caracterización de fundentes y escorias de aluminio.

Proponer una alternativa para la recuperación de escorias con alto contenido de aluminio del proceso de fundición.

### **1.2.2 OBJETIVOS PARTICULARES**

Desarrollar un procedimiento para la digestión y caracterización de muestras de fundentes, escorias y residuos del proceso de fundición de aluminio.

Optimizar parámetros de operación de un espectrómetro de Espectroscopia de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-OES), tales como flujos de argón, flujo de bomba y potencia entre otros.

### **1.3 HIPÓTESIS**

Al lograr la digestión de las muestras de fundente, escoria y residuos de fundición será posible desarrollar una metodología analítica empleando espectroscopia de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) que permita caracterizar químicamente y recuperar dichas muestras conociendo así su composición.

## **CAPÍTULO I**

### **2. ANTECEDENTES**

#### **2.1 GENERALIDADES DEL ALUMINIO**

El aluminio y sus aleaciones son materiales que destacan por su ligereza y resistencia a la corrosión, así como por su elevada conductividad térmica y eléctrica. Si se compara la resistencia o la rigidez específica (en relación con la densidad) los aluminios son más ventajosos que los aceros en determinadas aplicaciones (aeronáutica, vehículos, piezas a grandes aceleraciones). Estas cualidades, junto con la gran aptitud para el conformado mecánico (deformación en frío, forja, moldeo, extrusión, mecanizado), han convertido al aluminio en el segundo grupo de materiales más empleados en la industria.

Para aumentar sus propiedades mecánicas el aluminio se tiene que alea con otros elementos como el cobre, manganeso, magnesio, silicio, zinc entre otros. Una vez aleado el aluminio aumenta su resistencia mecánica por medio de una deformación mecánica o de un tratamiento térmico.

Las aleaciones de aluminio se dividen en dos grandes grupos, que son, forja y fundición. Esta división se corresponde con el tipo de proceso de conformado a que pueden ser sometidas las aleaciones de aluminio.

Aleaciones 1xxx: Son aleaciones de aluminio técnicamente puro, al 99,9%, siendo sus principales impurezas el hierro y el silicio como elemento aleante. Se caracterizan por una excelente resistencia a la corrosión, alta conductividad térmica y eléctrica, bajas propiedades mecánicas y excelente trabajabilidad.

Aleaciones 2xxx: El principal aleante de este grupo de aleaciones es el cobre. Estas aleaciones requieren un tratamiento térmico de solución para obtener propiedades óptimas. Este tipo de aleaciones no tiene tan buena resistencia a la corrosión como

la mayoría de las otras aleaciones de aluminio y bajo ciertas condiciones pueden estar sujetas a la corrosión intergranular.

Aleaciones 3xxx: El elemento aleante principal de este grupo es el manganeso. Estas aleaciones son generalmente no tratables térmicamente, pero tienen un 20% más de resistencia que las aleaciones de la serie 1xxx. Debido a que sólo un porcentaje limitado del manganeso (hasta aproximadamente el 1,5%) se puede añadir eficazmente al aluminio, este es un elemento importante en algunas pocas aleaciones

Serie 4xxx. El principal elemento de aleación en esta serie es el silicio, que se puede añadir en cantidades suficientes (hasta 12%) a causa de una reducción en el rango de fusión sin producir fragilidad. Por esta razón, las aleaciones de aluminio-silicio se utilizan en alambres de soldadura donde un intervalo de fusión más bajo que el del metal base.

Aleaciones 5xxx: El principal elemento de aleación en aleaciones de la serie es el magnesio. Cuando se utiliza como un elemento de aleación o con manganeso, el resultado es una aleación endurecible por acritud de moderada a alta resistencia.

Serie 6xxx. Las aleaciones de la serie 6xxx contienen silicio y magnesio en las proporciones requeridas para la formación de siliciuro de magnesio ( $Mg_2Si$ ). Este compuesto las hace tratables térmicamente. Aunque no tan resistentes como la mayoría de las aleaciones de las series 2xxx y 7xxx, las aleaciones de la serie 6xxx tienen buena formabilidad, soldabilidad, maquinabilidad y resistencia a la corrosión.

Serie 7xxx. Zinc, en cantidades de 1 a 8%, es el principal elemento de aleación en aleaciones de la serie 7xxx, y cuando se combina con un porcentaje menor de magnesio, resulta en las aleaciones tratables térmicamente de moderada a muy alta resistencia. [4]

## **2.2 PROCESOS DE OBTENCIÓN DE ALUMINIO**

Existen dos procesos metalúrgicos para la obtención de aluminio:

**Metalurgia primaria:** La cual consiste en la producción de aluminio a partir del mineral bauxita o de concentrados minerales.

**Metalurgia secundaria:** El cual consiste en la producción de aluminio a partir de materias primas secundarias como chatarras o residuos de otros procesos. [4]

### **2.2.1. ALUMINIO PRIMARIO**

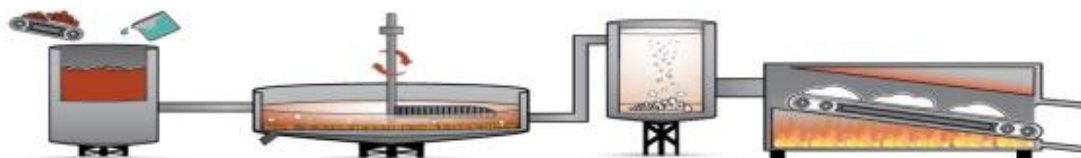
La bauxita es el nombre general dado a los óxidos de aluminio. Contiene cantidades variables de agua que llevan impurezas como lo pueden ser el óxido férrico y sílice. Es esencial que el  $Al_2O_3$  a obtenerse este libre de impurezas, ya que de lo contrario el óxido de hierro y silicio se reducirán y contaminaran el aluminio metálico producido en el proceso Hall Heroult. [5]

El proceso Bayer es el principal método industrial para producir alúmina (es un material de color blanco tiza de consistencia similar a la arena fina) a partir de bauxita, hay 5 etapas principales en todas las plantas. Las etapas de dicho proceso son: [6]

- Preparación de la bauxita
- Digestión
- Separación de residuos. (Este proceso se lleva a cabo en tres etapas: desarenado, espesadores, sedimentación, lavado y deshecho de lodos rojos y filtración)
- Precipitación
- Calcinación

## REFINACIÓN DE ALUMINA

Digestión → Clarificación → Precipitación → Calcinación



**Figura 1.** Proceso de refinación de bauxita [2]

En este proceso la bauxita se lixivia con sosa caustica (NaOH) para producir el aluminato de sodio soluble (NaAl<sub>2</sub>), dejando las impurezas en el residuo insoluble.

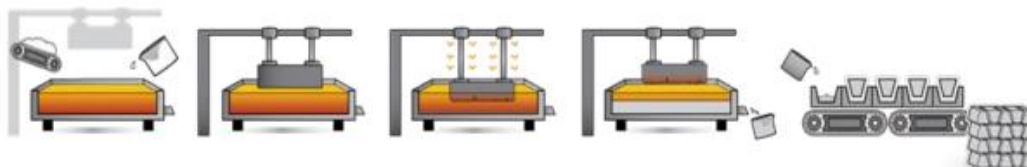
La solución es un aluminato que se descompone y produce Al (OH)<sub>3</sub>, el cual se calcina para producir Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, de acuerdo a la siguiente reacción química:



En el proceso denominado Hall-Héroult tenemos la alúmina disuelta en la criolita fundida (F<sub>6</sub>AlNa<sub>3</sub>), para proteger el baño de la oxidación, a una temperatura aproximada de 1010°C y sometiéndola a un proceso de electrolisis que descompone el material en aluminio y oxígeno. [7]

## FUNDICIÓN DE ALUMINIO

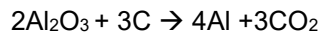
Agregar Alúmina al baño → Ánodo → Electrólisis → Placa → Fundición primaria



**Figura 2.** Fundición de aluminio primario (Proceso Hall Heroult) [2]



Este proceso de electrólisis se produce en tinas electrolíticas llamadas celdas reductoras. Estas tinas funcionan con un baño de criolita, donde, el ánodo es un electrodo de carbón y el cátodo es la misma tina, En estas tinas se obtiene el aluminio metálico fundido como se muestra en la siguiente reacción. [7]



**Ecuación 3**

Una vez obtenido el aluminio metálico se procede a la eliminación de las impurezas metálicas y no metálicas.

Los procesos de eliminación se basan en tres métodos: disminución de presión, removido con el baño y escorificación. A veces se emplea uno solo de los tres métodos o combinación de los tres para mejores resultados. Es muy frecuente la utilización de fundentes adecuados para escorificar mediante agitación en el baño.

El aluminio obtenido de las celdas reductoras es moldeado a una temperatura de 700°C y procesado en hornos de concentración para la obtención de aluminio de alta calidad en lingotes, planchones, etc. [7]

### **2.2.2 ALUMINIO SECUNDARIO**

Dentro de la producción secundaria de aluminio hay que destacar dos procesos diferenciados claramente por el tipo de horno empleado. La diferencia entre ambos radica en el empleo o no de sales fundentes para la fusión de las chatarras.

Mediante el empleo de sales se obtiene un mayor grado de recuperación del aluminio, ya que estas disminuyen el grado de oxidación del metal durante la fusión (las sales forman una capa fundida sobre el aluminio y previenen la oxidación).

Para llevar a cabo la producción de aluminio secundario se necesita saber las características de este. La principal característica de la producción de aluminio secundario es la diversidad de materias primas y la variedad de hornos que se pueden emplear para su procesamiento. El tipo de materia prima y su pretratamiento determina la elección del tipo de horno a utilizar. El horno de fundición más utilizado

en la industria del aluminio es el horno rotatorio porque es el que mayor diversidad de materias puede reciclar. [8]



**Figura 3.** Procedimiento general de producción de aluminio secundario [9]

La principal ventaja de este tipo de materia prima es que se conoce su calidad y su composición, facilitando su clasificación y permitiendo que se realice la fundición sin que haya que realizar un proceso de pretratamiento. Algunos de estos subproductos pueden mencionarse como perfiles, envases, viruta, recortes, piezas moldeadas, etc.

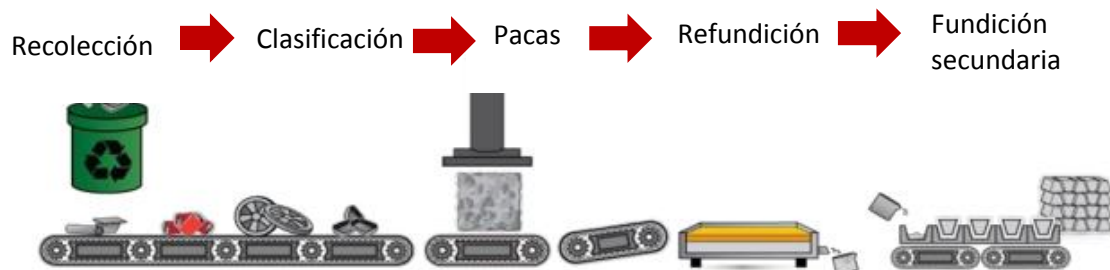
El objetivo principal de someter el material de aluminio a un proceso previo de inspección y clasificación es identificar y separar todo el material de aluminio que no requiere otro tratamiento previo, sino que se encuentra limpio y puede ser almacenado o alimentado directamente al horno de fundición. [1]

Además de separar otros materiales como plástico, hierro, acero inoxidable, zinc y latón libres, que se consideran contaminantes.

Todo el material de aluminio destinado al reciclaje debe sufrir un pretratamiento donde se eliminen contaminantes y se prepare el material para la fundición, permitiendo realizar un procesamiento más rápido y económico.

Todo el material de reciclaje se somete a un proceso de fundición y refinado, seleccionado a partir de la naturaleza del material a procesar. El horno más utilizado en la industria del aluminio es el horno de crisol, porque es el que mayor diversidad de materiales puede reciclar. Así, por ejemplo, pueden ser recicladas escorias de primera y segunda fusión. [8]

### RECICLADO DEL ALUMINIO



**Figura 4.** Producción de aluminio secundario. [2]

### 2.3 FUNDICIÓN DE ALUMINIO

Gran parte de las aleaciones de aluminio se realiza por medio de los diferentes procesos de fundición, el cual consiste en llevar el metal por arriba de su punto de fusión y agregarle, si es necesario, elementos aleantes, ya sea por aleaciones maestras o materiales puros, este proceso se lleva a cabo comúnmente en hornos de reverbero, inducción de baja frecuencia, hornos de crisol, de resistencia usando como elementos de calentamiento gas natural, aceites combustibles, electricidad.

Comúnmente en los hornos pequeños se usa el proceso batch el cual es un proceso intermitente que se alimenta de una línea de entrada o alimentación para que el sistema tenga un máximo de productividad, introduciendo carga metálica, retirando la escoria y colando de manera natural.

En los hornos grandes siempre se mantiene una temperatura constante para favorecer una fusión rápida, la carga y el retiro de escoria se hace mediante pequeñas ollas y se puede hacer de manera automática o manual en pequeñas piezas o en lingotes para forjar, extruir, laminar, etc.

Además, la materia de aluminio se funde bajo una capa de sal (fundente), consistente de modo general, en una mezcla de aproximadamente 30% de KCl y 70 % de NaCl. [10]

## **2.4 TIPOS DE HORNOS PARA LA FUSIÓN DE ALUMINIO**

Los hornos de fundición son usados para llevar a los metales y aleaciones a temperaturas superiores de su punto de fusión para su tratamiento y trabajado en las industrias. En general estos se clasifican de una manera genérica, dependiendo el tipo de alimentación de la carga, la fuente para generar calor, etc. [11]

### **2.4.1 HORNO DE REVERBERO**

En la producción secundaria de aluminio, la chatarra puede ser fundida en hornos de reverbero, a base de gas. El nombre reverbero deriva de la consideración de que reverbera de calor (irradia) desde el techo y las paredes del horno en el baño de metal fundido.

Los hornos de reverbero son de poca altura y gran longitud. En uno de los extremos se encuentra el hogar donde se quema el combustible, y en el extremo opuesto la chimenea. Las llamas y productos de la combustión atraviesan el horno y son dirigidos, por la bóveda de forma adecuada hacia la solera del horno, donde está situada la carga del metal que se desea fundir. Esta carga se calienta, no solo por su contacto con las llamas y gases calientes sino también por el calor de radiación de la bóveda del horno de reverbero.

Los hornos de reverbero típicos de aluminio presentan una eficiencia energética (relación de la cantidad de calor absorbido por la materia prima a la cantidad de calor del combustible total consumido) del 15% al 39%, que puede ser aumentada (15%) por recuperación. [11]



**Figura 5.** Esquema de un horno de reverbero. [11]

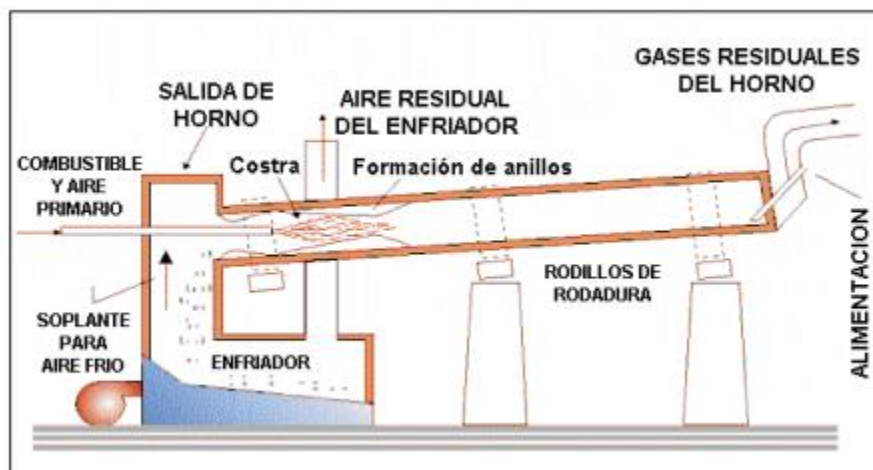
Las principales ventajas proporcionadas por hornos de fusión reverbero, son la tasa de volumen de procesamiento, y los bajos costos de operación y mantenimiento. Sus desventajas son las altas tasas de oxidación de metal, baja eficiencia y requerimientos de grandes espacios. [11]

#### **2.4.2 HORNO ROTATORIO**

Consiste en un tambor de acero guarnecido interiormente con ladrillos refractarios, que descansa en sus dos extremidades sobre dos pares de rodillos. Puerta de carga y agujero de colada, en una de las dos paredes frontales; quemador y salida de gases, en la otra. Aventura con mucho a los hornos estacionarios en orden a eficiencia técnica, ya que además de calentarse la carga por el contacto de las llamas y gases y por la radiación de la bóveda caliente, se calienta también por el contacto directo con la parte superior del horno, que al girar queda bajo la carga. Con esto se consigue un notable acortamiento del tiempo de fusión, pues se logra

evitar el efecto aislante de la capa de escorias, que flota sobre el baño, que en los hornos de reverbero ordinarios dificulta el calentamiento de la masa del metal. [12]

Los hornos rotatorios se han considerado como hornos de reverbero perfeccionados, ya que además de calentarse la carga por el contacto de las llamas y gases y por la radiación de la bóveda caliente, se calienta también por el contacto directo con la parte superior del horno, que al girar queda bajo la carga. Con esto se consigue un notable acortamiento del tiempo de fusión, pues se logra evitar el efecto aislante de la capa de escorias, que flota sobre el baño, que en los hornos de reverbero ordinarios dificulta el calentamiento de la masa del metal. También se construyen hornos oscilantes que no llegan a girar, sino solamente oscilar de un lado a otro. Los hornos rotatorios se emplean para fundir toda clase de metales y aleaciones, como cobre, bronce, latón, aluminio, fundiciones, maleables, aceros, etc. [12]



**Figura 6.** Esquema de horno rotatorio para fundición de aluminio. [1]

### 2.4.3 HORNO DE CRISOL

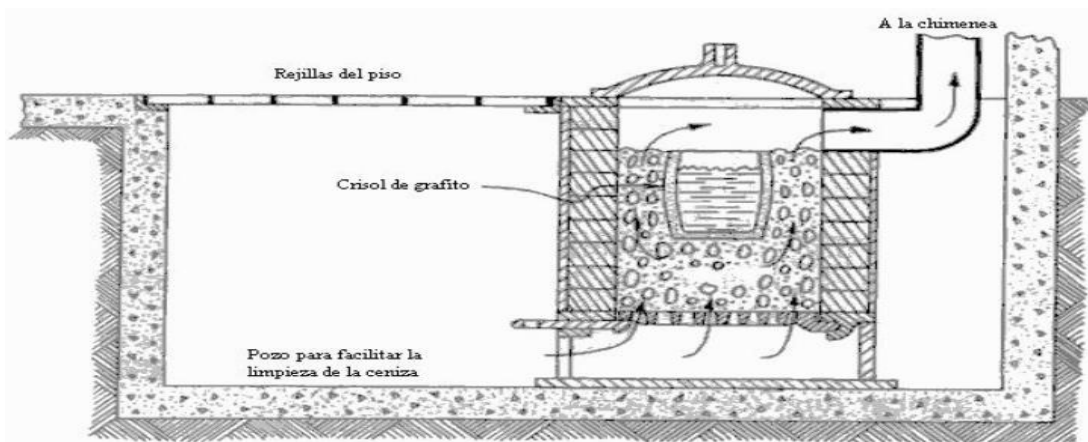
Los crisoles son recipientes de arcilla mezclada con grafito y otros materiales, provistos de tapa, que una vez cargados y cerrados se caldean en los denominados hornos de crisoles, utilizando como combustible carbón o gas este último más modernamente.

En estos tipos de hornos se calienta primero el crisol vacío, al principio suavemente, con la menor llama posible que puedan dar los quemadores durante los primeros

10 min. Después se aumenta por etapas la velocidad de calentamiento hasta, que el crisol se ponga al rojo, en cuyo momento se le carga y se pone el quemador al máximo. El tiempo necesario para llevar los crisoles al rojo debe ser de, aproximadamente 45 min. [13]

La alimentación en este tipo de hornos es directamente en la boca del crisol, una de las ventajas de este tipo de fundición es que se puede modificar la cantidad de escoria o de metal agregado, una de sus grandes desventajas es que solo se pueden fundir cantidades muy pequeñas a comparación de otros hornos.

La principal desventaja de un horno de crisol es el contacto directo que se tiene con el aire y con los demás gases de la atmosfera, ya que estos oxidan al metal líquido y estos representan problemas al combinarse con el metal fundido, dejando mayor cantidad de escorias y disolviendo hidrogeno en el aluminio provocando defectos en la pieza. [13]



**Figura 7.** Esquema de horno de crisol. [14]

#### **2.4.4 HORNO DE RESISTENCIA**

Los hornos de resistencia tienen grandes ventajas para la fusión de los metales pueden obtenerse temperaturas muy elevadas hasta de 3500°C en algunos tipos

de hornos de resistencia, puede controlarse la velocidad de elevación de temperatura, y mantener estas condiciones entre límites muy precisos, con regulaciones completamente automáticas, la carga queda libre de contaminación, puede controlarse perfectamente la atmósfera en contacto con la masa fundida, haciéndola oxidante o reductora a voluntad, incluso en algunos tipos de horno puede operarse en vacío, además tienen mayor duración los revestimientos, se instalan en espacios reducidos y su operación se realiza con mayor higiene que en otro tipo de hornos. [13]



**Figura 8.** Esquema de horno de resistencia.

## **2.5 ESCORIAS DE ALUMINIO**

La escoria depende de muchos factores para su formación, desde una inadecuada clasificación, condiciones de la chatarra, hasta el tipo del horno, la temperatura de trabajo, el manejo del metal, la técnica de fusión entre otros.

Al realizarse una fusión de aluminio se obtienen normalmente un producto y un deshecho. Este desecho es el producto de las reacciones entre los metales de la aleación y el oxígeno del aire principalmente, también lo constituyen las sales usadas como fundentes las cuales se componen principalmente de NaCl y KCl y alguna criolita adicional o  $\text{CaF}_2$ . [12]



Cuando el metal entra en contacto con el aire, se forma óxido de aluminio en la superficie de la masa fundida. La sal protege el metal de la atmósfera reactiva y facilita la aglomeración y separación de este, aumentando con ello la recuperación de aluminio líquido. También mejora la transferencia de calor al metal, previene la oxidación y recoge los contaminantes, tales como óxidos, nitruros, carburos y otros contenidos en la chatarra o producidos por reacciones durante el proceso de fusión. [1]

Cuando se expone una superficie de aluminio líquido, la primera película de óxido que se forma sobre esta, es la responsable de proteger en la forma de  $Al_2O_3$  amorfa. Esta película continúa creciendo, antes de transformarse en otras formas cristalinas de óxidos. Como las películas de óxido más gruesas y viejas tienden a fracturarse debido a las tensiones, que se generen internamente. Con el tiempo la fase amorfa sufre una transformación a alúmina cristalina, que se denomina gamma alúmina. [1]

La fase amorfa es la que actúa como película protectora del metal líquido. Estas fases protectoras parecen estabilizarse por la presencia de iones hidroxilo  $OH^-$  provenientes del vapor de agua, que a su vez se origina como producto de las reacciones de combustión que ocurren en los quemadores del horno.

Los componentes no metálicos de la mezcla cruda están completamente absorbidos por el fundente líquido, formando luego del enfriamiento la llamada escoria. El óxido en la escoria (en la mezcla bruta) presenta la forma de una red continua, donde el aluminio permanece atrapado. Este desecho llamado escoria puede clasificarse en tres tipos de escoria.

Escoria blanca (White Dross): Escoria de aluminio con el color característico del aluminio, contiene entre un 15% y un 70% de aluminio metálico, combinado con sales y óxidos de aluminio. [1]

Escoria negra (Black Dross): Escoria de aluminio con un color negro característico de las sales quemadas, es un producto general de la metalurgia secundaria del aluminio.

Escoria concentrada (Saltcake): Esta caracterizado por un gran contenido de sales y poco contenido de aluminio metálico y algunas otras escorias. Al igual que la escoria negra este presente colores muy oscuros.

Las escorias tienden a localizarse así:

- Sobre la superficie, flotando, los cuales son fundentes menos densos que el aluminio y de metales ligeros y de óxidos no cristalinos y porosos que tienden a flotar, por la cantidad de gases que disuelven.
- En el fondo del horno, decantados. Serán metales pesados u óxidos cristalinos grandes y compactos, nucleando a compuestos de alto punto de fusión.
- Junto a las paredes del horno, formando costras.

La presencia de una cantidad excesiva de metal en la escoria será el indicio de una escorificación deficiente o de una temperatura en el horno por debajo de la necesaria para una buena fluidificación de las escorias. [1]

Uno de los mayores problemas de la escoria de aluminio es en el medio ambiente, ya que al estar en contacto con el agua desprende gases tóxicos y esto genera contaminación y un difícil manejo de las escorias. [1]

## **2.6 FUNDENTES**

El proceso de fusión de los materiales de aluminio, se lleva a cabo bajo una capa de sal, que absorbe los óxidos y los contaminantes de la chatarra y protege al aluminio fundido de pérdidas por oxidación. La capa de sal se compone principalmente de NaCl y KCl y alguna criolita adicional o CaF<sub>2</sub>. En el proceso de fundición con sales, el horno se carga con el material de aluminio a fundir y se añade el fundente salino (hasta 50% de la alimentación). [16]

Los fundentes son productos químicos agregados para modificar algún aspecto de la fundición de un material, como la fluidez, la afinidad a la oxidación etc.

Los fundentes tienen tres aspectos físicos son: sólidos y líquidos aunque la mayoría de fundentes se presentan en forma de sales.

Existen diferentes tipos de fundentes los cuales se clasifican de acuerdo al tipo de función que realizan en el material fundido.

- Fundentes de recubrimiento. Son aquellos que por medios físicos forman una cubierta en la superficie del metal fundido para inhibir su contacto con agentes oxidantes.
- Fundentes desgasificantes. Realizan la función de capturar y retirar los gases solubles en el baño metálico.
- Fundentes modificadores o refinadores. Materiales químicos que modifican la estructura final del metal colado.
- Fundentes escorificantes. Sirven para aglutinar las escorias para mejorar y facilitar el retiro de metal fundido.

Otra clasificación se basa en el carácter químico del fundente con respecto a la carga líquida: fundentes oxidantes, fundentes reductores los cuales son los más comunes, o los agentes neutros. [16]

Un punto importante de las sales fundentes para aleaciones de aluminio es que deben de cumplir con ciertas características:

- Punto de fusión bajo.
- Fácilmente desechable.
- Baja viscosidad.
- Tratamiento de bajo costo.
- Costos bajos.
- No higroscópico.
- Que no reaccione con el crisol.

- Baja presión de vapor.
- Menor densidad que el metal

La elección de los tipos de fundentes a utilizar depende del tipo de materia prima y del horno disponible para la fundición, siendo su función múltiple: [16]

Permite la transferencia de calor al metal y contribuye a aislar el metal de la atmósfera, evitando su oxidación. Para que se pueda producir, es necesario que en el horno se alcance una temperatura suficiente para fundir la sal y que sobrenade en el metal.

Tienen la misión de dispersar mecánicamente los óxidos y sustancias metálicas o no metálicas sólidas presentes en el horno. Algunos fundentes pueden reaccionar químicamente con los óxidos de aluminio, disolviéndolos. [16]

Los fundentes más usados para la industria de fundición de aluminio son el KCl y NaCl esto se debe a que a que muestran un carácter neutro con respecto a los baños metálicos es decir no reduce ni oxida al metal, así las sales presentan un comportamiento isomorfo y en su punto eutéctico se presenta un punto de fusión de 667°C el cual funciona para bajar la temperatura para un buen trabajado del aluminio.

Los cloruros son muy importantes en la recuperación de aluminio ya que evitan la oxidación del metal, sin embargo, su influencia en la coalescencia de las gotas de aluminio es mínima. Los cloruros crean una barrera protectora alrededor de los materiales para evitar la oxidación del aluminio contenido en el material. En el caso de la escoria también favorece la remoción parcial de la capa de espinela. [17]

Los fluoruros son muy eficientes para mejorar la coalescencia debido a que tienen la capacidad de disminuir la viscosidad de la mezcla de sales fundida. Este hecho permite que las gotas de aluminio se muevan con mayor facilidad, consecuentemente existen mejores condiciones para que las mismas se unan al baño del metal fundido. Adicionalmente, estas sales presentan la capacidad para

solubilizar los óxidos, por lo que concentraciones relativamente altas permiten mayor disolución de la capa superficial de óxido. De esta forma, se dice que las adiciones de sales de flúor se generan un ataque a las capas de óxido formadas y una disminución de la viscosidad de la mezcla de sales fundidas, lo cual permite un aumento de la recuperación de aluminio metálico. [17]

## **2.7 PROCESO DE RECUPERACION DE ESCORIAS**

La recuperación de escorias de aluminio se puede hacer por diferentes procesos como son; el proceso de sales fundidas el cual es un proceso electroquímico, o recuperación de fundente por medio de un diagrama ternario.

### **2.7.1 ELECTROMETALURGIA DE RECUPERACIÓN DE ALUMINIO POR SALES FUNDIDAS**

La alúmina se disuelve mediante un baño electrolítico de criolita fundida (fluoruro sódico), por la química del aluminio, el medio electrolítico no puede ser agua; de hecho, casi toda la producción comercial del aluminio durante los últimos 90 años ha sido un medio de criolita, en un recipiente de hierro revestido de carbón o grafito conocido como "crisol". El crisol actúa como cátodo, mientras que como ánodos se suelen utilizar unos electrodos de carbón de Soldberg. En el proceso Hall-Heroult se utilizan dos tipos de celdas, las que tienen ánodos múltiples precocidos, y las de ánodos autococidos o ánodo Soderberg. [17]

Entre el ánodo y el cátodo se hace circular una corriente eléctrica de bajo voltaje y alta intensidad (200-350 kA). En el proceso se reducen los iones de aluminio produciéndose aluminio metal en el cátodo y, por otro lado, se forma oxígeno en el ánodo de grafito que reacciona con el carbono produciendo CO<sub>2</sub>

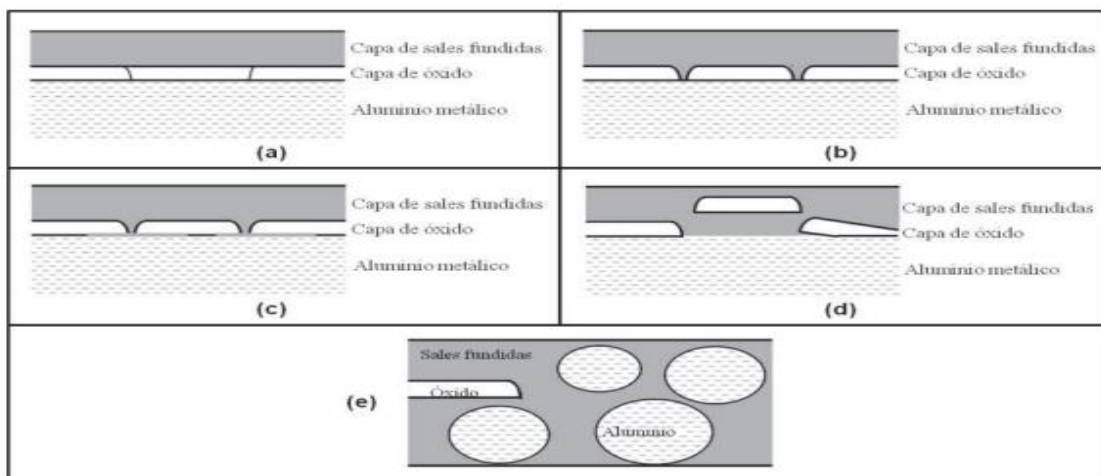
La reacción química total es la siguiente.



Esta reacción puede reducir la eficiencia de la película e incrementar el consumo de carbón de la misma. El aluminio formado al ser más denso que el electrolito se funde

en el fondo del baño y queda protegido de la oxidación.

Las sales alcalinas de flúor actúan como surfactantes, es decir, se encargan de disminuir la tensión interfacial entre el aluminio líquido y las sales fundidas. En general, las adiciones de sales de flúor se realizan hasta una concentración de 10 % molar en la mezcla de sales fundentes. La efectividad de cada sal tiene el siguiente orden creciente,  $\text{Na}_3\text{AlF}_6 < \text{LiF} < \text{CaF}_2 < \text{MgF}_2 < \text{NaF} < \text{KF}$ . Sin embargo, el NaF se vuelve más efectivo que el KF para concentraciones mayores que 10 % molar. Sin embargo, la adición de fluoruros no siempre es beneficiosa, puesto que estas sales presentan puntos de fusión superiores a  $950\text{ }^\circ\text{C}$ , lo cual ocasiona que la mezcla de sales fundida se vuelva más densa, lo cual limita su uso en este tipo de procesos. [17]



**Figura 9.** Mecanismo de remoción de la capa superficial de óxidos de aluminio. [17]

La ruptura de la capa superficial de óxido se atribuye a un ataque corrosivo generado por la presencia de la mezcla de sales fundida (a). Este ataque permite debilitar y fracturar la red de óxidos en los bordes (b), luego, las sales fundidas penetran las fracturas formadas (c), de este modo los fragmentos de óxidos se separan del aluminio (d). Es así que el metal queda libre y, a la vez, es protegido por las sales fundidas, de esta manera, se forman las gotas de aluminio líquido que posteriormente, se aglomerarán (e).

Los óxidos presentan una estructura parecida a unas pequeñas placas ásperas, los mismos que se disponen de tal manera que forman una red continua de material. Esto implica que presentan una alta superficie específica, lo cual favorece que el aluminio metálico sea atrapado al interior de la red de óxidos.

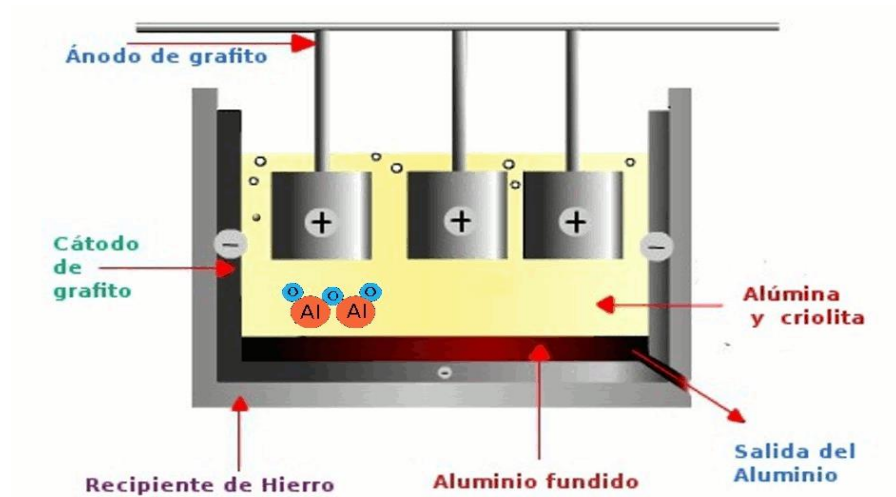
El metal que se separa en el horno de electrólisis se saca a intervalos regulares (aunque el fondo ha de quedar siempre cubierto). El aluminio líquido se extrae de la cuba por medio de un sifón utilizando el vacío para evitar tener que utilizar a esas temperaturas bombas y válvulas, y se calienta en un horno para separar del metal las partículas de criolita arrastradas y eliminar los gases disueltos y, finalmente, se cuela en barras o en moldes. [18]

El aluminio así obtenido tiene una pureza del 99,7-99,8%, aceptable para la mayoría de las aplicaciones. Sin embargo, para algún uso especial se necesita aluminio de alta pureza, especialmente si se requiere una ductilidad o conductividad elevada, con lo que es necesario el uso de celdas de refinado.

Otra posibilidad es que el aluminio obtenido se mezcle con determinados elementos (Fe, Si, Mg, Cu y Zn principalmente) formando distintos tipos de aleaciones con las propiedades mecánicas requeridas.

Lo normal es que el aluminio se obtenga en forma de lingotes para luego someterlo a distintos procesos que nos permiten obtener los semielaborados de aluminio: productos laminados, extrusionados, piezas forjadas, etc. [18]

Entre el ánodo y el cátodo se hace circular una corriente eléctrica de bajo voltaje y alta intensidad (200-350 kA). En el proceso se reducen los iones de aluminio produciéndose aluminio metal en el cátodo y, por otro lado, se forma oxígeno en el ánodo de grafito que reacciona con el carbono produciendo  $\text{CO}_2$



**Figura 10.** Horno de sales fundidas. [19]

## 2.8 TÉCNICAS DE ANÁLISIS QUÍMICO

Las técnicas de análisis químico han tenido un gran avance tecnológico durante los últimos años. En algunos casos la muestra se tiene que digerir, en algunos otros se puede analizar directamente.

Dependiendo del origen y de las características de análisis se determina la técnica más factible que cumpla con las características estipuladas. Algunos de los parámetros que se toman en cuenta son:

- Tipo de muestra
- Límites de detección
- Número de muestras
- Precisión requerida
- Número de analitos
- Habilidad del operador
- Costos operacionales

Las técnicas espectroscópicas atómicas consisten en transformar la muestra en átomos en estado de vapor (atomización) y medir la radiación electromagnética absorbida o emitida por dichos átomos. La mayor parte de la información útil desde



el punto de vista analítico se obtiene operando en las regiones ultravioleta, visible y la correspondiente a los rayos X.

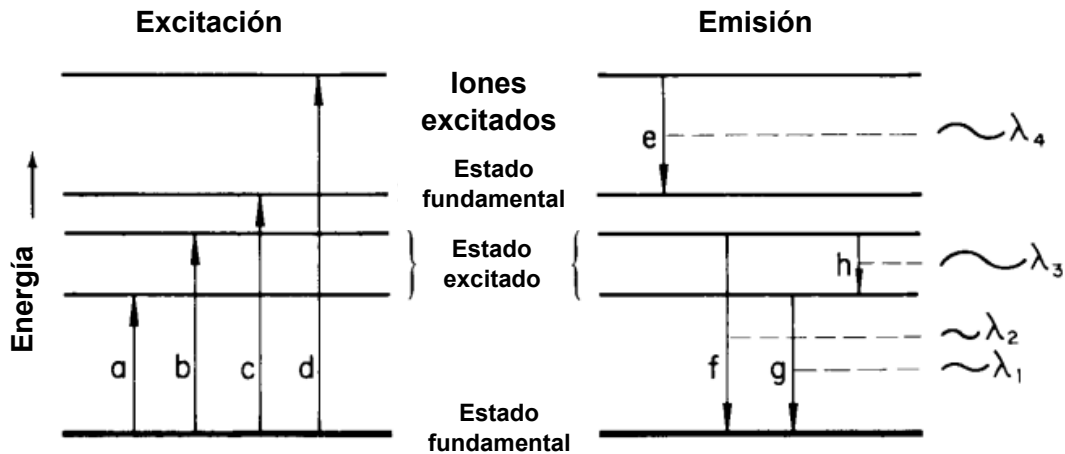
A diferencia de los espectros moleculares en las regiones UV y visible, que suelen consistir en una serie de bandas anchas, los espectros atómicos están constituidos por picos estrechos (teóricamente líneas) y bien definidos, originados por transiciones entre distintos niveles de energía electrónica (en los átomos aislados no existen, evidentemente, niveles vibracionales ni rotacionales). Esto explica la gran selectividad que suelen presentar estas técnicas. Asimismo, la sensibilidad también suele ser elevada y depende del número de átomos en estado fundamental (técnicas de absorción) y en estado activado (técnicas de emisión). [20]

### **2.8.1 ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ÓPTICA CON PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE (ICP-OES)**

Cuando un átomo se excita, un electrón de ese átomo aumenta su nivel de energía desde su orbital de estado fundamental en un orbital más alejado del núcleo y con un nivel de energía más alto, dicho átomo se dice que está en un estado excitado.

Un átomo es menos estable en su estado excitado; por lo tanto decaerá de nuevo al perder energía, la emisión de una partícula de radiación electromagnética, conocida como fotón. Como resultado de esta pérdida de energía, el electrón vuelve a un orbital más cercano al núcleo. Si la energía absorbida por un átomo es suficientemente alta, el electrón puede estar completamente dissociado del átomo, dejando un ion con una carga positiva neta.

La energía requerida para este proceso conocida como ionización es diferente para cada elemento, en la figura 11 se puede observar como las líneas representan los niveles de energía de un átomo; en donde las flechas verticales representan transiciones energéticas o cambios en la cantidad de energía de un electrón. Las diferencias de energía entre los niveles superiores e inferiores de una transición radiactiva definen la longitud de onda de la energía que está involucrada en esa transición. [20]



**Figura 11.** Diagrama del nivel energético que representa las transiciones de energía donde **a** y **b** representan la excitación, **c** es la ionización, **d** es la excitación de emisión y **f**, **g** y **h** son la emisión de átomos. [20]

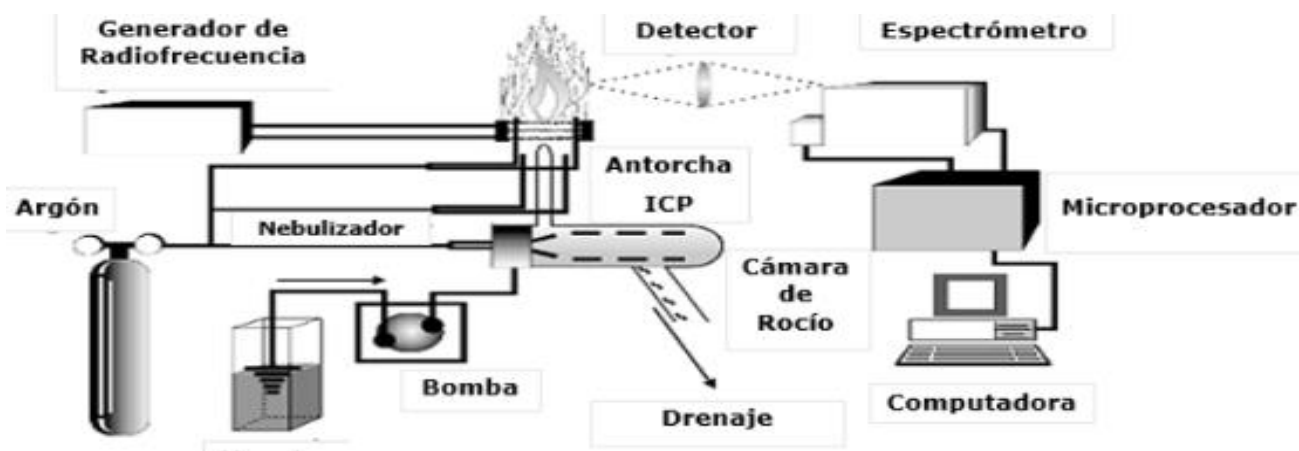
Con esta técnica se pueden identificar y cuantificar todos los elementos de la tabla periódica, a excepción del nitrógeno, oxígeno, halógenos y gases nobles, mediante su espectro de emisión utilizando el plasma como fuente de excitación.

### Límites de Detección ICP-OES

Li 0.3	Be 0.1											B 1	C 40	N na			
Na 3	Mg 0.1											Al 3	Si 4	P 30	S 30	Cl na	
K 20	Ca 0.02	Sc 0.3	V 0.5	Ti 0.5	Cr 2	Mn 0.4	Fe 2	Co 1	Ni 5	Cu 0.4	Zn 1	Ga 4	Ge 20	As 20	Se 50	Br na	
Rb 30	Sr 0.06	Y 0.3	Nb 5	Zr 0.8	Mo 3		Ru 6	Th 5	Pd 3	Ag 1	Cd 1	In 9	Sn 30	Sb 10	Te 10	I na	
Cs 10	Ba 0.1	La 1	Hf 4	Ta 15	W 8	Re 5	Os 0.4	Ir 5	Pt 10	Au 4	Hg 1	Tl 30	Pb 10	Bi 20			
			Ce 5	Pr 1	Nd 1		Sm 2	Eu 0.1	Gd 1	Tb 2	Dy 2	Ho 0.4	Er 1	Tm 0.6	Yb 0.3	Lu 0.2	
			Th 70		U 15												

**Figura 12.** Tabla periódica con límites de detección. [20]

La luz emitida por los átomos e iones excitados en el plasma se mide para obtener información sobre la muestra. Debido a que las especies excitadas en el plasma en esta radiación policromática deben ser separadas en longitudes de onda individuales por lo que la emisión de cada especie excitada se puede identificar y su intensidad se puede medir sin interferencia de la emisión. La separación de la luz de acuerdo a la longitud de onda es generalmente usando un monocromador que sirve para separar las longitudes de onda, una vez que ha sido separada de otras longitudes de onda es captada por un detector fotosensible tal como un fotomultiplicador o rejilla o un dispositivo de carga acoplada. [20]



**Figura 13.** Esquema del funcionamiento ICP-OES [20]

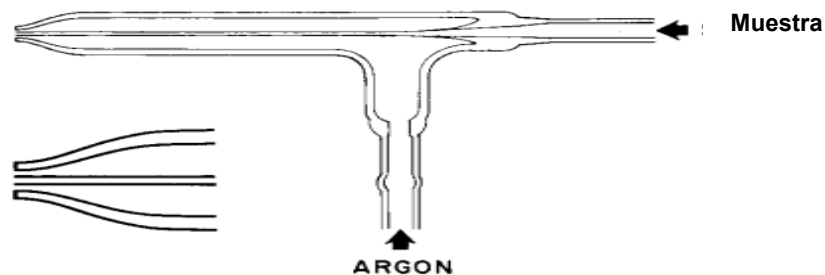
Un espectrómetro de emisión óptico de plasma para análisis elemental está constituido por los siguientes sistemas:

### 2.8.1.1. Nebulizador

Los nebulizadores son dispositivos que convierten un líquido en un aerosol para que pueda ser transportado al plasma. El proceso de nebulización es uno de los pasos más importantes de ICP-OES, el sistema de introducción de muestra ideal sería que se suministrase toda la muestra al plasma de una forma tal que el plasma pueda desolvatarse, vaporizarse, atomizarse e ionizar de forma reproducible y excitar así al electrón. Debido a que solo son útiles pequeñas gotitas en el ICP, la capacidad de producir gotitas pequeñas para una amplia variedad de muestras

determina en gran medida la utilidad de un nebulizador para el equipo. Muchas fuerzas se pueden utilizar para romper el líquido en un aerosol, sin embargo, solamente dos se han utilizado con éxito, fuerzas neumáticas y fuerzas ultrasónicas mecánicas, la mayoría de los nebulizadores son de uso neumático.

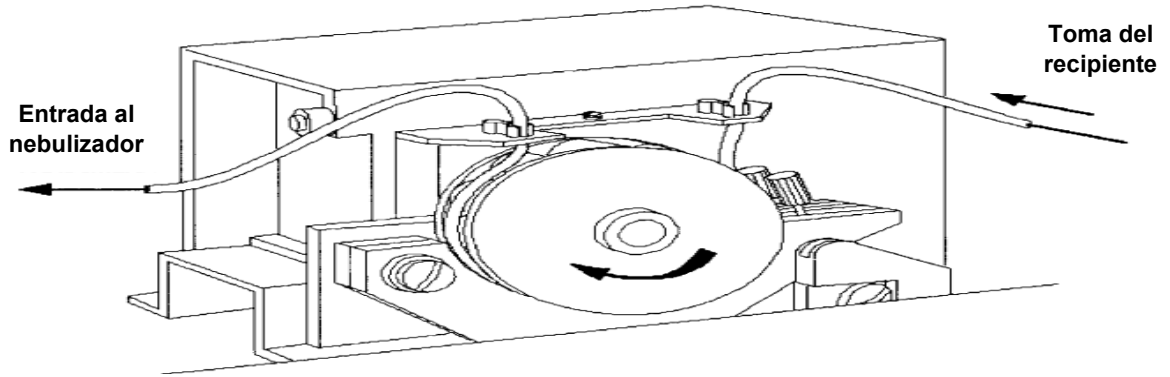
El nebulizador neumático más comúnmente utilizado se llama nebulizador concéntrico, en este nebulizador la solución se introduce por medio de un capilar a una región de baja presión creada por un gas que fluye rápidamente más allá del extremo del capilar, la baja presión y el gas de alta velocidad se combinan para romper la solución y convertirla en un aerosol. [20]



**Figura 14.** Nebulizador usado para ICP-OES. [20]

### **2.8.1.2. Bombas peristálticas**

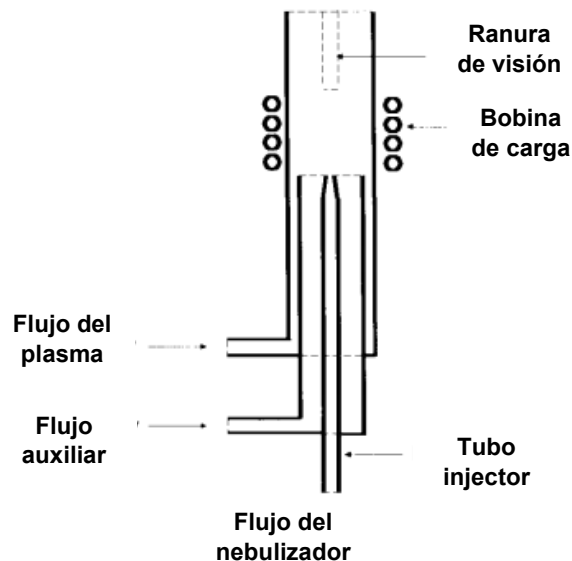
Las bombas peristálticas como la que se muestra en la figura 13 son casi exclusivamente bombas de elección para aplicaciones ICP-OES. Estas bombas utilizan una serie de rodillos que empujan la solución de la muestra a través del tubo usando un proceso conocido como peristalsis. La bomba no entra en contacto con la solución, solamente con el tubo que lleva la muestra al recipiente y de ahí pasa nebulizador. Por lo tanto, el potencial de contaminación de la solución que puede existir con otros tipos de bombas no es una preocupación. [20]



**Figura 15.** Bomba peristáltica. [20]

### 2.8.1.3. Antorcha

Las antorchas contienen tres tubos concéntricos para el flujo de argón y la inyección del aerosol, la separación entre los dos tubos exteriores se mantiene estrecha de modo que el flujo del plasma de gas inducido entre ellos emerge a alta velocidad. El caudal auxiliar de esta cámara está diseñada también para hacer que la espiral de gas tangencialmente alrededor de la cámara a medida que avanza hacia arriba. Una de las funciones de este gas es mantener las paredes de la antorcha frías por lo tanto este flujo de gas se llamó originalmente flujo de plasma, pero ahora es llamado flujo de gas exteriores. [20]



**Figura 16.** Esquema de una antorcha de ICP-OES [20]

#### 2.8.1.4. Generador de radio frecuencia.

El generador de radio frecuencia es el dispositivo que proporciona la potencia para la generación y mantenimiento de la descarga del plasma, esta potencia típicamente de 700 a 1500 vatios, se transfiere al gas de plasma a través de una bobina de carga que rodea la parte superior de la antorcha, la bobina actúa como una antena para el plasma se hace generalmente de tubos de cobre y se enfría con agua o gas durante el funcionamiento. [21]

#### 2.8.1.5. Sistema Óptico

La radiación producida por los elementos y moléculas es colectada por un sistema óptico, dicho sistema consta de prismas parabólicos que redireccionan la luz emitida. Esta luz pasa por una rejilla de difracción (Echelle), la cual tiene como función separar la luz policromática en radiación monocromática. Este proceso se genera por las líneas que tiene en su superficie la rejilla, normalmente este espejo tiene una intensidad de 600 a 4200 líneas por milímetro. [21]

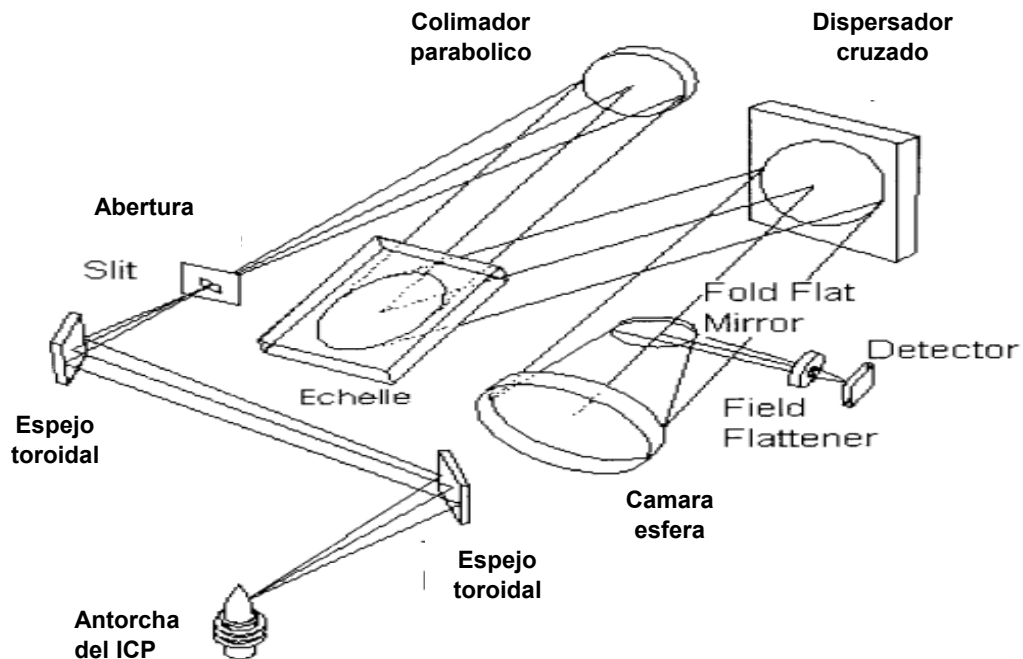


Figura 17. Montaje óptico de Echelle [21]

Cuanto más larga sea la longitud de onda y mayor sea la intensidad de la línea, mayor será el ángulo de difracción, para separar la luz policromática de forma predecible, la rejilla se incorpora un instrumento óptico denominado espectrómetro. La función del espectrómetro es formar la luz en un haz bien definido, dispersarlo de acuerdo con la longitud de onda y enfocar la luz dispersada sobre un plano o círculo de salida.

#### **2.8.1.6. Plasma**

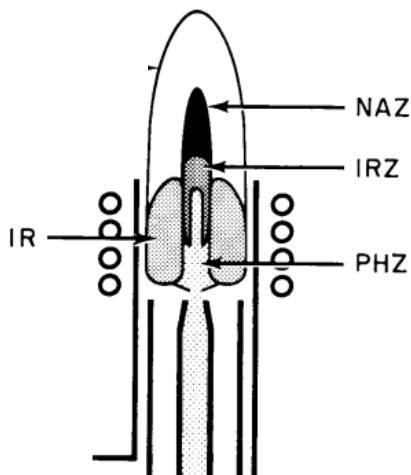
El plasma se define como un gas parcialmente ionizado, eléctricamente neutro en su conjunto y confinado en un campo electromagnético. Sus temperaturas (entre 4,000 y 10,000 °K) son notablemente superiores a las llamadas químicas, lo que fundamenta su aplicación como fuente de emisión en espectroscopia, donde se disocian las combinaciones químicas, incluidas las más refractarias. [21]

La ionización del gas argón continua en una reacción en cadena, rompiendo el gas en un plasma que consiste en electrones de argón y así el argón forma lo que se conoce como una descarga de plasma acoplado inductivamente, la descarga de ICP se sostiene dentro de la antorcha y la energía es transferida a través del proceso de acoplamiento inductivo.

El plasma se genera cuando el argón es dirigido a través de la antorcha, la cual consta de tres tubos concéntricos de cuarzo y se aplica el chispazo. El aerosol de la muestra se lleva entonces al centro del plasma por el flujo interno (o flujo del nebulizador). Las funciones de la descarga del ICP en este punto son varias, la primera función del plasma de alta temperatura es retirar el disolvente del aerosol, o desolvatarlo, por lo general dejando a la muestra como partículas de sal microscópicas. Los siguientes pasos implican la descomposición de las partículas de sal en un gas de moléculas individuales (vaporización) que luego se disuelven en átomos (atomización). [21]

Una vez que la muestra ha sido desolvatado el plasma tiene una o dos funciones restantes que son ionizar y excitar para que el átomo o ion den una radiación

característica uno. Los procesos de excitación e ionización ocurren predominantemente en la zona de radiación inicial (IRZ) y la zona analítica normal (NAZ). La NAZ es la región del plasma a partir de la cual se mide típicamente la emisión del analito. La temperatura del gas del centro del ICP es de aproximadamente 6800K. Los procesos de salida y de ionización ocurren previamente en la zona de radiación inicial (IRZ) y en la zona analítica normal (NAZ).



**Figura 18.** Zonas del ICP. **IR** Región de inducción, **PHZ** Zona de precalentamiento, **IRZ** zona inicial de radiación, **NAZ** Zona analítica normal.

#### 2.8.1.7 Cámara de rocío

La cámara de rocío mejora la calidad del aerosol eliminando gotas de mayor tamaño para así permitir el paso de la neblina de muestra ya fina al inyector.

#### 2.8.1.8 Inyector

El inyector es el encargado de transportar la muestra nebulizada desde la cámara hasta el interior del plasma, el más usado en ICP-OES es de alúmina ya que es el más resistente al ataque químico y a las altas temperaturas.

### 2.8.2 CURVA DE CALIBRACIÓN

Son gráficos que muestran la respuesta de un método analítico (señal) en función de cantidades conocidas de analito (concentraciones)



Las mediciones cuantitativas están basadas en la ley de Beer, la cual establece que la concentración es proporcional a la absorbancia ( $C=kA$ ). Es bien conocido, sin embargo, para la mayoría de los elementos, particularmente a concentraciones altas, la relación entre la concentración se desvía de la Ley de Beer y no es lineal.

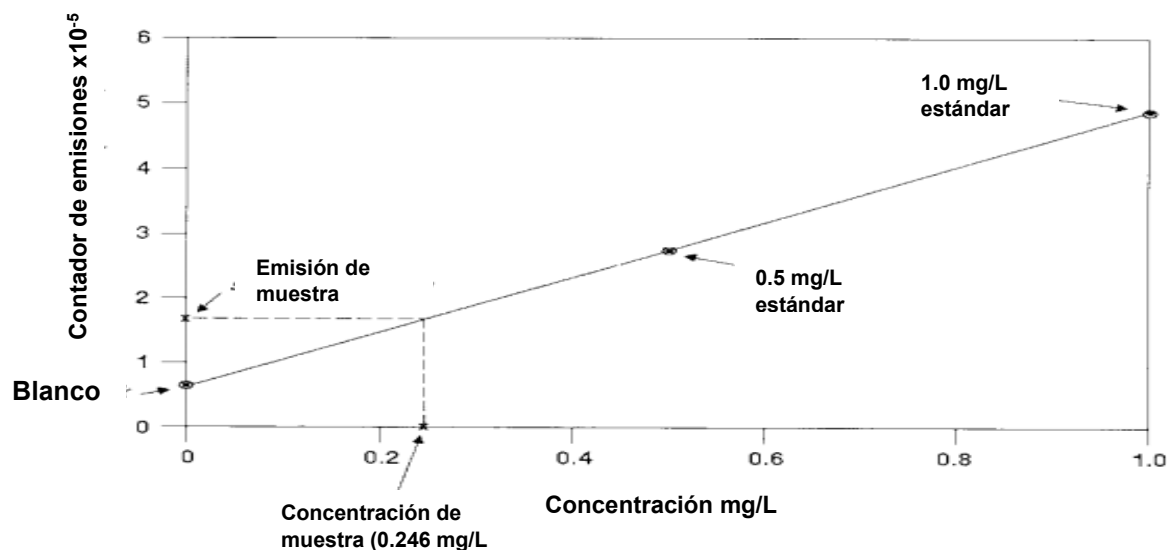


Figura 19. Curva de calibración.

### 2.8.3 ESPECTRÓMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

La absorción atómica es el proceso que ocurre cuando átomos de un elemento en estado fundamental absorben energía radiante a una longitud de onda específica. La cantidad de radiación absorbida aumenta al hacerlo el número de átomos del elemento presentes en el camino óptico, utilizándose esto con fines analíticos cuantitativos. La técnica permite la determinación de, al menos, unos 70 elementos en cantidades tan bajas como 10 - 14 g con razonable selectividad, pequeña manipulación y mínimo tamaño de muestra. Aunque inicialmente se utilizó solo para la determinación de elementos metálicos, se han desarrollado métodos indirectos que permiten la cuantificación de una gran variedad de aniones y de compuestos orgánicos. En la práctica, las muestras se vaporizan y se convierten en átomos libres, proceso denominado atomización. Sobre el vapor atómico originado se hace

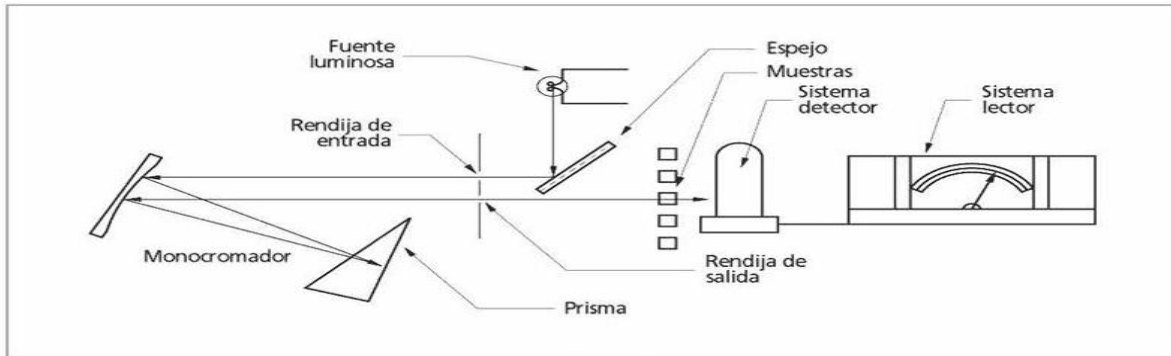
incidir la radiación electromagnética que será absorbida parcialmente por el analito. [20]

El espectro de absorción atómica de muchos elementos se origina por transiciones electrónicas desde el estado fundamental a estados excitados.

Un espectro de absorción atómica consta preferentemente de líneas de resonancia, que se producen como consecuencia de transiciones del estado fundamental a niveles superiores. En otros elementos, por su estructura electrónica más compleja, o por otros motivos, el número de transiciones permitidas es mucho mayor, y, con frecuencia, un gran número de líneas de resonancia aparecen muy próximas. En cualquier caso, la anchura de la mayor parte de las líneas atómicas es inherentemente muy pequeña (del orden de  $10^{-5}$  nm), e incluso en los casos en los que se produce el ensanchamiento de las líneas, por los motivos que se indicarán posteriormente, nunca exceden de  $10^{-2}$  nm. Por ello, los espectros de especies atómicas gaseosas están constituidos por un conjunto de líneas estrechas y bien definidas a longitudes de onda características, lo cual explica la gran selectividad de la técnica. Este hecho hace, sin embargo, que no pueda utilizarse una fuente de radiación continua para la excitación, como en otros métodos espectroscópicos, pues sería necesaria una anchura de banda espectral de unos  $5 \times 10^{-4}$  nm, lo cual excede la capacidad de la mayor parte de los monocromadores. Este problema se ha resuelto con la utilización de lámparas de cátodo hueco y otros dispositivos que se comentarán en la parte correspondiente a instrumentación. [20]

La llama aire–acetileno resulta apropiada para la atomización efectiva de un grupo numeroso de elementos. Esta llama es prácticamente transparente en una amplia zona espectral, y puede operarse en condiciones estequiométricas o débilmente oxidantes. Sin embargo, su temperatura no es lo suficientemente alta para disociar óxidos metálicos refractarios, para los cuales se hace necesario utilizar llamas más caloríficas. Esta llama proporciona espectrofotometría de absorción atómica a unos  $1000^{\circ}\text{C}$  más que cuando se utiliza aire como combustible, lo cual se debe, por una parte, a que la combustión es más rápida, ya que parte de la energía calorífica

producida en la combustión se utiliza para calentar el nitrógeno presente. Con las llamas que utilizan óxido nitroso se alcanzan temperaturas mayores a las que se logran utilizando aire como fuente de oxígeno. [20]



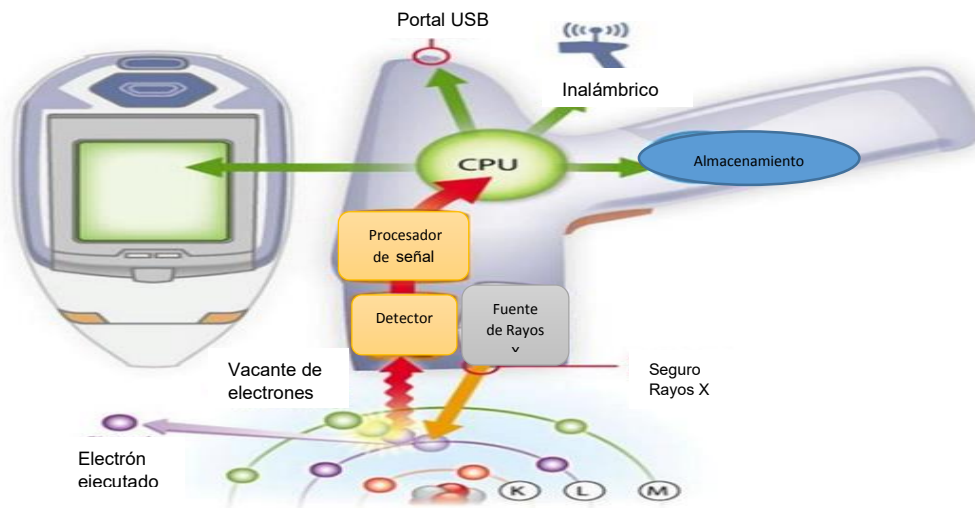
**Figura 20.** Esquema del funcionamiento de un equipo de absorción atómica.

### 2.8.3 ESPECTROSCOPIA DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Los rayos X fueron descubiertos por Wilhelm Conrad Roentgen en 1895. Son una radiación muy energética. Su energía dentro del espectro electromagnético está situada entre el lejano ultravioleta y los rayos gama (g). [20]

La espectrometría de fluorescencia de rayos X es una técnica de espectroscopia atómica. Esta se basa en las transiciones de electrones de los átomos que se producen cuando una radiación electromagnética de cierta energía incide con el material en estudio, produciendo una excitación del átomo, el cual pasa de un estado basal (estable) a otro de mayor energía (inestable) de lo que resultan transiciones en diferentes estados energéticos en el átomo, los cuales son únicos para cada átomo en particular. Esta característica se utiliza para la identificación de los analitos o compuestos que queremos analizar, por lo que es de gran utilidad en el análisis cualitativo.

Para que se dé el proceso de fluorescencia de rayos X, primero tiene que ocurrir la absorción fotoeléctrica por el elemento. La absorción fotoeléctrica por la muestra sucede cuando un fotón altamente energético proveniente de una radiación de rayos X interactúa con la materia. Cuando los átomos de la muestra a analizar absorben esta alta energía, un electrón de los más cercanos al núcleo de las capas internas K o L es expulsado del átomo. En este proceso de absorción, parte de la energía del fotón incidente de rayos X es utilizada para romper la energía de enlace del electrón interno del elemento y la energía restante acelera el electrón expulsado. Después de que el electrón es expulsado, el átomo queda en un estado altamente excitado y por lo tanto muy inestable. Para que se reestablezca la estabilidad, los electrones de las capas adyacentes llenaran el espacio vacante, al pasar un electrón de otra capa y con una energía diferente al del electrón saliente hay una diferencia de energía, la cual se emite en forma de radiación de rayos X. Precisamente, este proceso de emitir rayos X es conocido como fluorescencia de rayos X. El fotón de rayos X emitido tendrá una energía específica igual a la diferencia entre las dos energías de enlace de un electrón de las capas interna y adyacente, y esta energía es única para cada elemento. [20]

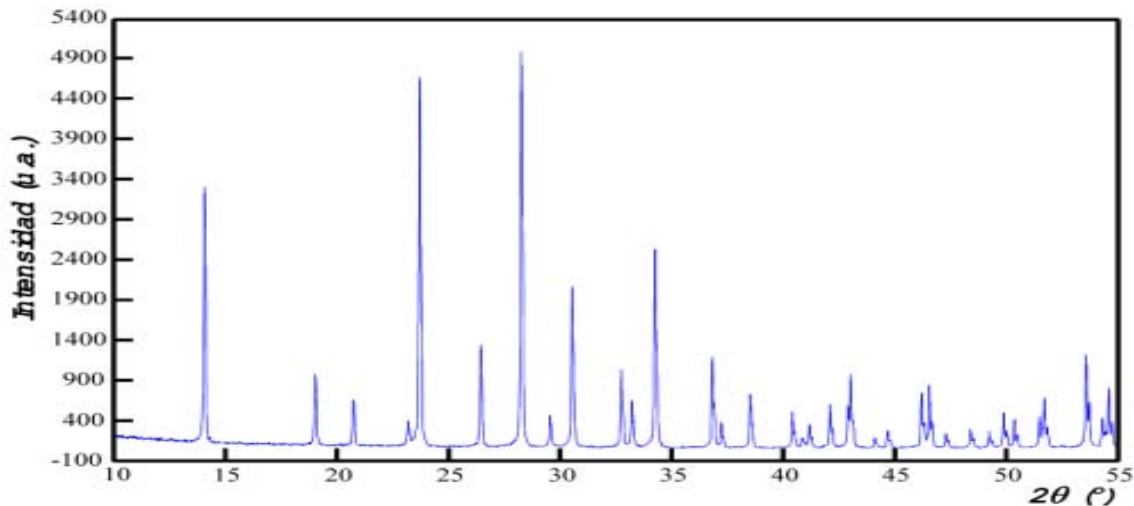


**Figura 21.** Esquema del funcionamiento de un equipo portátil de fluorescencia de rayos X. [22]

## 2.8.4 ESPECTROSCOPIA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X es una técnica analítica no destructiva y muy importante en la caracterización de materiales cristalinos, tales como los metales, cerámicos, intermetálicos, minerales, u otros compuestos orgánicos e inorgánicos.

La técnica de rayos X es utilizada para identificar las fases presentes en la muestra, desde materia prima, hasta un producto final. Esta técnica ha sido utilizada durante muchas décadas con gran éxito para proporcionar información precisa sobre la estructura de los materiales. La calidad de difracción suele ser limitada por la naturaleza y la energía de la radiación disponible, por la resolución del instrumento y por las características físicas y químicas de la muestra. [20]

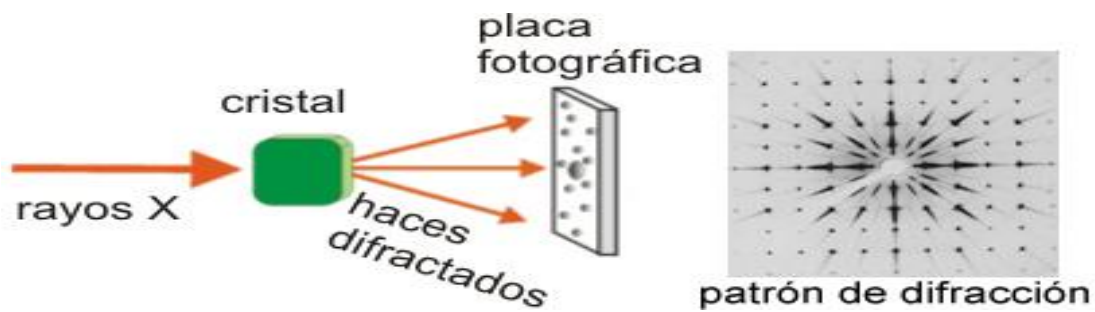


**Figura 22.** Patrón de una muestra sólida.

La difracción ocurre cuando una onda se encuentra una serie de obstáculos espaciados regularmente, tal que son capaces de dispersar la onda, siempre que las dimensiones del objeto que se estudian sean comparables en la magnitud de longitud de onda. Por otro lado, la difracción es consecuencia de las relaciones específicas de las fases que se establecen entre dos o más ondas que han sido dispersadas por obstáculos.

La relación de fase entre las ondas dispersadas, dependen de la diferencia de longitud del camino recorrido.

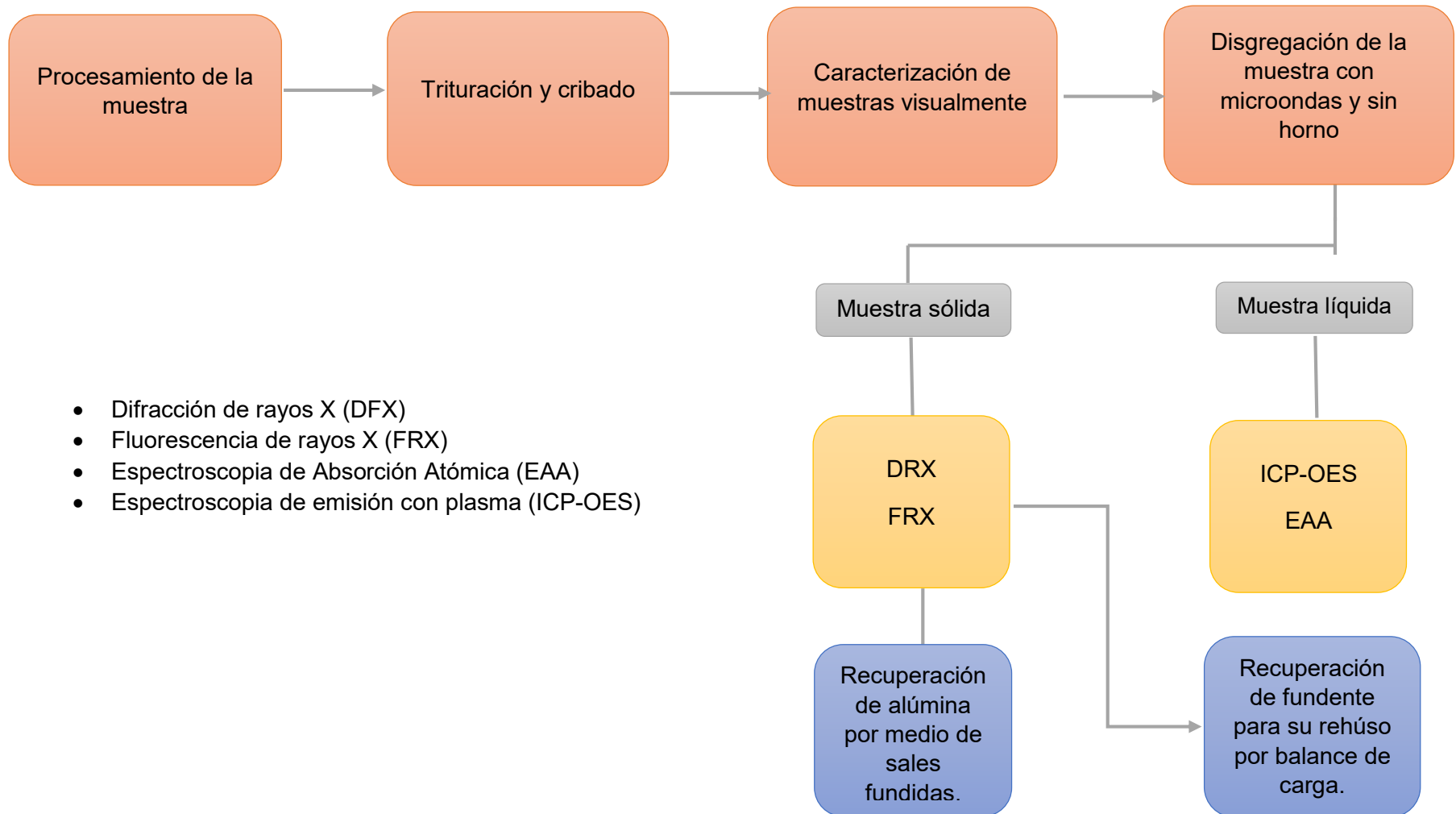
Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética que tiene una alta energía y longitudes de onda muy cortas, las longitudes de onda son del orden de los espacios atómicos de los sólidos. Cuando un haz de rayos X incide sobre un material sólido, una porción de este rayo se dispersa en todas las direcciones por los electrones asociados a cada átomo o ion que está dentro del camino del haz. [20]



**Figura 23.** Esquema del funcionamiento de DRX. [23]

## CAPÍTULO II

### 3. METODOLOGÍA DE TRABAJO



Con la finalidad de obtener una escoria homogénea las muestras fueron sometidas a un tratamiento físico, el cual consistió en un proceso de trituración para así disminuir el tamaño de partícula. Posteriormente se realizó un cribado de estas para obtener tamaños de partícula entre la malla 70 y 200.

Una vez obtenidas estas muestras se hizo un análisis visual para caracterizar cada una de las escorias, esto con el fin de seleccionar cuales eran las que tenían mayor valor metálico.

Después de esto se llevó a cabo dos tipos de ensayos, el no destructivo y el destructivo. En el análisis destructivo las muestras fueron sometidas a dos tipos de digestión, la digestión en horno de microondas analítico y la digestión en parrilla, esto con el propósito de observar las ventajas y desventajas que tiene cada método y así proponer una mejor alternativa para la metodología de este tipo de escorias.

Al finalizar con las disgregaciones se llevaron a analizar por medio del espectrómetro de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) y por espectroscopia de absorción atómica, para ello se necesitaron hacer curvas de calibración con estándares de concentraciones conocidas para poder tener un marco de referencia y así poder cuantificar la concentración de los diferentes elementos contenidos para las muestras problema.

Para los ensayos no destructivos las muestras fueron llevadas al equipo de fluorescencia de rayos X y difracción de rayos X para poder tener un concepto más grande de todo las fases y elementos contenidos en la muestra.

Todo esto se realizó para tener diferentes opciones para la recuperación del aluminio como son: recuperación por sales fundidas o recuperación de aluminio por balance de carga.



### 3.1 REACTIVOS Y EQUIPO UTILIZADO

El equipo y material utilizado para la caracterización de escorias se enlistan de la siguiente manera:

- Ácido nítrico grado reactivo.
- Ácido clorhídrico grado reactivo.
- Ácido fluorhídrico grado reactivo.
- Ácido sulfúrico grado reactivo.
- Balanza analítica. Ohaus Analytical Plus, resolución 0.0001g.
- Envases de propileno.
- Vasos de precipitados marca Pyrex, de diferentes volúmenes.
- Parrilla de calentamiento con agitación marca Thermolyne.
- Vidrios de reloj.
- Mufla.
- Espátula de acero inoxidable.
- Piseta con agua desionizada.
- Piseta con agua destilada.
- Criba N° #8, #50, #70, #120, #140, #200, #325, #400 Marca Fisher, ASTM - 11 (para un manejo más sencillo de los datos se usara un numero de referencia el cual se muestra en la tabla.

**Tabla 1.** Relación entre números de referencia y numero de malla.

N° Referencia	1	2	3	4	5	6	7	8
N°Malla	8	50	70	120	140	200	325	400

- Horno de microondas analítico marca Milestone modelo MLS 1200.
- Vasos de teflón.
- Equipo de absorción atómica Perkin Elmer AAS 3100.
- Equipo de fluorescencia de rayos X Thermo Scientific Niton XL3T.
- Equipo de difracción de rayos X EMPYREAN.
- Equipo de ICP-OES Perkin Elmer Optima 4300 DV.

- Micropipeta Fised Labsystems con puntas desechables.
- Matraces volumétricos marca Pyrex clase A capacidad de 100mL, 25 mL, 10 mL
- Botella de propileno 120 mL.
- Multielemental Quality Control Standard 21, Marca Perkin Elmer Pure.
- Quality Control Standard 7A 5% $\text{NH}_3$ /Tr.HF Lote 41-105AS.

### 3.2. CARACTERIZACIÓN DE ESCORIAS

Se realizó la inspección visual de las muestras de llegada por utilizando un microscopio óptico.



**Figura 24.** Horno de retención C4



**Figura 25.** Horno de retención C3



**Figura 26.** Escoria C4-3003.



**Figura 27.** Escoria sin identificar.

### 3.3 Tamaño óptimo de partícula.

Para obtener muestras representativas mucho más homogéneas, las escorias fueron sometidas al mismo proceso de muestreo para obtener el tamaño óptimo de partícula, el cual consistió en llevar el material a una trituradora para disminuir el tamaño de partícula de las escorias, se pesaron aproximadamente 100g para tener una base de cálculo y así clasificar las escorias.

Los 100 g fueron llevados a tamizar en cribas #8, #50, #70, #120, #140, #200, #325, #400, este proceso sirvió para saber si el tamaño de partícula influye en la concentración de aluminio por criba.

### 3.4 Digestión de las muestras

Se pesó aproximadamente 0.1g de muestra de todos los tamaños de malla. En vasos de precipitados de 50 ml, y se agregó una mezcla 1:1 de (Agua-HCl), la cual se dejó reposar durante 24 horas con agitación y se cubrió con un vidrio de reloj en una parrilla a 40 °C, esto con el fin de tener una digestión total entre el aluminio metálico y la escoria.

Posteriormente el filtrado de las muestras se aforó en matraces de 100 ml y se vaciaron en recipientes previamente etiquetados para evitar confusiones en el manejo de las muestras durante en análisis por ICP-OES y absorción atómica.

La muestra solida fue secada en la mufla a 400°C para eliminar el exceso de agua que llegase a tener, esto con el fin de tener lecturas más precisas en difracción y fluorescencia de rayos X.

### 3.5 Digestión en Horno de Microondas

**Tabla 2.** Rutina para digestión asistida por horno de microondas.

	Primer paso	Segundo paso	Tercer paso	Cuarto paso	Quinto paso
Potencia	250 W	0 W	600 W	500 W	400 W
Tiempo	2 minutos	2 minutos	5 minutos	5 minutos	5 minutos

Tres muestras de la malla #200 fueron llevadas a digestión acida mediante horno de microondas analítico MLS 1200 MEGA, que de acuerdo con el programa 3 elegido del manual del instrumento (tabla 2), indica la relación del manual Microwave para el método de escoria ya que en la muestra se encuentran presentes varias fases.

Para la disgregación en el microondas se pesó aproximadamente 0.1g de muestra la cual se adicionó en dos vasos de teflón con papel encerado, cuidando que la muestra no tocara el vaso ya que así se tiene perdida de material. Se adicionó una

mezcla de ácidos concentrados cuidadosamente con las cantidades que se muestran en la tabla 3.

**Tabla 3.** Relación de ácidos para el método 1.

HCl	HNO <sub>3</sub>	HF
2 ml	6 ml	1 ml

Se marcó un blanco en un vaso de teflón en el cual se agregaron las mismas cantidades marcadas en la tabla 3. Después de que acabó el procedimiento de la tabla 2 las muestras se dejaron unos minutos dentro del horno de microondas analítico con su sello de emergencia por si aún quedaba gas producido de la reacción en el carrete esto con el fin de que las tapas no se rompieran por la presión contenida en ellas, después de la digestión se llevó todo el sistema a una recirculación de agua para enfriar las muestras.

El líquido resultado del proceso se vació en matraces de plástico de 100 ml para poder aforarlos, posteriormente se traspasó a envases de propileno previamente etiquetados de la siguiente manera.

**Tabla 4.** Etiquetado de las muestras.

Muestra C4	Muestra C3	Muestra S/Identificar	Muestra C4-3003
C4 8	C3 8	S/Identificar 8	C4-3003 8
C4 50	C3 50	S/Identificar 50	C4-3003 50
C4 70	C3 70	S/Identificar 70	C4-3003 70
C4 120	C3 120	S/Identificar 120	C4-3003 120
C4 140	C3 140	S/Identificar 140	C4-3003 140
C4 200	C3 200	S/Identificar 200	C4-3003 200
C4 325	C3 325	S/Identificar 325	C4-3003 325
C4 400	C3 400	S/Identificar 400	C4-3003 400

### 3.6 Espectroscopia de Absorción Atómica

El análisis se hizo con un equipo Perkin Elmer AAS 3100, para comenzar con este análisis lo primero que se hizo fue preparar estándares los cuales están dados en 1000 ppm para hacer la curva de calibración, se colocó la lámpara y se ajustaron las condiciones del elemento a leer (longitud de onda, slit, etc.), se optimizó el equipo variando el flujo de gases, la energía máxima de la lámpara y mover el quemador para que no hubiera interferencias.

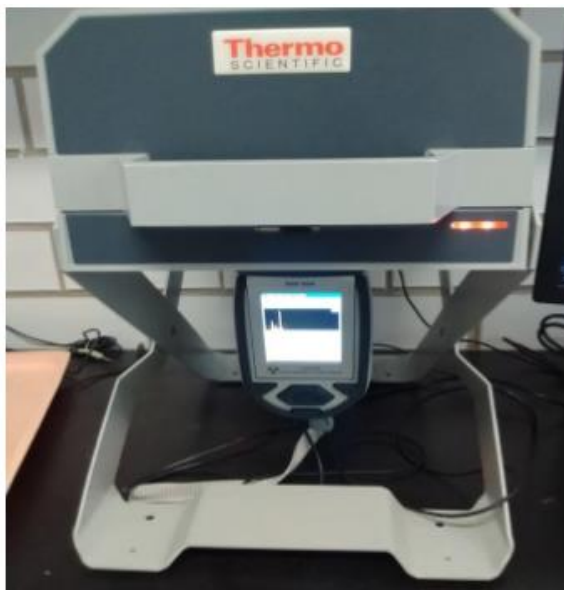
**Tabla 5.** Condiciones estándar para absorción atómica.

Elemento	Longitud de onda	SBW (nm)	Concentración de verificación	Gases- flama
Al	309.3	0.7	50.0	N-Ac

Se prepararon estándares que cubrieran el intervalo adecuado de concentración y así poder medir la respuesta del procedimiento analítico, para la preparación de los puntos se utilizaron soluciones de aluminio aforando con agua destilada de las siguientes concentraciones: 50, 100, 200 ppm y para su lectura se ocuparon las condiciones de la tabla 5.

### 3.7 Fluorescencia de Rayos X

El análisis se hizo con un equipo “Thermo Scientific Niton XL3T”, las muestras fueron leídas en la modalidad “mina” (ppm) ya que el aluminio es un elemento ligero y el equipo no lee elementos ligeros menores al número atómico 14 (Si), no se pone en modo suelo (mg/Kg). Las muestras se analizaron de la siguiente manera, se colocó la pistola de Rayos X a cierta distancia de la muestra y comenzó la lectura, esto tardó 80 segundos por corrida, se analizó escoria lixiviada y escoria no lixiviada por triplicado para tener mejores resultados.



**Figura 28.** Equipo de Fluorescencia de Rayos X (Thermo Scientific)

En la figura 28 se observa el equipo utilizado para el siguiente estudio que fue llevado a cabo para obtener más información y corroborar que otros elementos se encontraban en las escorias a caracterizar.

Los elementos encontrados en mayor proporción fueron Cu, Fe, Mn, Ti, Ca, K, Al.

### 3.8 Espectroscopia de emisión óptica con plasma (ICP-OES)

Los análisis se hicieron en un equipo ICP-OES Perkin Elmer Optima 4300 DV. El equipo cuenta con el software WinLab 32 en el cual se mueven las condiciones del proceso para el momento de la lectura con el fin de lograr la máxima sensibilidad y precisión en el equipo.

Para la preparación de la curva de calibración se hicieron dos estándares de referencia los cuales se muestran a continuación:

**Tabla 6.** Estándar 7A de referencia para calibración.

Quality Control Standard 7 A	
Concentración	Elemento
1000 mg/L	K
500 mg/L	Si
100 mg/L	Al, B, Ba, Na
50 mg/L	Ag

**Tabla 7.** Estándar 21 de referencia para calibración.

Quality Control Standard 21	
Concentración	Elemento
1000 mg/L	As, Be, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sr, Ti, Tl, V, Zn

Se determinaron 4 puntos para obtener mejores resultados. Las diluciones fueron calculadas de acuerdo con la ecuación siguiente

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

**Ecuación 5**

Donde

$C_1$  = Concentración del estándar de calibración.

$C_2$  = Concentración de la solución que se necesita.

$V_1$  = Volumen requerido

$V_2$  = Volumen de aforo que se requiere



**Tabla 8.** Preparación de la curva de calibración.

Concentración [mg/L]	Volumen de la alícuota [mL]	Volumen de aforo [mL]
0.1	0.1	100
1	1	100
5	1.25	25
10	1	10

El equipo necesita un precalentamiento de 4 horas aproximadamente, en el cual el detector y espectrómetro alcanzan la temperatura adecuada (-40°C) para comenzar con el análisis.

Se procedió a colocar la cámara Scott ya que se utilizó HF para la digestión, se hizo una prueba para ver si el goteo era continuo esto con el fin de tener una buena lectura de muestras y sin ninguna fuga por donde pudiera entrar el aire esto con el fin de no tener una mala lectura, a continuación se encendió el recirculador, el extractor y se abrió el tanque de argón verificando que la presión se encontrara a 80 psi. Se continuó a ajustar los parámetros de operación del sistema como se muestra en la tabla 6.

**Tabla 9.** Parámetros de operación de ICP-OES

Flujo del plasma	Flujo Auxiliar	Flujo del Nebulizador	Potencia	Flujo de bomba
15 L/min	0.2 L/min	0.5 L/min	1500 W	2 ml/min

En el software se colocaron los parámetros a utilizar para hacer el método como fueron:

- Nombres y numero de muestras a leer
- Orden de lectura (estándares, muestras blanco) teniendo en cuenta que el blanco se lee cada 10 muestras para no perder la calibración del equipo
- El tiempo de lectura

- El número de lecturas de cada muestra
- La ecuación de calibración
- Flujos de bomba, argón y nebulizador

Por último, se alinea la óptica con la posición de la antorcha con el fin de obtener la mayor intensidad en cada señal con la menor cantidad de interferencias posibles y así poder cuantificar los analitos deseados, se llevó a cabo con el elemento magnesio ya que contribuye en la optimización de elementos fácilmente ionizables y de elementos que requieren mayor energía para lograr su excitación. En la figura 25 se muestra el equipo utilizado para los análisis de ICP-OES.



**Figura 29.** Equipo de Espectroscopia de emisión atómica con plasma por acoplamiento inductivo (ICP-OES).

### 3.9 Difracción de Rayos X

Las muestras se analizaron utilizando un equipo marca EMPYREAN equipado con filtro de Ni y tubo de cobre de foco fino, La muestra se colocó en un porta muestras sin señal de fondo (zero background holder), totalmente molida para que la lectura pudiera ser homogénea en todos los puntos analizados, se colocaron las condiciones en el software del equipo (puntos de lectura, tiempo la leer la muestra)

y por último se hizo un procesamiento en el software la cual comienza con una regresión lineal para buscar zonas cristalinas, las fases más cercanas a las puntas del difractograma, todo esto se hizo en la base de datos del equipo con el fin de saber las fases presentes. En la siguiente imagen se observa el equipo utilizado para las lecturas de difracción de rayos X.



**Figura 30.** Equipo de Difracción de Rayos X EMPYREAN.

### CAPÍTULO III

#### 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

##### 4.1 Inspección Visual

Tabla 10. Descripción de las muestras a caracterizar.

Muestra	Características	Imagen
Corundum, horno de retención C4	La escoria tiene un color gris con tonalidades blancas, contiene una gran cantidad de aluminio metálico y es mucho más densa que las otras tres muestras, además de que se muestra en una sola pieza.	 Una muestra de escoria de Corundum, horno de retención C4. Se trata de una sola pieza grande, fragmentada, con un color gris claro y tonos blancos. La superficie parece rugosa y porosa. Una etiqueta blanca con el texto 'Corundum Horno de retención C4' está colocada sobre la muestra.
Corundum, horno de retención C3	Escoria color gris con más tonalidades metálicas, blancas y grisáceas, la muestra se observa quemada a comparación de la anterior, además de que es más ligera que la C4.	 Una muestra de escoria de Corundum, horno de retención C3. La muestra está compuesta por varias piezas más pequeñas y fragmentadas que la muestra C4. El color es gris con tonos metálicos, blancos y grisáceos. Una etiqueta blanca con el texto 'Corundum Horno de retención C3' está colocada sobre la muestra.
Escoria C4-3003	La mayoría de esta escoria es casi polvo de tonalidad gris fuerte, más ligera que la C4, muchas zonas plateadas con blanco y más fácil de deshacer.	 Una muestra de escoria C4-3003. La muestra es más fragmentada y parece tener una estructura más esponjosa y ligera que las otras. El color es gris fuerte con zonas plateadas y blancas. Una etiqueta blanca con el texto 'Escoria C4-3003' está colocada sobre la muestra.
Escoria sin identificar	Muestra densa, de tono gris con muchas partes blancas y muy pocas tonalidades plateadas, es la más pesada de las cuatro muestras. Muy difícil de deshacer.	 Una muestra de escoria sin identificar. La muestra es una sola pieza grande, fragmentada, con un color gris oscuro y tonos blancos. La superficie parece rugosa y porosa. Una etiqueta blanca con el texto 'Escoria de Al No identificada' está colocada sobre la muestra.

Para comenzar este capítulo se explicará la tabla 10, en la cual se encuentra la descripción de las muestras de estudio, su caracterización visual, dicha inspección se realizó con un microscopio óptico, este paso fue esencial en la determinación de componentes, se diferenciaron los tipos de fases que contenía el material, de acuerdo a sus características como: color, peso, textura, compactación, etc. Estas fases distinguibles a simple vista son: aluminio metálico, fundente y óxido de aluminio. Al examinarlas a simple vista se puede notar la diferencia de colores, por ejemplo; el aluminio metálico se observa de un color plateado brillante, en cambio el corindón u óxido de aluminio es de tonalidades grises y opacas, el fundente se aprecia de color blanco aperlado. Ya que se tuvo la posibilidad de analizar una muestra del fundente que se utiliza en la industria se obtuvieron rápidamente los datos de esta fase en las muestras de estudio.

Los distintos colores en las escorias se deben a que se tomaron de diferentes partes del horno de reverbero, las cuales trabajan a temperaturas más altas de las utilizadas usualmente para la fundición de aluminio, esto trae como consecuencia diferentes tipos de escoria (escorias blancas, escorias negras y escorias concentradas). Para tener la menor pérdida de material al término del proceso de fundición lo ideal sería obtener solamente escorias negras, ya que estas no contienen aluminio metálico, de esta forma el único material que se pierde durante el proceso es aquel que reacciona con el oxígeno.

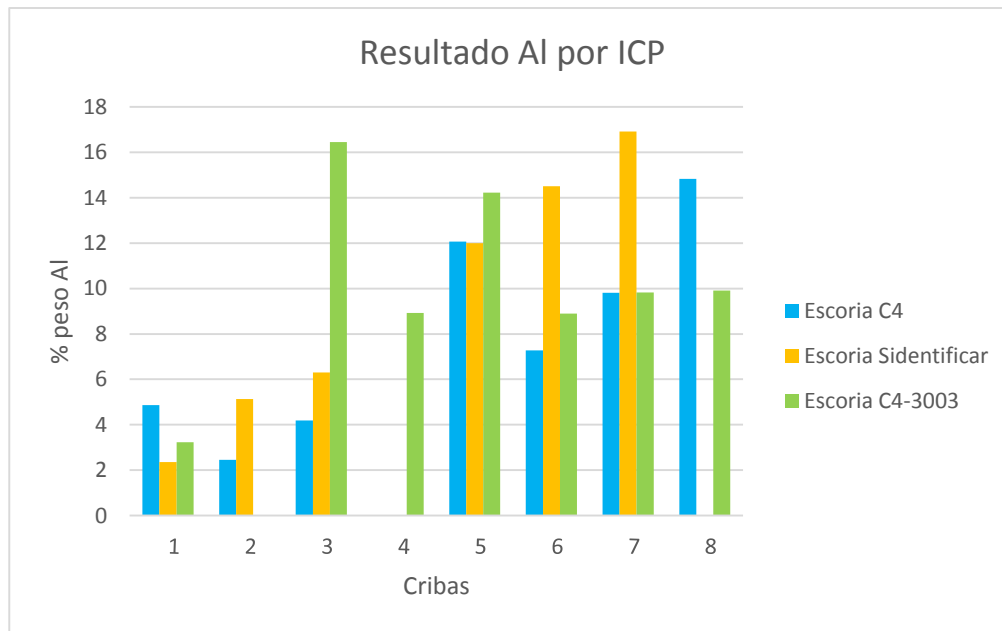
Tres de las muestras se clasificaron visualmente como escorias blancas, (estas contienen entre un 15% y 70% de aluminio metálico, combinado con sales y óxidos de aluminio), de acuerdo a su aspecto brillante y una como escoria negra por su apariencia opaca (como se aprecia en la escoria C3).

Con la ayuda del análisis granulométrico se puede saber el tamaño óptimo de liberación de las partículas metálicas esto con el fin de poder realizar digestiones a menores tiempos para poder conocer la cantidad presente de aluminio metálico en la escoria. A partir de este punto se comenzaron los análisis químicos para saber cuantitativamente cuanto aluminio metálico había en las escorias para su consecuente recuperación.

## 4.2 Análisis Químico por ICP-OES

### 4.2.1 Elementos mayoritarios.

A continuación, en la gráfica 1 se exponen los resultados obtenidos por ICP-OES de las muestras digeridas a la parrilla, mostrando en la gráfica la cantidad de aluminio contenido en cada escoria contra el número de criba utilizado durante el tamizado.



**Gráfica 1.** Resultados de aluminio en ICP por criba en peso.

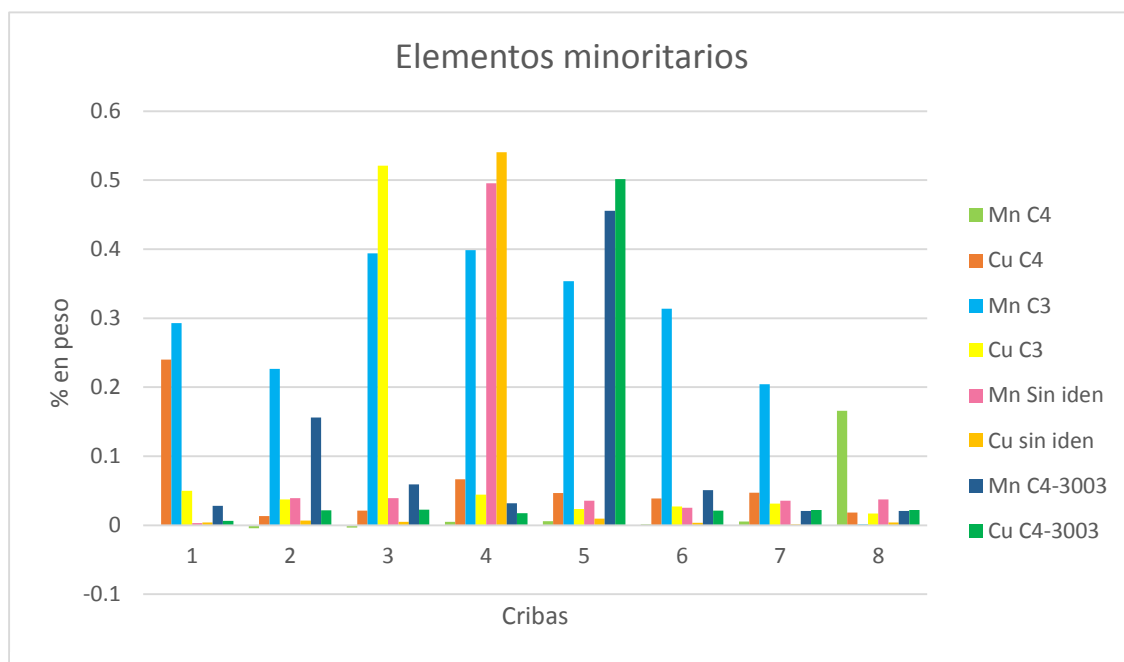
La escoria C3 no aparece dentro de los gráficos a pesar de que se leyó; esto se debe a que al tener la mayor concentración de aluminio contenido en esta muestra sobrepasa la curva de calibración y los estándares que se hicieron no fueron aptos para continuar con el estudio.

En la gráfica 1 se observa que ninguna de las escorias muestra continuidad alguna, sin embargo, las concentraciones de aluminio aumentan entre las cribas 5,7 y 8 (#140, #325, #400). En la teoría la malla #200 (6) es la que casi siempre contiene el tamaño óptimo de partícula, en este caso no ocurrió de esa manera.

La escoria sin identificar seguida por la escoria C4-3003 son la que más contenido de aluminio tienen en casi todas las cribas, por lo tanto, es una escoria blanca por la cantidad de aluminio metálico que es de aproximadamente 16% en cada una de las muestras, teóricamente estas serían las de mayor interés para poder hacer la recuperación de material metálico mediante sales fundidas o su reciclado para producir fundente.

#### 4.2.2 Elementos minoritarios.

En la gráfica 2 se muestran los resultados obtenidos por ICP-OES para los elementos minoritarios los cuales se consideran menores a 0.01 ppm (1%), se tomaron los elementos que tenían un RSD menor a 10 y los que estuvieron dentro del rango son manganeso y cobre, este tipo de elementos son provenientes de materia prima reciclada para obtener aluminio secundario. En este caso la empresa informó que lo utilizado para las fusiones son: virutas, restos de troquelado, perfiles, traste, cable, lámina y aluminio puro. Y que las series fabricadas son 1xx que el principal aleante es hierro y silicio, pero son 99.5% puras y la 3xx, la cual tiene como principal aleante al manganeso.



**Gráfica 2.** Resultados de elementos trazas en las 4 escorias

El cobre se ve en una mayor cantidad entre las cribas 3, 4 y 5 con un máximo aproximado de 0.5% en peso y con un mínimo de 0.1% en peso. Se aprecia que la escoria sin identificar en la criba 4 es la de mayor cantidad de elemento minoritario de cobre, seguida de la C3 en la criba 3 y de la C4-3003 en la criba 5, la obtención de estos resultados permite hacer la suposición de que alguna de las chatarras utilizadas pertenece a la serie 2xx.

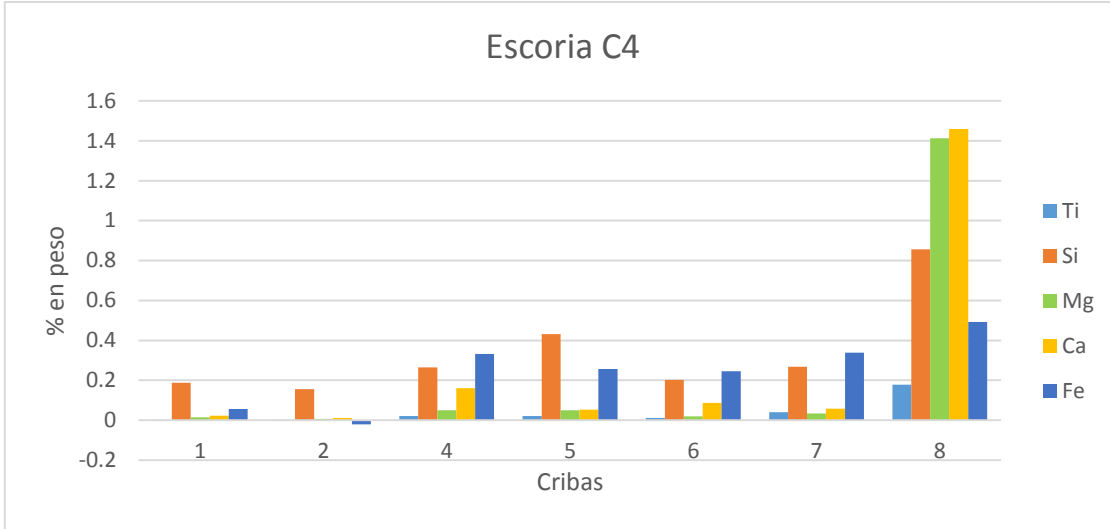
El manganeso también se observa en una cantidad mayor entre las mismas cribas en las que se encuentra el cobre, pero en menores concentraciones, la escoria sin identificar sigue teniendo un alto contenido de manganeso, un aproximado de 0.48% en peso, por lo tanto, se puede decir que esta última escoria proviene de la fabricación de una serie 3xx.

#### **4.2.3 Elementos traza.**

En las gráficas siguientes se obtuvieron los elementos trazas de la escoria digerida a la parrilla, esto significa que hay una cierta cantidad en ppm dentro de la muestra y esta es significativa para la lectura.

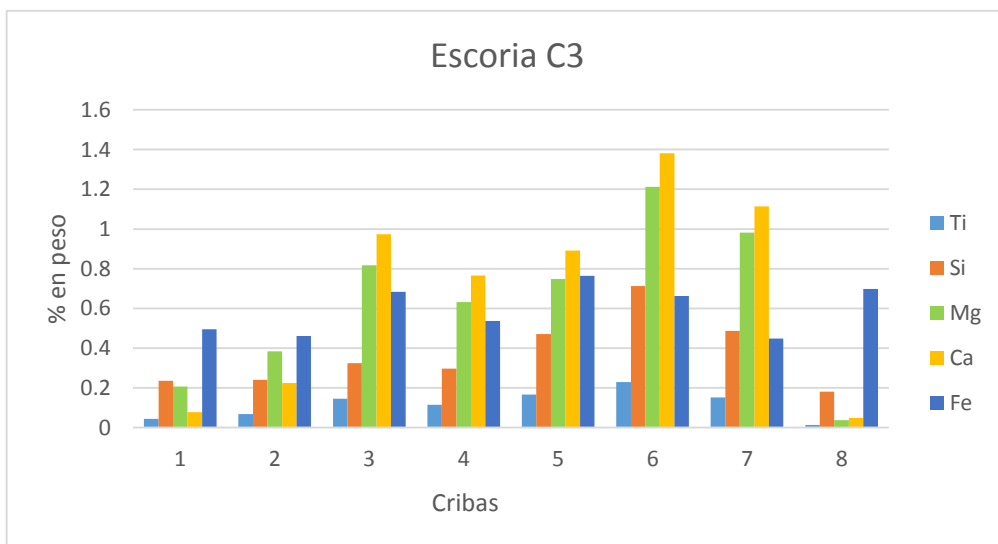
En la gráfica 3 (escoria C4) se observa que el calcio, magnesio y silicio son los elementos predominantes, todo esto en la criba 8 que es el punto en donde se acumulan dichos elementos. Se puede decir que el calcio obtenido en los resultados proviene del fundente, ya que se tiene calcita en un cierto porcentaje. La obtención de silicio y magnesio podría ser el resultado de la utilización de chatarra de la serie 3xxx de conformado mecánico.





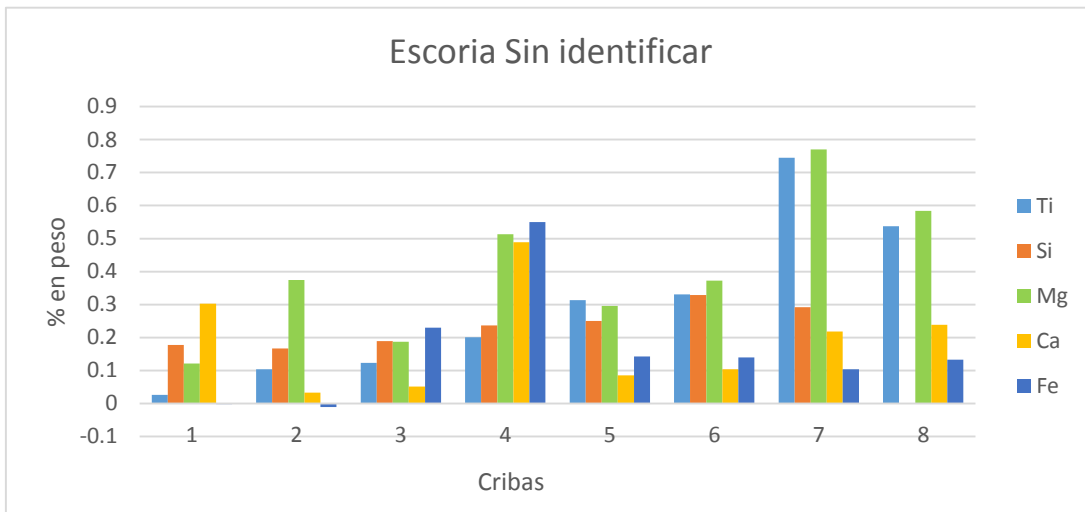
**Gráfica 3.** Resultados de elementos minoritarios en la escoria C4

En la gráfica 4 se puede identificar que el calcio es el elemento mayoritario, seguido de magnesio, hierro, silicio y por ultimo titanio. Al igual que en el grafico anterior se puede adjudicar la presencia de calcio debido al fundente utilizado, la cantidad de hierro presente se podría deber al uso de serie 1xx durante la fusión, también se observa mayor cantidad de magnesio que en el grafico anterior, por lo que se asume que se manejó una mayor cantidad de chatarra de la serie 3xxx.



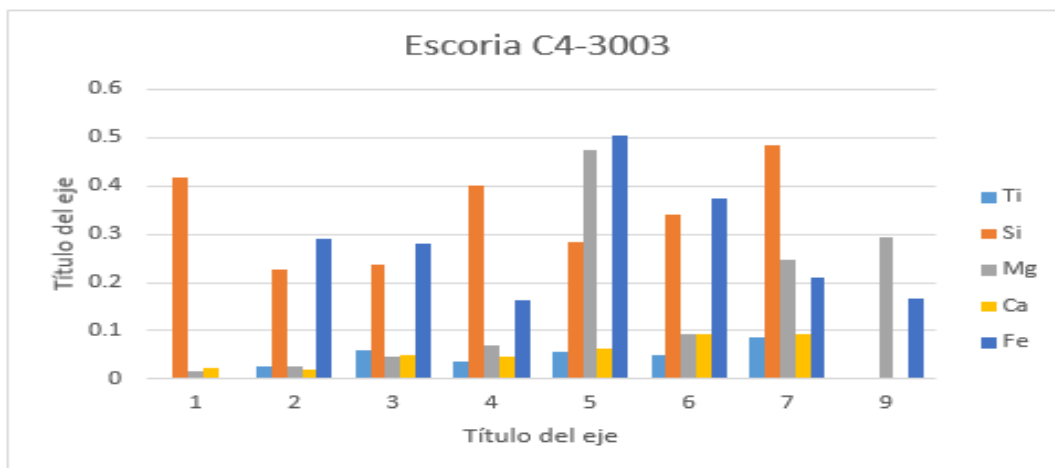
**Gráfica 4.** Resultados de elementos traza en la escoria C3

En la gráfica 5 se encuentra que el titanio tiene una mayor participación que en los dos gráficos anteriores, esto podría indicar que se realizó una refinación de grano durante el proceso de fundición. Con respecto al magnesio se puede decir que ocurrió un evento similar que el del gráfico 4.



**Gráfica 5.** Resultados de elementos traza en la escoria Sin identificar

En la escoria C4-3003 las trazas encontradas son silicio, magnesio y hierro en mayor cantidad, el silicio y el hierro podría deberse al uso de la serie 1XXX en el proceso de fundición.



**Gráfica 6.** Resultados de elementos traza en la escoria Sin identificar

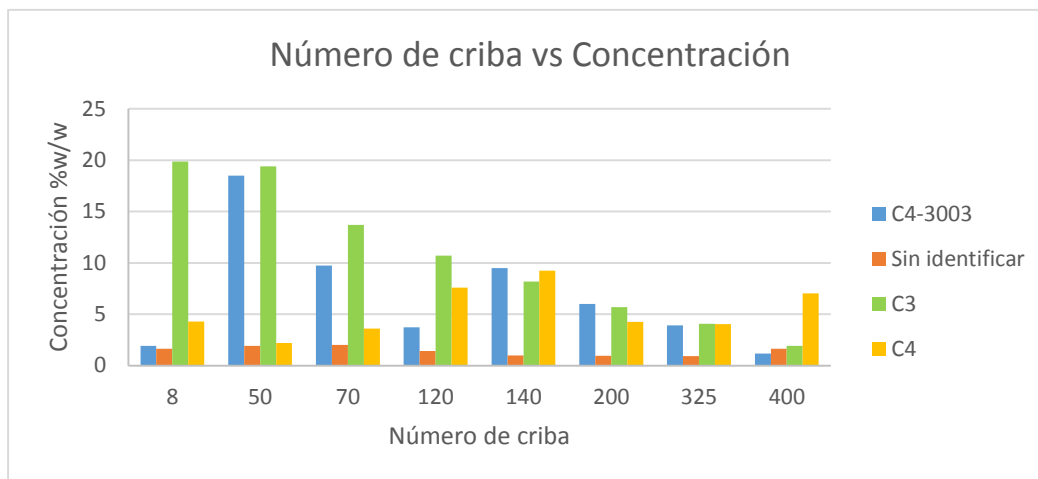
El análisis de resultados de ICP-OES realizado para estas estas escorias está formado en su mayoría por suposiciones, debido a la poca comunicación otorgada por parte de la empresa hacia el equipo de trabajo para tener un mayor conocimiento de su proceso de fundición, las materias primas utilizados y sus materiales obtenidos. Sin embargo, todos los resultados obtenidos sirven para poder mejorar la fusión y tener un mayor rendimiento durante la obtención de aluminio en este proceso; o sustentar las propuestas de recuperación de alúmina o utilizar la escoria como materia prima para un fundente.

### **4.3 Análisis Químico por Absorción Atómica**

En el siguiente gráfico se exponen los resultados del análisis realizado por absorción atómica.

La escoria C3 aquí ya tiene una aparición, no como en los gráficos anteriores, esto se debe a que los estándares realizados tienen un rango más alto para hacer la lectura de esta muestra, se puede afirmar que esta muestra tiene mayor contenido de aluminio, a pesar de que en la inspección visual este material era el que mostraba la mayoría de las características de una escoria negra ,sin embargo por la cantidad encontrada de aluminio metálico en este análisis la suposición de que es una escoria de este tipo queda anulada.

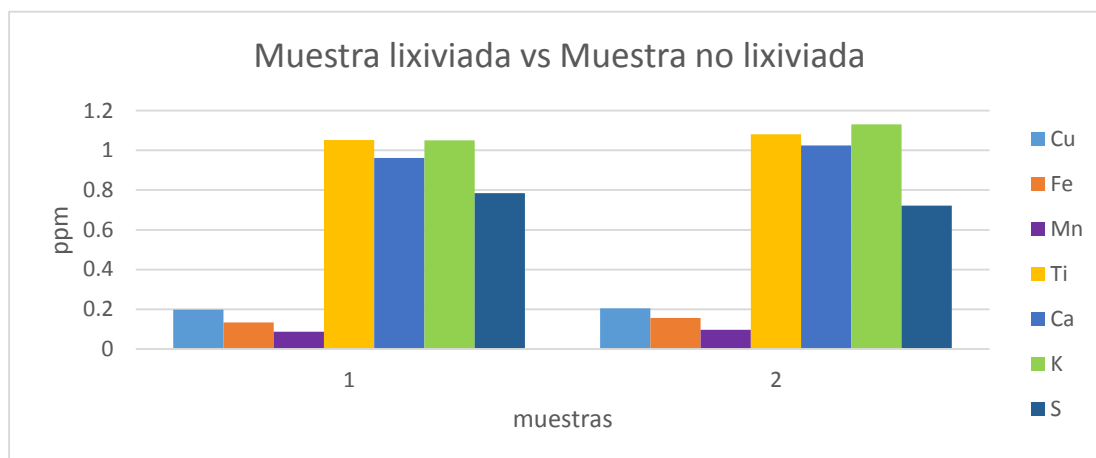
Como se observa el aluminio metálico se concentra entre las mallas #8, #50 y #70, esto permite ver que no se cumple el criterio encontrado en trabajos realizados con anterioridad en el tratamiento de escoria, los cuales indica que el tamaño óptimo de partícula se encuentra en la malla #200.



**Gráfica 7.** Comparativo de aluminio por Análisis de Absorción Atómica en las cuatro escorias.

#### 4.4 Análisis Químico por Fluorescencia de Rayos X

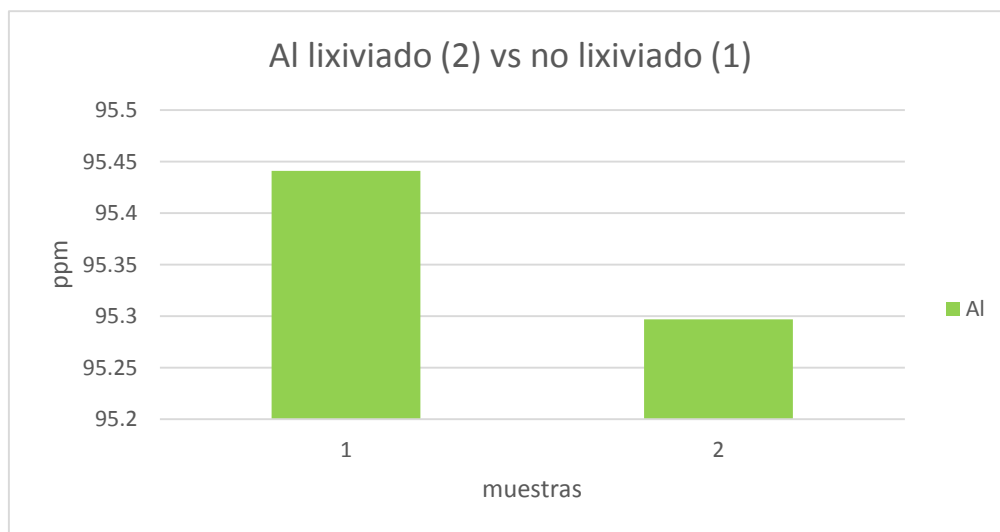
En los siguientes gráficos, se puede observar que se analizaron dos tipos de muestras, en la 8 se muestra un comparativo de una muestra lixiviada y no lixiviada de la malla 200, en esta se observan los elementos más significativos de la lectura en los cuales tienen presencia el cobre, hierro, manganeso, titanio, calcio y en este caso aparece el potasio, se puede exponer que los resultados no varían mucho a pesar de que la muestra 1 fue lixiviada con ácido clorhídrico, solo se ve una pequeña disminución de cobre y de hierro.



**Gráfica 8.** Comparativo de muestras no lixiviadas (1) y lixiviadas (1) elementos minoritarios malla 200.

Otra cosa que se puede decir es que las muestras se leyeron en malla 200 ya que fueron de los primeros experimentos que se hicieron y no se sabía que malla era la óptima para obtener el tamaño de partícula de las escorias, esto se debe a que teóricamente es la malla correcta para obtener el tamaño óptimo de partícula,

En el grafico 9 se hace un comparativo de aluminio metálico entre las muestras lixiviadas y no lixiviadas, este paso se hizo para saber que tanto aluminio se lograba recuperar de la escoria. Pero como se puede notar hay un cambio mínimo, la escoria lixiviada muestra aproximadamente un 95.3 ppm, en cambio la no lixiviada tiene 95.45 ppm, sin embargo todavía hay mucho aluminio metálico contenido en la escoria, esto se puede deber a que se utilizó una malla no óptima para este experimento, ya que como se ha confirmado en el análisis de ICP-OES las cribas tienen diferentes concentraciones de aluminio, pero ninguna de este proyecto indica que la malla 200 sea la mejor como sugiere la teoría.



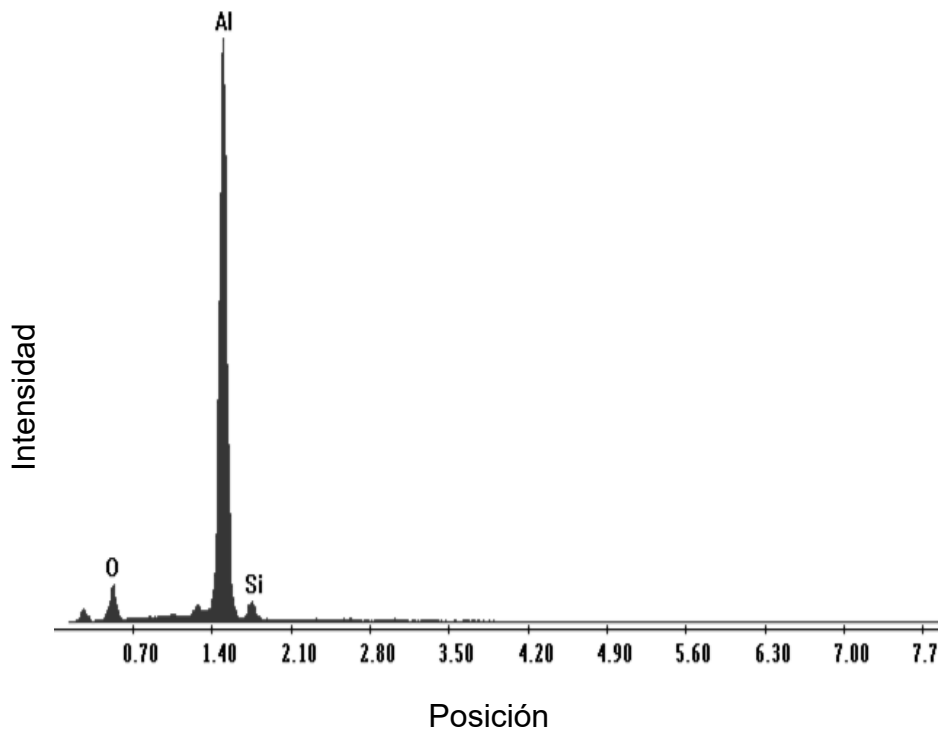
**Gráfica 9.** Comparativo de muestras lixiviadas (2) y lixiviadas (1) de aluminio criba 200.

#### 4.5 Difracción de Rayos X

**Tabla 11.** Composición química y espectro de un aluminio puro.

Elem	Wt %
Al	93.50 - 93.74
Si	6.50 - 6.26
Total	100.00 - 100.00

Label A: Espectro Aluminio metal base



**Gráfico 10.** Composición química de aluminio “puro” comercial obtenida a partir de difracción de rayos X de placa de aluminio

Se analizó una placa de aluminio puro comercial para así poder hacer una comparación de la cantidad de aluminio y otros elementos obtenidos durante los análisis. Como se observa el aluminio predomina en todo momento, pero también

se obtiene una cantidad de silicio muy pequeña, la cual se verá reflejada en los resultados de difracción y fluorescencia.

En las siguientes gráficas se aprecian los resultados obtenidos por difracción de rayos X en donde se logra ver que aquí no hay elementos como en los análisis pasados, lo que arroja la base de datos del equipo son fases, este tipo de análisis es muy puntual y por lo tanto se puede observar alguna fase que no se contemplaba en las tres técnicas utilizadas anteriormente ya que estas arrojan elementos y no fases.

En la tabla 12 se observa una escoria de la malla 200 la cual no fue lixiviada, estos resultados arrojan una gran cantidad de nitrato de aluminio (62%) esta fase se genera por las condiciones en las que se trabaja el aluminio; específicamente su alta temperatura, ya que al tener fusiones con temperaturas altas provoca que el nitrógeno del aire se combine con el aluminio y eso genera el nitrato de aluminio, en cambio a temperaturas más bajas la fase generada es el óxido de aluminio, en este caso se sabe la temperatura utilizada para la fusión es de aproximadamente 690°C a 740°C cuando debería de ser una temperatura de 660°C. También se observa que hay menos cantidad de óxidos de aluminio y que ambas muestras tienen la fase de titanato de calcio lo cual podría indicar que si se realizó una refinación de grano, esto no perjudica ni favorece a la recuperación del aluminio.

**Tabla 12.** Fases leídas por DRX en una escoria lixiviada

Fases Identificadas	Cantidad (%)
Nitrato de Aluminio $Al(NO_2)_3$	62
Oxido de Aluminio $Al_2O_3$	5
Magnesio Óxido de Aluminio	8
Titanato de Calcio $CaTiO_3$	2

En la tabla 13 se observa que hay espinelas, este tipo de fases son muy complicadas porque no siempre se sabe que elementos contiene ya que hay muchos tipos de espinela en la base de datos del equipo de difracción de rayos X, pero lo más cercano que se encontró es que se trata de una espinela que contiene silicatos, sulfuros de hierro. Esta técnica es muy útil ya que es cuantitativa y además confirma las fases que se tienen las pruebas realizadas anteriormente.

**Tabla 13.** Fases leídas por DRX en una escoria no lixiviada

Fases Identificadas	Cantidad (%)
Nitruro de Aluminio AlN	78.2
Oxido de Aluminio Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9.9
Espinela	4
Titanato de Calcio CaTiO <sub>3</sub>	2
Sulfuro de Hierro FeS	1

Para la última grafica de difracción de rayos X, se realizó una lectura del fundente utilizado en la industria. Como se observa hay gran cantidad de cloruros de sodio en este, además de sulfatos y sulfitos de sodio, calcita y nitratos, todos estos componentes son necesarios para una buena protección del material.

**Tabla 14.** Fases leídas por DRX en fundentes

Fases Identificadas	Cantidad (%)
Halita NaCl	46.7
Nitratos	2.9
Calcita	3.2
Maladrita Na <sub>2</sub> SiF	26.3
Thenardita Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1

En las cuatro pruebas realizadas se puede confirmar los elementos y fases encontradas durante el proyecto, además de que se nota la diferencia entre muestras lixiviadas y no lixiviadas, esto indica que la digestión forma un papel importante en las escorias, pero que no hay una extracción completa del aluminio metálico, esto se logra con la última parte del proyecto que es la recuperación del aluminio por medio de sales fundidas o proponer un balance para la reutilización de las escorias pero como fundente por medio de un diagrama ternario.

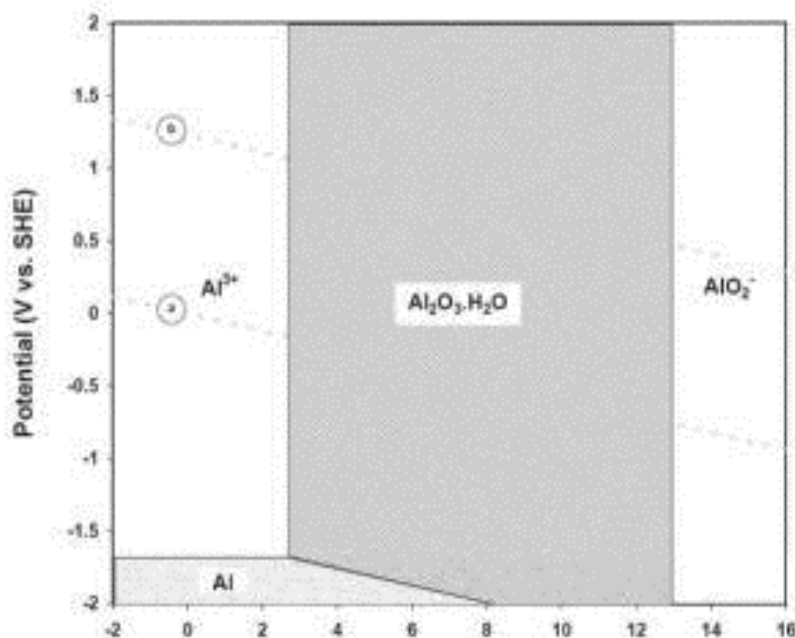


## 4.6 RECUPERACIÓN DE ALUMINIO

### 4.6.1 Recuperación de alúmina de escorias por método ácido

El procedimiento de recuperación por ácidos implicó la siguiente metodología:

Se realizó un ataque con ácido clorhídrico a una temperatura de 60°C. Esta solución fue separada de los compuestos insolubles, a través de un filtrado para posteriormente llevar a cabo un secado y obtención de la sal de aluminio haciendo un proceso de cristalización.



**Figura 31.** Diagrama de Pourbaix del aluminio [24]

En la figura 31 se observa como a pH ácidos y potenciales arriba de -1.58 se forma el ion  $\text{Al}^{3+}$ , esto quiere decir que por debajo de este potencial se forma aluminio metálico. En casi todas las técnicas utilizadas los resultados obtenidos fueron del ion  $\text{Al}^{3+}$

Una vez recuperada esta sal se propusieron algunos procesos en los cuales se podría realizar la extracción de la alúmina, estos pueden ser por vía térmica o

química. Así también se podrían recuperar los productos ácidos, para recircularlos en nuevos ataques o para producir una sal con valor comercial para su venta.

La alúmina que se obtiene por estos procedimientos tiene en general una pureza satisfactoria en cuanto a  $\text{SiO}_2$  se refiere, además de contener pequeñas cantidades del anión correspondiente al ácido empleado en su preparación; su textura física es diferente de la alúmina calcinada obtenida por un procedimiento alcalino.



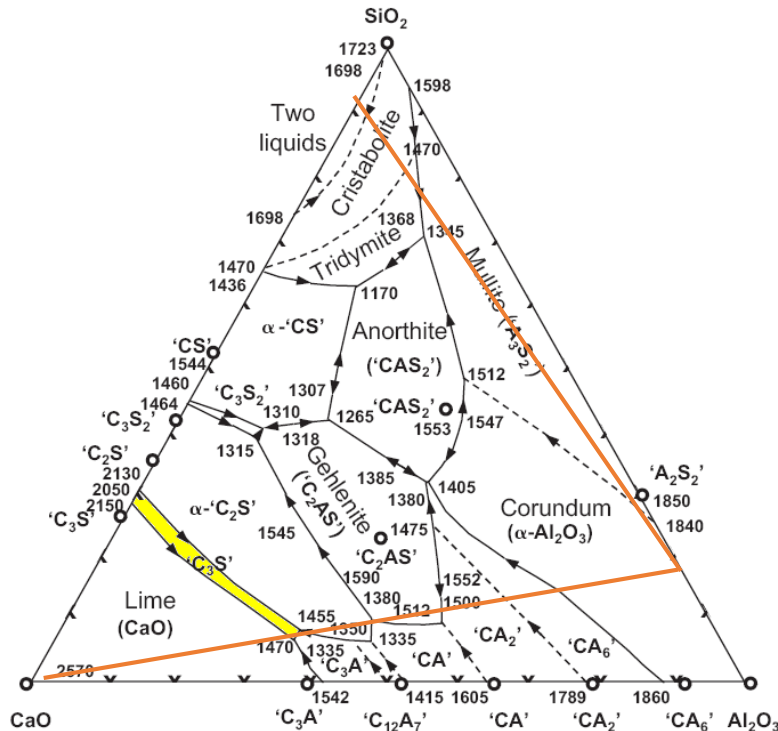
**Figura 32.** Recristalización de la sal aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )

#### 4.6.2 Recuperación de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Las escorias de aluminio contienen alta cantidad de óxido de aluminio que es posible lixiviarlo. Dicha escoria es molida y digerida con una disolución de hidróxido de sodio, la cual se introduce en una autoclave con presión y temperatura constante. La reacción principal es:



Por el análisis obtenido a través de ICP-OES se puede asumir que el compuesto de aluminio que se encuentra en mayor cantidad en la escoria es el corindón esto se conoce por los análisis antes realizados. El corindón es parcialmente soluble lo que permite su lixiviación por medio de la técnica antes mencionada.



**Figura 33.** Diagrama ternario  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-SiO}_2$ . [25]

En el diagrama ternario de la figura 33 se indican los porcentajes obtenidos para óxidos de aluminio (18% p/p), calcio (2% p/p) y silicio (8% p/p), al extrapolar los valores se confirmó que compuesto obtenido es el corindón, lo que respalda la metodología de recuperación de alúmina por medio de los procesos propuestos, para lograr una buena recuperación se necesita manejar temperaturas de aproximadamente  $1830^\circ$ .

#### **4.6.3. Recuperación de escorias para su reutilización como fundente.**

Una vez recuperado el aluminio, las escorias se pueden volver a utilizar como fundente en una fusión de hierro ya que la composición final contiene bajo contenido de alúmina (menor al 0.1%), pero con al menos 8% de sílice, 0,5% de óxido férrico, 0,5% de titanio y con menos del 0,1% de azufre.

Al tener estas cantidades se puede decir que las escorias caracterizadas por medio de las técnicas analíticas son aptas para usarse como fundente, ya que contienen concentraciones que están dentro de los rangos para su reutilización.

El tener mayores o menores cantidades de Cu, Ti, Fe,  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ ,  $\text{CaTiO}_3$ , como ejemplos no influyen en nada en la recuperación de estas escorias, muchos de estos elementos al contrario favorecen algunas de las propuestas anunciadas con anterioridad.

Todas estas técnicas fueron propuestas para tener menos cantidades de residuos o que puedan ser utilizadas para rellenos sanitarios sin que haya problemas de contaminación en mantos acuíferos, y medio ambiente en general.

#### 4. CONCLUSIONES

- Se identificaron las fases de corindón, óxido de silicio, óxidos de calcio, etc. y los elementos correspondientes a dichos compuestos entre otros, mediante las técnicas de Plasma acoplado inductivamente (ICP-OES), Difracción de Rayos X (DRX), Fluorescencia de Rayos X (FRX) y Absorción Atómica (AA).
- Las condiciones óptimas para el equipo de ICP-OES son (Potencia = 1300 W, flujo de bomba = 2.0 ml/min, flujo de argón = 0.5L/min, flujo de argón para plasma = 15L/min, flujo de gas auxiliar = 0.2L/min, tiempo de lectura 30 segundos, cámara tipo Scott y visión de lectura axial).
- El intervalo de tamaños óptimos para la digestión de las escorias de aluminio se encuentra por debajo de 200 $\mu$ m hasta 70 $\mu$ m.
- La mejor disgregación se obtiene con HCl y calentamiento en parrilla en comparación con la disgregación por microondas.
- La concentración de aluminio identificada en las escorias es alta, sin embargo, se podría mejorar el rendimiento del proceso de fundición de la planta variando temperatura y modificando la composición del fundente.
- Se encontraron tres opciones para el tratamiento de la escoria, ya sea por medio ácido (obtención de alúmina), por medio alcalino (obtención de alúmina) o para reutilizarlo como fundente.
- La recuperación del aluminio como fundente podrá utilizarse en fusiones de hierro agregando caliza y menas de hierro, utilizando como reductor coque ya que contiene las cantidades máximas de alúmina, silicio y titanio.

## 5. BIBLIOGRAFÍA

[1] Chevez P. & Rodríguez Gabriela, Propuesta De Alternativas De Gestión De La Escoria Salina De La Industria De Aluminio En El Salvador, Universidad del Salvador, Facultad de Ingeniería y Arquitectura, 2012.

[2] Martín R., Incorporación de Escorias de Aluminio en la Fabricación de Productos de Arcilla Cocida (Tesis Doctoral), E.T.S.I. de Minas y Energía (UPM), Ingeniería Geológica y Minera, 2015.

[3] [http://www.cimentcatala.org/epub/easnet.dll/execreq/page?eas:dat\\_im=001BB9&eas:template\\_im=001C28](http://www.cimentcatala.org/epub/easnet.dll/execreq/page?eas:dat_im=001BB9&eas:template_im=001C28)

Fecha de consulta 19/03/18 16:07

[4] Maffia E., Estructura y Propiedades de las Aleaciones, Aluminio y sus Aleaciones, 2013.

[5] <https://www.911metallurgist.com/metallurgia/proceso-extraccion-aluminio/>

Fecha de consulta 19 de Marzo de 2018 12:05

[6] <https://materiales.wikispaces.com/file/view/Proceso+Bayer.doc>

Fecha de consulta 19 de Marzo de 2018 12:45

[7] Curso de Aluminio y sus Aleaciones.

[http://www.aprendizaje.com.mx/Curso/Proceso1/Temario1\\_IV.html](http://www.aprendizaje.com.mx/Curso/Proceso1/Temario1_IV.html)

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 17:32

[8] Ministerio de industria y Energía. Directiva 96/61 relativa a la prevención y control integrados a la contaminación. Epígrafe 2.5 Metalurgia del aluminio. España.

[9] Gil, A. Gestión de las Escorias Salinas de la Segunda Fusión del Aluminio. Ingeniería Química, 142-158 p. España, 2006.

[10] Aplicaciones del cemento y sus clases.

<http://cimentcatala.org/epub/easnet.dll/execreq/page?eas:dat>

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 18:30

[11] Emison, Tipos de Hornos.

<http://www.emison.es/hornos/pdf/fundicion/horno%20de%20reverbero.pdf>

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 17:50

[12] Fundytec de Fundidor a Fundidor.

[http://fundytec.com.mx/index.php?option=com\\_content&task=view&id=6&Itemid=6](http://fundytec.com.mx/index.php?option=com_content&task=view&id=6&Itemid=6)

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 16:57

[13] Los materiales refractarios.

<http://www6.uniovi.es/usr/fblanco/Leccion1.Refractarios.Introduccion.pdf>

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 17:02

[14] <http://industproces.blogspot.mx/2015/05/tipos-de-hornos-para-la-fundicion-de.html>

Fecha de consulta 19 de Marzo de 2018 17:21

[15] <http://www.directindustry.es/prod/pyradia/product-62553-445464.html>

Fecha de consulta 19 de Marzo de 2018 17:23

[16] Fundytec de Fundidor a Fundidor “Venteo adecuado de moldes una consideración importante para reducir defectos de fundición”, 2003.

[http://fundytec.com.mx/index.php?option=com\\_content&task=view&id=6&Itemid=6](http://fundytec.com.mx/index.php?option=com_content&task=view&id=6&Itemid=6)

Fecha de consulta 13 de Febrero de 2018 13:21

[17] <http://bibdigital.epn.edu.ec/bitstream/15000/5517/1/Ernesto-de-la-Torre-3.pdf>

Fecha de consulta 20 de Marzo de 2018 19:19

[18] Abelardo Huerta del Río, Electrólisis y Electrometalurgia, Universidad Tecnológica de la Laguna de Durango, 2017.

[19] Procesos Industriales Emerson Rincón, 1988

<http://emersonrincon.blogspot.mx/>

Fecha de consulta 20 Marzo de 2018 22:49

[20] James D. Ingle, Jr and Stanley R. Crouch Spectrochemecal Analysis Prentice Hall, 1988.

[21] D. A. Skoog, F. J. Holler, T. A. Nieman, Principios de análisis instrumental 5ª edición. McGraw Hill, 2000.

[22][http://www.petroservicios.com.mx/index.php?option=com\\_content&view=article&id=92&Itemid=516](http://www.petroservicios.com.mx/index.php?option=com_content&view=article&id=92&Itemid=516)

Fecha de consulta 20 de marzo de 2018 16:40

[23] [http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_02.html](http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_02.html)

Fecha de consulta 20 de marzo de 2018 17:27

[24] <https://corrosion-doctors.org/Corrosion-Thermodynamics/Potential-pH-diagram-aluminum.htm>

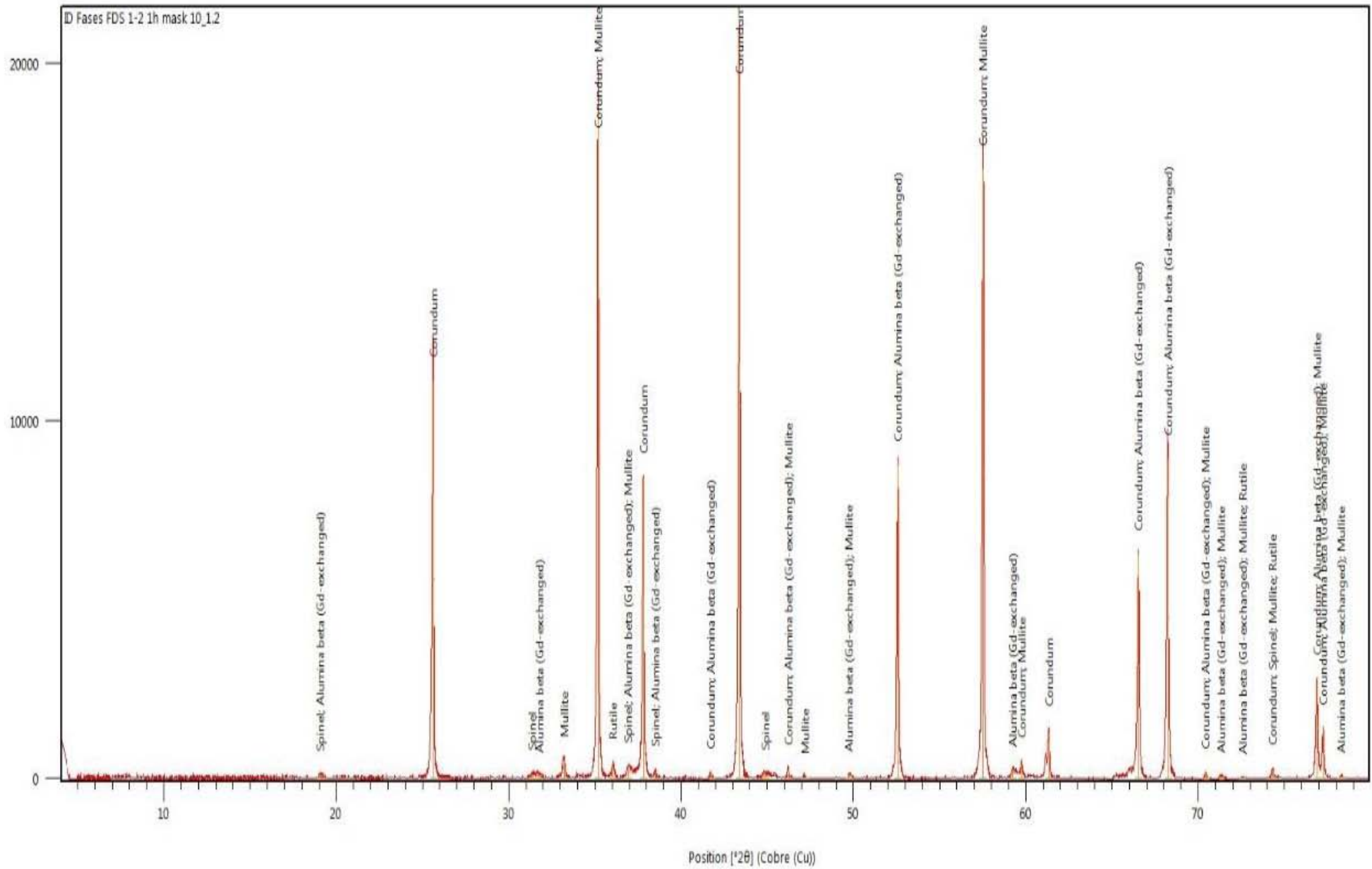
Fecha de consulta 20 de marzo de 2018 18:40

[25] <http://www.ub.edu/cmematerials/es/content/compacto-44-de-%C3%B3xid-de-aluminio>

Fecha de consulta 20 de marzo de 2018 19:40



# Anexo I. Difractogramas leídos a través de Difracción de Rayos X.



Difractograma de la técnica de DRX en una escoria no lixiviada





## Anexo II. Datos obtenidos por ICP-OES.

Mean Data										
ID:	C4 8			Seq. No.:	30		A/S Pos:			
Sample Qty:	g	Prep. Vol.:	Dilution:		:	Date:	08/05/2017 03:39:18p.m.			
Analyte	Corr. Intensity	Conc (Calib)	Std. Dev.	Calib Units	Conc (Sample)	Std. Dev.	Sample Units	RSD		
As 188.979	-3.4	-0.034	0.0498	mg/L	-0.034	0.0498	mg/L	148.33	%	
Be 313.107	8.2	-0.049	0.0005	mg/L	-0.049	0.0005	mg/L	1.08	%	
Ca 317.933	4,123.7	0.252	0.0010	mg/L	0.252	0.0010	mg/L	0.38	%	
Cd 228.802	-9.2	-0.060	0.0121	mg/L	-0.060	0.0121	mg/L	20.28	%	
Co 228.616	2.8	-0.099	0.0019	mg/L	-0.099	0.0019	mg/L	1.87	%	
Cr 267.716	87.7	-0.044	0.0022	mg/L	-0.044	0.0022	mg/L	5.09	%	
Cu 327.393	58,929.4	2.684	0.0161	mg/L	2.684	0.0161	mg/L	0.60	%	
Fe 238.204	8,054.6	0.632	0.0029	mg/L	0.632	0.0029	mg/L	0.46	%	
Li 670.784	16,951.1	0.000	0.0005	mg/L	0.000	0.0005	mg/L	137.89	%	
Mg 285.213	7,971.8	0.167	0.0056	mg/L	0.167	0.0056	mg/L	3.37	%	
Mn 257.610	2,550.9	-0.000	0.0002	mg/L	-0.000	0.0002	mg/L	160.53	%	
Mo 202.031	68.8	0.051	0.0134	mg/L	0.051	0.0134	mg/L	26.24	%	
Ni 231.604	25.6	-0.072	0.0059	mg/L	-0.072	0.0059	mg/L	8.18	%	
Pb 220.353	3.7	-0.052	0.0116	mg/L	-0.052	0.0116	mg/L	22.51	%	
Sb 206.836	8.6	-0.006	0.0176	mg/L	-0.006	0.0176	mg/L	273.00	%	
Se 196.026	-19.4	-0.044	0.0802	mg/L	-0.044	0.0802	mg/L	184.37	%	
Sr 407.771	27,359.0	-0.001	0.0006	mg/L	-0.001	0.0006	mg/L	38.07	%	
Ti 334.940	5,541.8	0.019	0.0002	mg/L	0.019	0.0002	mg/L	0.95	%	
Tl 190.801	-7.5	-0.185	0.2584	mg/L	-0.185	0.2584	mg/L	139.49	%	
V 290.880	128.1	-0.030	0.0014	mg/L	-0.030	0.0014	mg/L	4.70	%	
Zn 206.200	49.6	-0.056	0.0205	mg/L	-0.056	0.0205	mg/L	36.81	%	
K 766.490	-94,146.5	-0.227	0.0279	mg/L	-0.227	0.0279	mg/L	12.29	%	
Si 251.611	5,065.6	2.110	0.0038	mg/L	2.110	0.0038	mg/L	0.18	%	
Al 396.153	2,974,184.7	54.42	1.077	mg/L	54.42	1.077	mg/L	1.98	%	
B 249.677	-2,247.6	-0.154	0.0075	mg/L	-0.154	0.0075	mg/L	4.90	%	
Ba 233.527	145.1	-0.032	0.0008	mg/L	-0.032	0.0008	mg/L	2.58	%	

### Anexo III. Datos obtenidos por Fluorescencia de Rayos X.

Pd	Pd Error	Pd CPS/ua	Ag	Ag Error	Ag CPS/ua	Al	Bal Error	Bal CPS/ua	Mo
< LOD	0.002	0.333	0.002	0.001	0.567	95.441	0.125	3.146	0.007
< LOD	0.002	0.327	0.002	0.001	0.571	95.297	0.13	3.053	0.007
Mo Error	Mo CPS/ua	Nb	Nb Error	Nb CPS/ua	Zr	Zr Error	Zr CPS/ua	Sr	Sr Error
0.001	1.671	0.004	0.001	0.827	0.027	0.001	2.856	< LOD	0.002
0.001	1.678	0.005	0.001	0.882	0.029	0.002	2.903	< LOD	0.002
Sr CPS/ua	Rb	Rb Error	Rb CPS/ua	Bi	Bi Error	Bi CPS/ua	As	As Error	As CPS/ua
0.219	< LOD	0.002	0.087	< LOD	0.002	0.063	< LOD	0.004	0.073
0.223	< LOD	0.002	0.074	< LOD	0.002	0.051	< LOD	0.004	0.076
Se	Se Error	Se CPS/ua	Pb	Pb Error	Pb CPS/ua	W	W Error	W CPS/ua	Zn
0.039	0.002	1.122	0.008	0.003	0.325	0.022	0.014	0.349	0.065
0.04	0.003	1.127	< LOD	0.004	0.264	< LOD	0.029	0.325	0.076
Zn Error	Zn CPS/ua	Cu	Cu Error	Cu CPS/ua	Ni	Ni Error	Ni CPS/ua	Co	Co Error
0.006	0.686	0.198	0.013	1.221	< LOD	0.009	0.232	< LOD	0.008
0.006	0.76	0.205	0.013	1.228	0.014	0.006	0.253	< LOD	0.008
Co CPS/ua	Fe	Fe Error	Fe CPS/ua	Mn	Mn Error	Mn CPS/ua	Cr	Cr Error	Cr CPS/ua
0.074	0.134	0.017	0.344	0.087	0.018	0.137	0.018	0.003	0.569
0.069	0.157	0.018	0.38	0.096	0.019	0.143	0.015	0.003	0.538
V	V Error	V CPS/ua	Ti	Ti Error	Ti CPS/ua	Ca	Ca Error	Ca CPS/ua	K
0.084	0.008	2.153	1.052	0.034	7.939	0.961	0.049	2.47	1.05
0.092	0.009	2.202	1.081	0.036	7.927	1.024	0.054	2.567	1.13