

UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA



OBTENCIÓN DE ALÚMINA A PARTIR DE LA HIDRALGIRITA (CHACKO) POR EL PROCESO BAYER

TESIS

PRESENTADA POR:

CONSTANTIN MAMANI MAMANI

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

PUNO – PERÚ

2018

No olvide citar esta tesis



UNIVERSIDAD NACIONAL DEL ALTIPLANO FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA QUÍMICA

OBTENCIÓN DE ALÚMINA A PARTIR DE LA HIDRALGURITANA (CHACKO) POR EL PROCESO BAYER

TESIS PRESENTADA POR:

CONSTANTIN MAMANI MAMANI



PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

APROBADA POR:		
PRESIDENTE	:	M.Sc. CIRO HERNÁN VERA ALATRISTA
PRIMER MIEMBRO	:	M.Sc. MOISÉS PÉREZ CAPA
SEGUNDO MIEMBRO	:	Dr. CREGORIO PALOMINO CUELA
DIRECTOR	:	Dr. TEOFILO DONAIRES FLORES
ASESOR	:	M.Sc. JUAN RAMON CALSIN TURPO
ÁREA : Investigación TEMA: Obtención de alúm	ina	

LÍNEA: Tecnologías ambientales y recursos naturales FECHA DE SUSTENTACIÓN: 11 de abril de 2018



DEDICATORIA A Dios, mis padres, mis hermanos y mi querida hija B.L.M.C.

No olvide citar esta tesis



AGRADECIMIENTOS

Agradezco a todas las personas e instituciones que en la forma de orientación, ayuda y estimulo fueron fundamentales para la ejecución de este trabajo.

Especialmente a:

Mis padres en especial a mi madre Yolanda y mi padre Rodolfo (Q.E.P.D.), por el gran apoyo incondicional, la cual me ha permitido plasmar mis objetivos tan anhelados. A mis hermanos por comprenderme y tener ese apoyo en los momentos más complicados, a mi hija el gran motor que me ayudo a levantarme en cada momento difícil.

A la Universidad Nacional de Juliaca, por haberme apoyado y capacitado en temas de formación y mejoramiento continuo en la calidad de la enseñanza universitaria. Y conocer más científicamente.

A la Universidad Nacional del Altiplano y Facultad de Ingeniería Química, por la formación profesional brindada.

Hago testimonio de mi más sincera gratitud, a todas las personas que han colaborado en la realización de este trabajo.



INDICE GENERAL

ÍNDICE FIGURAS	8
INDICE DE TABLAS	. 10
RESUMEN	12
ABSTRACT	14
CAPÍTULO I	. 16
INTRODUCCION, PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES,	
OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN	. 16
1.1. INTRODUCCIÓN	16
1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	17
1.2.1. Problema general	18
1.2.2. Problemas específicos	. 18
1.3. ANTECEDENTES	19
1.4. OBJETIVOS DEL ESTUDIO	22
1.4.1. Objetivo general	22
1.4.2. Objetivos específicos	22
1.5. JUSTIFICACIÓN	22
1.5.1. Justificación técnica	22
1.5.2. Justificación económica	23
1.5.3. Justificación social	23
CAPÍTULO II	24
MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS	24
2.1. MARCO TEORICO	24
2.1.1. HIDRALGIRITA CHACKO	24
2.1.2. BAUXITA	32
2.1.3. ALÚMINA POR EL PROCESO BAYER	33
2.1.4. ALÚMINA	38
2.1.5. SOLUBILIDAD DE LAS SALES Y LA TEMPERATURA	. 44
2.1.6. CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES	45
2.1.7. CINETICA DE EXTRACCIÓN	45
2.1.8. REACTOR INTERMITENTE DE VOLUMEN CONSTANTE PROCES	0
BAYER	47
2.1.9. CINÉTICA REACCIONES FLUIDO – PARTÍCULAS SÓLIDAS	49



2.1.10. FACTORES QUE AFECTAN EN LA EXTRACCIÓN DE Al2O3	61
2.2. MARCO CONCEPTUAL	62
2.3. HIPÓTESIS	63
2.3.1. Hipótesis general	63
2.3.2. Hipótesis específicas	63
CAPÍTULO III	64
METODOLOGÍA	64
3.1. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	64
3.1.1. Generalidades	64
3.1.2. Ámbito de estudio	64
3.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	64
3.2.1. Toma de muestra de arcilla Chacko	65
3.2.2. Caracterización inicial del Chacko	65
3.3. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS	67
3.3.1. Equipos y materiales	67
3.3.2. Reactivos e insumos	68
3.3.3. Tamaño de muestra	68
3.4. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE Al2O3 POR EL PROCESO BAYER	70
3.4.1. Preparación mecánica del Chacko (Hidralgirita)	70
3.4.2. Digestión	70
3.4.3. Dilución y separación de residuos	71
3.4.4. Precipitación	72
3.4.5. Secado	72
3.4.6. Calcinación	72
3.5. AJUSTE A UN MODELO CINÉTICO	72
3.6. DETERMINACIÓN DE ALÚMINA (<i>Al203</i>)	75
3.7. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LA ALÚMINA OBTENIDA	75
3.8. DISEÑO EXPERIMENTAL	75
CAPÍTULO IV	77
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
4.1. PRUEBA EXPERIMENTALES DE EXTRACCIÓN DE ALÚMINA	77
	77 77
4.2. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA	77 77 80
4.2. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA4.3. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA ALÚMINA	77 77 80 81



4.5.	ANÁLISIS DE VARIANZA	. 83
4.6.	ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO	. 84
4.7.	DISCUSIÓN	. 87
CAPÍTULO V		
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES		
5.1.	CONCLUSIONES	. 89
5.2.	RECOMENDACIONES	.91
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		
ANEXOS		



ÍNDICE FIGURAS

Figura 1: Arcilla Hidralgirita Chacko
Figura 2: Arcilla pura dispuesta en forma de escamas y cornflakes (izquierda),
aparecen también abundantes restos de caparazones fósiles de diatomeas
dispuestos entre las esmécticas (derecha)26
Figura 3: Yacimiento de arcilla en acora (3820 m.s.n.m.)27
Figura 4: Yacimiento de arcilla en Asillo-puno (3850 m.s.n.m.)
Figura 5: Excavación artesanal de un yacimiento de arcilla, socavones de 5 a 10
metros de profundidad en la Zona Altiplánica de Azángaro – Puno (3950
m.s.n.m.)
Figura 6: Estructura cristalina de la alúmina ideal formada por capas octaédricas, en
la que el aluminio ocupa el centro de los octaedros, dando lugar a una
celdilla octogonal (seudo - hexagonal)43
Figura 7: Diferentes tipos de comportamiento de partículas reactantes sólidas50
Figura 8: De acuerdo con el modelo de conversión, progresiva, la reacción se
produce continuamente en toda la partícula sólida51
Figura 9: De acuerdo con el modelo de núcleo sin reaccionar la reacción se efectúa
en una capa estrecha que se va desplazando hacia el interior de la partícula
solida el reactante se convierte completamente a medida que la capa se va
desplazando52
Figura 10: Representación de las concentraciones de los reactantes y de los productos
para la reacción en el caso de una partícula que no cambia de tamaño53
Figura 11: Representación de una partícula reactante cuando la difusión a través de la
película gaseosa es la resistencia controlada56
Figura 12: Representación de una partícula reactante cuando la reacción química es
la resistencia controlante, en el caso de la reacción
Figura 13: Influencia de la posición en los puntos experimentales en la dispersión de
los valores de k calculados
Figura 14: Progreso de la reacción de una sola partícula esférica con el fluido
circundante medido en función del tiempo necesario para la conversión
completa60



Universic	lad
Nacional	de
Altiplano	

Figura 15: Progreso de la reacción de una sola partícula esférica con el fluido			
circundante medido en función del tiempo necesario para la conversión			
completa61			
Figura 16: Espectro de la arcilla Chacko67			
Figura 17: Lixiviación del chacko con hidróxido de sodio78			
Figura 18: Probabilidad normal para la extracción de alúmina del Chacko85			
Figura 19: Superficie respuesta estimada para extracción de alúmina del Chacko86			
Figura 20: Contornos de la superficie respuesta estimada para la extracción de			
alúmina			



INDICE DE TABLAS

Tabla 1: Ubicación yacimiento de Acora 28
Tabla 2: Ubicación yacimiento de Asillo 29
Tabla 3: Ubicación yacimiento de Azángaro
Tabla 4: Ubicación de yacimiento Tiquillaca 30
Tabla 5: Composición química general del Chacko 31
Tabla 6: Composición química de la bauxita
Tabla 7: Diversos nombres de alúmina
Tabla 8: Composición química del Chacko inicial antes de la extracción de alúmina. 66
Tabla 9: Ficha de muestreo recojo de muestra
Tabla 10: Modelo cinético para la extracción de alúmina 73
Tabla 11: Características de la alúmina obtenida
Tabla 12: Niveles máximos y mínimos de las variables
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
 Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
 Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
 Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación
Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el trabajo de investigación



ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS

r _i	Velocidad de reacción.
r _c	Radio del núcleo sin reaccionar (m)
R	Radio de una partícula (m)
t	Tiempo
N _i	Moles de <i>i</i> formados.
W	Masa de sólido.
C_{Ag}	Concentración de reactivo gaseoso A.
C _{As}	Concentración de reactivo
$ ho_B$	Densidad molar de B en el sólido.
V	Volumen en una partícula.
N _A	Numero de moles del componente A.
N_B	Numero de moles de componente B.
S _{ex}	Superficie exterior constante de una partícula.
k ["]	Constante cinética de primer orden para la reacción superficial.
τ	Tiempo necesario para la conversión completa de una partícula.
k_g	Coeficiente de transferencia de masa entre el fluido y la partícula

Repositorio Institucional UNA-PUNO

No olvide citar esta tesis



RESUMEN

El presente proyecto esta enfatizado en la obtención de la alúmina mediante el proceso Bayer el cual es la lixiviación alcalina a arcillas que presentan óxidos como Al_2O_3 , por lo cual se utilizará una arcilla que tiene la presencia de alúmina el cual es el chacko (arcilla con metales oxidados). En el siguiente trabajo se tiene por objetivo la obtención de alúmina a partir de esta arcilla muy común en la región altiplánica, utilizando la metodología del proceso Bayer en la cual se tiene que tener ciertas condiciones para la obtención para que la reacción se realice se requiere colocar en un reactor a altas presiones y elevadas temperaturas debido a que la solubilidad de una reacción se incrementa por lo cual se trabajó en las temperaturas de 150 a 200 °C. Luego para el proceso de secado se realizó a temperatura constante, donde se produce la cristalización, luego se hace la preparación para tener una alúmina más pura eliminando restos de otros metales que tienen bajo punto de fusión para lo cual se lleva a calcinación a una temperatura de 1000 °C. Durante 6 horas. Finalmente obteniéndose una alúmina que es analizada por difracción de rayos X. y por absorción atómica alúmina con una pureza mínima de 28,00% y la máxima de 39,54%, las condiciones de operación optimas fueron: temperatura de reacción adecuada 150°C, concentración de hidróxido de sodio 140 g/L. y tiempo de retención en el reactor de 30 min. La alúmina obtenida presenta características, tales como estructura amorfa, textura cristalina dura, soluble en agua, color y pureza. Y como producto secundario en elevada concentración se tiene al oxido de silicio con una pureza de 60,46%. La arcilla Chacko analizada antes del proceso Bayer presente como Al_2O_3 , es de 16,43%, el cual se determinó por difracción de rayos X. Las pruebas experimentales se realizaron en (Laboratorio de Química) de la Universidad Nacional de Juliaca, y el Laboratorio de Control de Calidad de la Facultad de Ingeniería



Química de la Universidad Nacional del Altiplano. Los análisis se realizaron en Laboratorios Analíticos del Sur (LAS Arequipa), por su método acreditado denominado "Método de Ensayo para Rocas Fusión Alcalina" y por difracción de rayos X en CESUR.

Palabras claves: Alúmina, Chacko (Hidralgirita), Proceso Bayer.



ABSTRACT

This project is emphasized in the acquisition of the alumina through the Bayer process which is the alkaline leaching to clays that present oxides such as Al_2O_3 , that is why it is a clay will be used because of its presence of alumina which is the chacko (clay with oxidized metals). The objective of this following work is the acquisition of alumina from this very common clay in the altiplano region, using the Bayer process methodology in which the certain conditions must have in order to the acquisition for the reaction will carry out it is necessary to place in a reactor at high pressures and high temperatures because of the solubility of a reaction is increased for that reason it was worked at 150 to 200 ° C temperatures. Then, the drying process was carried out at constant temperature, where crystallization takes place, after that the preparation is made to have a purer alumina removing traces of other metals which have low melting point for what it is brought to calcination at a temperature of 1000 ° C. For 6 hours. Finally obtaining an alumina which is analyzed by X-ray diffraction and by atomic absorption alumina with a minimum purity of 28.00% and the maximum of 39.54%, the optimum operating conditions were: adequate reaction temperature 150 ° C, sodium hydroxide concentration of 140 g / L. and retention time in the reactor for 30 min. The obtained alumina has characteristics, such as amorphous structure, hard crystalline texture, soluble in water, color and purity. And silicon oxide with a purity of 60.46% is obtained as a secondary product in high concentration. The Chacko clay analyzed before the Bayer process present as Al_2O_3 , is 16.43%, which was determined by X-ray diffraction. The experimental tests were carried out in (Chemistry Laboratory) of the Public University of Juliaca, and the Quality Control Laboratory of the Chemical Engineering Faculty of the Public University of the Altiplano. The analyzes were carried out in Analytical



Laboratories of the South (LAS Arequipa), by its accredited method called "Test Method

for Alkaline Fusion Rocks" and by X-ray diffraction in CESUR.

Keywords: Alumina, Chacko (Hidralgirita), Bayer Process.



CAPÍTULO I

INTRODUCCION, PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA, ANTECEDENTES, OBJETIVOS Y JUSTIFICACIÓN

1.1. INTRODUCCIÓN

El yacimiento de chacko se encuentra a una altitud de 3859 metros sobre el nivel del mar situado a unos 15 km de la ciudad de Azángaro, de donde fue extraída manualmente utilizando herramientas como palin y pico, procediendo a colectar de diferentes puntos para luego homogenizar y trasladar al Laboratorio de Química de la Universidad Nacional de Juliaca, para realizar el proceso Bayer, características color gris olor agradable. La preparación física de la arcilla chaco consistió en colocar a medio ambiente hasta que se seque en un lugar que no caerá la luz solar para no alterar la muestra una vez seco se llevó a chancado y molienda, para obtener una granulometría adecuada puesto que el tamaño de la arcilla influye en la velocidad de disolución en el proceso Bayer, de la misma forma utilizando un pequeño tamiz separamos los finos de los gruesos reaccionado los gruesos de una forma más lenta que los finos, pasando así a una solución.

La disolución del chacko depende de la concentración del hidróxido de sodio, siendo un factor determinante en la afinidad química, mientras más alta sea la alcalinidad más rápida será la reacción química con el chacko, de la misma forma otro factor predominante será la temperatura y un determinado tiempo lo que ayudara a que el proceso se lleve a cabo de la mejor forma, y se obtenga buenos resultados puesto que tiene que tener algunas condiciones para su obtención.

El siguiente trabajo de investigación titulado: OBTENCIÓN DE ALÚMINA A PARTIR DE LA HIDRALGIRITA (CHACKO) POR EL PROCESO BAYER, se realizó con el objetivo de obtener alúmina y diseñar una tecnología propia bajo condiciones ambientales de la región Puno. El proceso comprende en la utilización del proceso Bayer ampliamente



Universidad Nacional de Altiplano

usado a nivel mundial para la obtención de alúmina y aluminio. En la cual se inicia con la lixiviación alcalina el cual disuelve algunos metales primordialmente el aluminio contenido en su estructura de la misma forma la sílice, así obtener una solución de rica en alúmina la cual se separa de los lodos generados en la reacción, luego será llevada a estufa hasta la eliminación del agua y finalmente se empleará el horno mufla a una temperatura de 900 a 1200 °C. Los ensayos fueron realizados a escala laboratorio, en el Laboratorio de Química de la Universidad Nacional de Juliaca, la calcinación de la muestra fue llevada a cabo en el Laboratorio de Control de Calidad de la Facultad de Ingeniería Química. Los resultados químicos finales luego de finalizado el proceso Bayer, luego de unos tratamientos por su alta resolución, se hace en un equipo de absorción atómica en LAS – Arequipa (Laboratorios Analíticos del Sur) con su método certificado denominado "método de ensayo para rocas fusión alcalina".

Las variables a determinar son las siguientes: temperatura, tiempo y concentración de hidróxido de sodio.

El producto obtenido presenta características propias de la alúmina cuando se encuentra acompañado con otros metales como impurezas de sílice y oxido férrico, estructura amorfa, color turquesa y carácter alcalino. Este trabajo de investigación nos permite definir una nueva alternativa tecnológica para la obtención de nuevos materiales.

1.2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El aluminio, el más común de los elementos metálicos en la corteza terrestre (8,8% de masa) se encuentra en forma abundante en la naturaleza, en silicatos tales como las micas y feldespatos, como el óxido hidroxo (bauxita), y como criolita (Na_3AlF_6). En la región Puno existen varios yacimientos de arcillas. El chacko denominado también arcilla de hidralgirita (silicato de aluminio hidratado). Los principales ubicados en Acora, Asillo,



Azángaro y Tiquillaca. El presente proyecto enfocado en aprovechar la hidralgirita (silicato de aluminio hidratado comúnmente denominado como chacko) dicha arcilla ha sido caracterizada y su utilización por la población es para la alimentación de forma medicinal para las personas y animales (denominado pasalla) uso que se le da por sus propiedades adsorbentes y absorbentes, pero no se ha hecho estudios para la recuperación de la alúmina y otros minerales que este contiene el cual constituye una fuente para la extracción de alúmina el mismo que se obtiene por procesos químicos lo que ameriza realizar estudios de extracción con un mejor rendimiento.

La Alúmina químicamente es una sustancia que, en disolución acida o básica que combinándose forma las sales y en un proceso electrolítico se obtiene el aluminio puro. Que Se emplea en medicina, en la industria del vidrio, como envase de alimentos, cerámica, textil, en aeronáutica, en la floculación para el tratamiento de aguas y como producto químico en los laboratorios. En el presente trabajo de investigación se pretende extraer la alúmina lixiviación alcalina y posterior obtención del sulfato de aluminio y/o cloruro de aluminio utilizado en floculación.

1.2.1. Problema general

¿Cuál es el porcentaje de extracción y obtención de la alúmina a partir de la arcilla Hidralgirita Chacko por el proceso Bayer (lixiviación alcalina)?

1.2.2. Problemas específicos

- A) ¿Cuál es la tecnología propuesta, dando a conocer los parámetros óptimos de tiempo, temperatura y concentración de hidróxido de sodio?
- B) ¿Determinar la cinética y el modelo matemático para el proceso Bayer de extracción de alúmina?



1.3. ANTECEDENTES

Ferrari, et.al, (1995). En el presente trabajo se estudian las condiciones eléctricas para la obtención de depósitos de Al_2O_3 sobre electrodos de grafito a partir de suspensiones al 5% p. de solidos defloculadas con un polielectrolito. Se han realizado ensayos de deposición aplicando una intensidad de corriente constante de valores comprendidos entre 10 mA y 80 mA y tiempos de deposición de 10 minutos. Para estas condiciones se han determinado las curvas de polarización. En todos los casos se ha observado la gran influencia que ejerce la conductividad de la suspensión sobre la formación del depósito. Un exceso de dispersante produce un aumento de conductividad que impide la formación del depósito. Asimismo, se ha observado que para estos ensayos a intensidad constante la diferencia de potencial entre electrodos aumenta a lo largo del tiempo que dura el ensayo. Sin embargo, para intensidades altas (≥ 60 mA) el voltaje aumenta hasta un cierto tiempo (5 min), momento a partir del cual permanece constante. Finalmente, se estudian las características del depósito en función de la intensidad de corriente aplicada. El espesor de depósito crece con la intensidad, mientras que la densidad en verde del material depositado está directamente relacionada con el voltaje alcanzado.

Muñoz, et.al, (2001). Para emplear la alúmina como soporte de catalizadores de hidrogenación, a partir de la solución acida de $AlCl_3$ producido en la generación de hidrogeno de alta pureza a nivel de laboratorio, empleando los métodos de precipitación, filtración, lavado y secado, se sintetizaron dos productos denominados alúmina (I) y alúmina (II), las que se aplicaron al tratamiento de transición térmica de fases y los productos obtenidos se caracterizaron por DRX. Así, calcinando por 5 horas, fueron obtenidos los siguientes resultados $\gamma - Al_2O_3$ amorfa se formó a partir de la alúmina (I) a 500°C, $\gamma - Al_2O_3$ de estructura cristalina con tamaño de cristalito 0.9437 Å se formo a 1100°C $\chi - Al_2O_3$ se formó a partir de la alúmina (II) a 500 y 850 °C y a 1100°C se



formó una mezcla de las fases $\chi - Al_2O_3$ y $\alpha - Al_2O_3$ a partir de la alúmina (II). Por otro lado, re-calcinando $\gamma - Al_2O_3$ amorfa a 850 y 1100 °C por 5 horas, se formaron de cristales de $\gamma - Al_2O_3$ con tamaños de 0.5542 Å y 0.9296 Å respectivamente y cuando $\chi - Al_2O_3$ fue recalcinado a 600 y 850 °C se mantiene la misma fase $\chi - Al_2O_3$, pero a 1100°C se formó una mezcla de fases $\chi - Al_2O_3 y \alpha - Al_2O_3$. Finalmente la $\gamma - Al_2O_3$ de estructura cristalina, libre de impurezas será usada como soporte de catalizadores de hidrogenación. Palabras claves: soporte de catalizadores, $\gamma - Al_2O_3$ de estructura cristalina, $\chi - Al_2O_3$, DRX.

Manrique, et.al, (2002).se estudia la reducción simultanea de $Al_2O_3 - TiO_2$ en una celda electrolítica cerrada Hall - Heroult de laboratorio. Los parámetros analizados son la concentración inicial de óxido de titanio disuelto en el baño de criolita, la intensidad de corriente y el tiempo del proceso se observó que la cantidad de titanio metálico por unidad de tiempo es proporcional a la cantidad inicial de óxido de titanio disuelto en el baño de criolita. La eficiencia de corriente de la celda disminuye a medida que se incrementa en contenido de óxido de titanio disuelto en la criolita. Aparentemente, la disminución de la eficiencia de corriente de la celda se debe a que el titanio metálico disuelto en el baño electrolítico se reoxida con mayor facilidad que el aluminio. El fenómeno de reoxidacion se manifiesta por la evolución de monóxido de carbono en los gases de la celda.

Serna, et.al, (2011). el monohidrixido de aluminio, más conocido como pseudobohemita (AlOOH) se obtuvo por el proceso sol-gel, mediante la reacción entre aluminio y alcohol isopropilico para producir isopropoxido de aluminio; empleando catalizadores diferentes, yoduro de mercurio y yodo sublimado. La investigación estuvo encaminada a analizar si el tiempo de envejecimiento y el tipo de catalizador empleado en la obtención del isopropoxido de aluminio, tienen algún efecto en las características textuales del solido (área superficial, tamaño y volumen de poro), finalmente obtenido, y con ello realizar un estudio ambiental comparativo de las dos rutas de síntesis del alcoxido de aluminio, con el fin de conocer la cantidad de residuos producidos por cada uno de los catalizadores y así poder establecer cuál de los dos es más amigable con el ambiente.

Ávila, et.al, (2013). Se estudió la termodinámica del proceso de lixiviación alcalina de las colas derivadas del proceso carbonato amoniacal para conocer la espontaneidad de las reacciones y comprobar la posibilidad de extracción del aluminio utilizando como agente lixiviante el hidróxido de sodio. Las colas, una vez caracterizadas químicamente, se lixiviaron a escala laboratorio aplicando un diseño experimental factorial completo. La variación de energía libre indica que es posible extraer aluminio de las colas, lixiviándolas con hidróxido de sodio; para un 45% de solido las mayores extracciones se obtienen a 200°C y 30 min. El silicio y el magnesio también mostraron selectividad con el reactivo utilizado.

Villavicencio, (2016). En el presente trabajo se obtuvo alúmina activada a partir de aluminio recuperado de los envases tetra pak para su aplicación como soporte de catalizador. Para este fin se pirolizo los envases tetra pak para su aplicación como soporte de catalizador. Para este fin se pirolizo los envases tetra pak para recuperar el aluminio, que posteriormente fue lixiviado para formar aluminatos y mediante neutralización fueron precipitados como hidróxido de aluminio. El hidróxido de aluminio fue calcinado para obtener alúmina activada que fue usada como soporte de un catalizador de cobre y para evaluar su actividad catalítica fue probada en la remoción del ión cianuro usando peróxido de hidrógeno como agente oxidante. Los envases fueron pirolizados a 560°C durante 2 horas, en atmosfera reductora, para separar el aluminio del resto de componentes (PET y cartón). Se recuperó el 79% del aluminio con una pureza del 96,83%. El aluminio recuperado fue lixiviado mediante 2 vías, acida con ácido clorhídrico 10% v/v y básica con hidróxido de sodio 1,5M. el lixiviado acido fue neutralizado con hidróxido de sodio



1,5M en medio acido a pH de 5 – 6 y en medio básico a pH de 8 – 9 y el lixiviado básico fue neutralizado con ácido clorhídrico 10% v/v. en base a los resultados de la evaluación catalítica de los catalizadores sinterizados se concluyó que la mejor vía de obtención de la alúmina activada a partir del aluminio recuperado de los envases tetra pak es mediante lixiviación básica del aluminio recuperado y neutralización en medio básico usando ácido clorhídrico 10% V/V, el mismo que presento contenido de 3,4% de cobre 40,3 m^2/g de área superficial 18,4Å de diámetro de poro 30,313 m^3/g de volumen de poro, remoción del ion cianuro casi del 100% en 70 min y disolución de cobre del 2,1%.

1.4. OBJETIVOS DEL ESTUDIO

1.4.1. Objetivo general

Obtener la alúmina a partir de la arcilla Hidralgirita Chacko por el proceso Bayer (en medio básico alcalino).

1.4.2. Objetivos específicos

- a) Determinar la tecnología propuesta, dando a conocer los parámetros óptimos de tiempo, temperatura y concentración de hidróxido de sodio.
- b) Determinar la cinética y el modelo matemático para el proceso Bayer de extracción de alúmina.

1.5. JUSTIFICACIÓN

1.5.1. Justificación técnica

Para la obtención de la alúmina a partir de la Hidralgirita Chacko no requiere tecnología sofisticada o de punta, existen tecnologías que permitiría extraer la alúmina el cual es el proceso Bayer en forma eficiente y seguro. Se aplicarán operaciones y procesos químicos



convencionales a condiciones ambientales de la región altiplánica. La tecnología a utilizarse servirá de base para estudio de pre factibilidad y factibilidad económica y técnica.

1.5.2. Justificación económica

La arcilla Hidralgirita Chacko contiene valor económico, debido a la que la población lo utiliza para la alimentación y usos medicinales por las propiedades absorbentes y adsorbentes por la presencia de varios metales presentes en esta arcilla. Importancia económica debido a múltiples aplicaciones La alúmina de alta pureza tiene un amplio espectro de aplicaciones, desde abrasivos, pasando por aislantes térmicos, refractarios, soportes catalíticos, hasta materiales biomédicos (prótesis, implantes), y procesos industriales. Además, por su gran potencialidad esta arcilla la Hidralgirita nos ofrece ventajas económicas para su explotación.

1.5.3. Justificación social

La presencia de la arcilla Hidralgirita Chacko en la región de Puno contribuye al desarrollo económico y social, generando fuentes de trabajo para los pobladores que habitan en lugares más inhóspitas del altiplano Puneño. se crearán nuevos sistemas de mejoramiento de la calidad de aguas y aspectos de seguridad en los socavones minas de arcilla, además de requerir más personal por lo que activaría económicamente a los pueblos de la región. Al explotarse la arcilla Hidralgirita Chacko contribuirá en el desarrollo industrial de cerámicos y catalizadores naturales en el Departamento de Puno.



CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO, MARCO CONCEPTUAL E HIPÓTESIS 2.1. MARCO TEORICO

2.1.1. HIDRALGIRITA CHACKO

Frisancho, (1998). Y Malpica, (1970). En la región de puno existen dos tipos de arcillas, el Chacko y la phasalla. Los indiginas ingieren Ca y Fe al consumir "papas" sancochadas nativas (amargas) con la arcilla Chacko denominado también arcilla Hidralgirita (Silicato de Aluminio Hidratado (color gris canela)) que se extrae de lugares contiguos a los collpares (zonas salinas, muy apreciadas por el ganado).

Browman, (2004). En este trabajo se efectuado la caracterización de la arcilla Chacko. (ch'aqo, ch'aqu, chaco, ch'aquo, chhacco, ch'akko, chachakko). Por lo general esta «tierra» es conocida como el equivalente quechua de p'asa. En lengua Uru es conocida como qhiqhiche y en chile se la llama upi. Se puede adquirir en los mercados populares de todo el altiplano. El chacko es comercializado tal como se le obtiene de la naturaleza o moldeado representando variados animales u objetos o panes elípticos de 6 x 2 cm. El consumo de la arcilla chacko por los indígenas se reporta desde el siglo XIX (Padre Cobo Bernabé, Tomo I, Pág. 243, capitulo VII, titulado «De la pasa y demás diferencias de greda»), el chacko se humedece con agua, se le agrega un poco de sal de cocina y se untan las «papas» cocinadas, también ha sido utilizada en medicina popular en diversos usos por las propiedades astringentes, también usada por su acción detergente, supliendo la falta de jabón.

Garcia, et.al, (2006). La caracterización mineralógica se ha efectuado según los tratamientos habituales en mineralogía de arcillas, difracción de rayos-X tanto en muestras de polvo total como agregados orientados secados al aire, solvatados con



etilenglicol y tratados térmicamente. Las relaciones textuales entre las partículas se han estudiado mediante microscopia electrónica de barrido (MEB). Se ha determinado el área superficial mediante isotermas de adsorción-desorción de N_2 , su composición química se ha obtenido mediante análisis puntuales realizados sobre partículas aisladas con microscopia electrónica de transmisión (MET) con un sistema de microanálisis acoplado (AEM). Los resultados indican que estas arcillas son muy homogéneas y compactas formadas por pequeñas plaquitas de esméctica que constituyen agregados laminares con tamaños medios inferiores a 1 μ m, dispuestos según una textura tipo hojuelas de maíz (comflakes). Ocasionalmente, se observan algunas placas de mayor tamaño (partículas de illita) recubiertas de láminas de esméctica. La isoterma es del tipo II de la clasificación de la IUPAC. Los mesoporos corresponden a los poros que aparecen entre las distintas partículas laminares que componen la esméctica entre si y a los correspondientes a los fragmentos de diatomeas. El pequeño tamaño de partícula y la de-laminación o desorden en la dirección de apilamiento de las laminases el responsable de la relativamente, alta superficie externa que presenta. La capacidad de adsorción de distintas moléculas orgánicas (poder secuestranté) en esta arcilla está relacionada con dos hechos : 1) la elevada superficie externa, que da lugar a numerosos bordes de partícula con abundantes enlaces rotos y, por tanto centros activos y 2) el gran número de centros ácidos tipo Bronsted que esta esméctica tiene debido a su elevada carga tetraédrica. La superficie BET de esta arcilla es $81 m^2/g$, la superficie de microporos $20 m^2/g$ y la superficie externa $61 m^2/g$. La presencia de gran cantidad de superficie activa con enlaces no saturados hace que las arcillas interaccionen con diversas sustancias en especial compuestos polares como el agua y las toxinas. Por sus capacidades fluidificantes, antiapelmazantes, lubricantes y aglomerantes que mejoran el rendimiento de las prensas granuladoras y la durabilidad de los gránulos son muy importantes en la alimentación



animal. Mientras que sus capacidades adsorbentes de agua y secuestrantés de toxinas

producen heces más secas y disminuyen los efectos nocivos de las toxinas.



Figura 1: Arcilla Hidralgirita Chacko

FUENTE: Elaboración propia imagen tomada en laboratorio de química UNAJ



Figura 2: Arcilla pura dispuesta en forma de escamas y cornflakes (izquierda), aparecen también abundantes restos de caparazones fósiles de diatomeas dispuestos entre las esmécticas (derecha)

FUENTE: Araníbar, (2012)



2.1.1.1. Principales yacimientos de arcillas chacko

Araníbar, (2012). La procedencia de estas arcillas se extraen de los yacimientos Identificados en la región Puno (Acora, Asillo, Azángaro y Tiquillaca).

Yacimiento de acora (provincia de Chucuito)

El yacimiento se encuentra en la comunidad de Mocaraya y está dividido por la carretera Puno-Desaguadero en el Km 44 (Yacimiento A y B). Presenta una extensión aproximada de 25 ha, y la Arcilla se encuentra formando una Capa de 30 a 40 cm a unos 2 metros de Profundidad, aproximadamente. Existen abundantes excavaciones cerradas que se han realizado con anterioridad y excavaciones abiertas, de donde se extrae en la actualidad.



Figura 3: Yacimiento de arcilla en acora (3820 m.s.n.m.)

FUENTE: Araníbar (2012)

En este yacimiento, la arcilla presenta un color verde claro, 25 a 30% de humedad y en la superficie de la arcilla natural, en algunas veces se observa manchas oscuras y amarillas. La ubicación del yacimiento determinada por GPS (Global Positioning System) muestra que los puntos del perímetro de sus coordenadas UTM (Universal Transverse Mercator) son:



Yacimiento	Zona	E - O	N - S
Acora A	19 K	423281	8226094
Acora B	19 K	423509	8226374

Tabla 1: Ubicación yacimiento de Acora

FUENTE: Araníbar (2012)

Yacimiento de Asillo (provincia de Azángaro)

El yacimiento se encuentra en la comunidad de catawicuchu, a unos 5 Km del distrito de Asillo. Presenta una Extensión aproximada de 2 ha. La arcilla se encuentra formando una capa de 50 cm a unos 4 metros de profundidad, aproximadamente. Las Excavaciones normalmente están cerradas, debido a que solo se realiza la extracción durante la semana Santa. Una particularidad observada es que después de cerrar la excavación colocan piedras sobre la entrada.



Figura 4: Yacimiento de arcilla en Asillo-puno (3850 m.s.n.m.)

FUENTE: Araníbar (2012)

Este yacimiento la arcilla seca tiene un color gris claro con algunas manchas amarillas y con un 8 a 10% de humedad. A diferencia de las otras arcillas, esta es de color gris claro,



presenta una estructura laminar y es de mayor dureza. La ubicación del yacimiento determinada por GPS indica las siguientes coordenadas UTM del yacimiento.

Tabla 2: Ubicación yacimiento de Asillo

Yacimiento	Zona	E - O	N - S
Asillo	19 L	358242	8363944

FUENTE: Araníbar (2012).

Yacimiento de Azángaro (provincia de Azángaro)

Existen dos yacimientos importantes el primero (A) se encuentra en la comunidad de San Martin, a unos 15 Km de la ciudad de Azángaro y tiene una extensión de 6 ha, Aproximadamente. Mientras que el segundo (B) está ubicado a 12 Km al sur oriente de Azángaro y tiene una extensión longitudinal. Además de observar arcilla gris en este yacimiento, encontramos una variedad de arcilla no observada en el mercado se trata de una arcilla de color rojo-canela. Macroscópicamente es una arcilla de alta pureza por que no presenta ninguna coloración o manchas en su superficie ni dentro de su estructura.



Figura 5: Excavación artesanal de un yacimiento de arcilla, socavones de 5 a 10 metros de profundidad en la Zona Altiplánica de Azángaro – Puno (3950 m.s.n.m.)

FUENTE: Araníbar (2012)



La ubicación del yacimiento determinada por GPS indica las siguientes coordenadas UTM del yacimiento.

Yacimiento	Zona	E – O	N - S
Azángaro A	19 L	377368	8357352
Azángaro B	19 L	375115	8348882

Tabla 3: Ubicación yacimiento de Azángaro

FUENTE: Araníbar (2012)

Yacimiento de Tiquillaca (Provincia de Puno)

El distrito de Tiquillaca se encuentra a 25 Km de la ciudad de Puno, mientras que el yacimiento está a 3 Km al sur – este del distrito, tiene una extensión de 0,5 ha, aproximadamente. Este yacimiento presenta 3 socavones grandes y la arcilla se encuentra a 3 a 4 metros de profundidad. Por encima de la arcilla comestible existen otras arcillas de menor calidad (abundantes impurezas), algunas son de color blanco y no se utilizan para consumo, ellas sirven para pintar las casas de barro como si fuera pintura base. La muestra de arcilla es de color gris y presenta muy pocas impurezas. Al aspecto microscópico presenta una similitud con la arcilla de la Acora.

La ubicación del yacimiento determinada por GPS indica las siguientes coordenadas UTM del yacimiento.

Tabla 4: Ubicación de yacimiento Tiquillaca

Yacimiento	Zona	E – O	N - S
Tiquillaca	19 L	373977	8249047

FUENTE: Araníbar (2012)



2.1.1.2. Composición química del chacko

El Chacko es una mezcla de minerales que contienen alúmina hidratada y ciertas impurezas comunes muy amplias de metales como la sílice, hierro, cobre, etc. Por lo cual una composición típica de un chacko es la siguiente:

Compuesto	Cantidad en el Chacko en %	
<i>Al</i> ₂ 0 ₃	8 – 17	
Fe ₂ O ₃	< 4, 94	
CaO	< 3, 55	
SiO ₂	45 – 58	
TiO ₂	< 1.1	
K ₂ 0	< 4	
CuO	< 0, 04	
<i>SO</i> ₃	< 0, 6	
P ₂ O ₅	< 0, 6	
<i>V</i> ₂ <i>0</i> ₅	< 0, 1	
MnO	< 0, 1	
Rb ₂ O	< 0, 03	
H ₂ O de constitución	12 – 20	
compuestos orgánicos	0,5-4	

Tabla 5: Composición química general del Chacko

FUENTE: Araníbar (2012)



2.1.2. BAUXITA

Martinez, Et.al, (1993). Este mineral fue descubierto por M. Pierre Berthier en 1821, que lo llamo así por el lugar donde la encontró, la aldea de Les Baux de Provenza, en Arles, Francia Meridional. Casi la totalidad hoy día del aluminio es producido a partir de este mineral. El termino BAUXITA, se refiere a una mezcla de minerales formados mediante la intemperización de las rocas que contienen aluminio. Las rocas madres pueden ser ígneas o sedimentarias, son frecuentemente: Nephelina $(3Na_2O, K_2O, 9SiO_2)$, serpentina, granito, dionita, dolerita, y caliza conteniendo minerales arcillosos. Cuando estas rocas son sometidas a las acciones de la intemperie (efecto de las lluvias) o al tiempo, ellas tienden a perder los constituyentes, tales como: silicio, magnesio, óxido de hierro, y oxido de titanio. En consecuencia, se forman arcillas que contienen entre 35-60% de óxido de aluminio (Al_2O_3) combinado y subsecuentemente laterita que consiste substancialmente en oxido de aluminio hidratado y óxido de hierro hidratado. De acuerdo a su composición química las lateritas son conocidas como ferruginosas o aluminosas (aquellas más ricas en alúmina y más pobre en sílice y óxido de hierro) o bauxitas. La bauxita ocurre en lechos estratificados o cristales dentro o debajo de formaciones como depósitos cubiertos o cercanos a la superficie terrestre: como impurezas, la bauxita contiene generalmente óxido de hierro, sílice y titanita que varían en proporción según su procedencia. La mayoría de los depósitos de bauxita de mayor tenor, adecuados para la extracción de alúmina ocurre en regiones tropicales o semitropicales.

2.1.2.1. Composición química de la bauxita

Authier, (2001). Como se ha indicado anteriormente las bauxitas son mezclas de minerales que contienen alúmina hidratada y ciertas impurezas comunes, tales como



óxido de hierro, sílice y oxido de titanio (rutilo o anastasa). Una composición química

típica de una bauxita es la siguiente:

Compuesto	Cantidad en la Bauxita %
Al ₂ O ₃	40 - 55
<i>Fe</i> ₂ <i>O</i> ₃	< 10
CaO	< 0,05
SiO ₂ total	< 10
TiO ₂	1,1
CaCO ₃	4
compuestos orgánicos	0,5 – 1
Azufre	< 0,6
P ₂ O ₅	0,6
V ₂ O ₅	0,1
H ₂ O de constitución	12 – 20

Tabla 6: Composición química de la bauxita

FUENTE: Authier, et al, (2001)

2.1.3. ALÚMINA POR EL PROCESO BAYER

Authier, (2001). El químico austriaco Karl Bayer patentó en 1889 el proceso para obtener alúmina a partir de bauxita mediante una solución de hidróxido de sodio. Karl era hijo de Friedrich Bayer, fundador de la empresa química y farmacéutica Bayer. Las primeras plantas industriales de producción de alúmina basadas en el proceso Bayer se instalaron en Francia y en Irlanda en la década de 1980.

El proceso Bayer es el principal método industrial para producir alúmina (es un material de color blanco tiza consistente similar a la arena fina) a partir de bauxita. Aunque las

condiciones del proceso son influenciadas por el tipo de bauxita usada, hay 5 etapas principales en todas las plantas. Etapas de proceso son.

2.1.3.1. Preparación de la bauxita

Authier, (2001). El primer paso en la planta de alúmina es la reducción del tamaño de partícula de la bauxita, para incrementar la superficie de reacción y facilitar su manejo, se realiza a través de una trituración a partir de diferentes trituradores como de mandíbula, de rodillo, o martillo y de impacto.

2.1.3.2. Digestión

Authier, (2001). Se agrega sobre la bauxita hidróxido sódico, que estará a 180°C y altas presiones para formar así una solución enriquecida en aluminato sódico, de acuerdo a la siguiente reacción de forma general:



$$Al_2O_3.x.H_2O_{(S)} + 2NaOH_{(ac)} \rightarrow 2NaAlO_{2(ac)} + (x+1).H_2O_{(l)}$$

Diagrama de Flujo: Obtención de aluminato sódico a partir de bauxita

FUENTE: Elaboración Propia de acuerdo al ´proceso Bayer



2.1.3.3. Dilución y separación de residuos

Authier, et, al, (2001). Al final de la digestión, la suspensión que abandona el último digestor conteniendo la solución de aluminato, arenas y lodos rojos (partículas finas), está a una temperatura por encima de su punto de ebullición a presión atmosférica, de manera que es pasada a través de un sistema de enfriamiento por expansión en el cual ocurre una despresurización en forma escalonada hasta la presión atmosférica y una disminución de la temperatura hasta aproximadamente 105-100°C. El vapor generado es enviado a los intercambiadores de calor para calentar el licor fuerte suministrado a las áreas de digestión y molienda.

En este proceso se lleva a cabo en tres etapas:

- a) Desarenado. Donde la pulpa que proviene de la digestión se somete a la separación de los lodos y arenas que contiene. Las arenas separadas en la operación anterior son pasadas a través de clasificadores helicoidales de deslicorizacion y posteriormente lavadas. En cuanto a los lodos son enviados a tanques almacenadores para la alimentación de los espesadores. Es en estos tanques, donde se adiciona el agente floculante que va a facilitar el proceso de sedimentación en los espesadores.
- b) Sedimentación, lavado y deshecho de lodos rojos. La sedimentación se lleva a cabo en tanques espesadores, y el lodo rojo depositado en el fondo de estos es removido continuamente por un sistema de restrilleo. Este lodo rojo saliente por la parte inferior de los espesadores, es lavado con el fin de recuperar la solución caustica y el licor que contiene alúmina disuelta, produciéndose simultáneamente un lodo que ha de ser desechado, mientras que el agua de lavado es enviada al área de disolución.
- c) Filtración de seguridad. Las partículas finas en suspensión deben ser separadas, de lo contrario contaminarían el producto, y ello es logrado mediante una filtración de seguridad. El proceso se realiza por medio de filtros "Kelly" a presión. Una vez que

la solución pase a través de esta filtración es enviada a una sección de enfriamiento por expansión instantánea, donde se le confiere al licor la temperatura requerida para la precipitación 50 a 70 °C, según el tipo de proceso Bayer europeo o americano respectivamente.

2.1.3.4. Secado

Authier, et.al, (2001). El secado es el proceso que ayudara a la eliminación de sustancias volátiles (humedad) presente en el producto lixiviado para producir un producto sólido y seco. La humedad se presenta como una solución liquida dentro del solido; es decir; en la microestructura del mismo el cual es sometido a secado térmico donde habrá los siguientes procesos.

- Habrá transferencia de energía (comúnmente como calor) del entorno para evaporar la humedad de los sólidos presentes (agua).
- Habrá la transferencia de humedad interna del solido hacia la superficie.

La velocidad a la cual el secado es realizado estará determinado por la velocidad a la cual los dos procesos, mencionados anteriormente, se llevan a cabo.

2.1.3.5. Precipitación

Authier, et.al, (2001). A pesar de bajar la temperatura del licor, es difícil que se produzca una precipitación espontanea. Se precisa de siembra de cristales de hidrato, generalmente fino y en cantidad controlada, de esta manera, se puede conseguir la granulometría deseada la reacción de precipitación es la siguiente:

$$Al(OH)_{4(ac)}^{-} + Na^{+}_{(ac)} \rightarrow Al(OH)_{3(s)} + OH^{-}_{(ac)} + Na^{+}_{(ac)}$$

2.1.3.6. Calcinación

El lixiviado una vez secado se somete a calcinación. El secado se consigue aprovechando los gases calientes del calcinador y una vez seco el mismo, se pone en contacto a alta


temperatura (900 - 1200°C) en un horno. De esta forma se obtiene el producto final, la

alúmina Al_2O_3 . La reacción es la siguiente:

$$2Al(OH)_{3(s)} \rightarrow Al_2O_{3(s)} + 3H_2O_{(g)}$$

El producto final de calcinación contiene un 99,5% de óxido de aluminio y 0,5 - 0,05 de

óxido de sodio como la impureza más importante.



Diagrama de Flujo: Proceso Bayer para obtención de alúmina de la bauxita

FUENTE. Elaboración propia según (Karl Bayer, (1889)



2.1.4. ALÚMINA

Correa, et.al, (2014), En general los diferentes materiales aluminicos dentro de su composición química han tenido gran importancia en el desarrollo de los materiales cerámicos al año 5000 A.C. Las arcillas de aluminio se usaron para la elaboración de piezas cerámicas en la antigua Mesopotamia. Posteriormente para el periodo 3000 A.C. los babilonios y egipcios comenzaron a utilizar compuestos de aluminio en diversas aplicaciones como perfumes, tintas y medicinas, mientras que los romanos los emplearon para manufacturar cosméticos, y para el año 800 A.C. durante la época Romana, la esmeralda, el Zafiro y el Rubí fueron usados en la Joyería, las cuales son formas cristalinas de alúmina que obtienen su color por diversas impurezas.

La alúmina ha tenido de alguna manera un uso diverso en el campo industrial y químico durante varios años. En el último siglo el tipo de mineral alúmina más conocido y utilizado ha sido el "corindón" ($\alpha - Al_2O_3$), sin embargo han surgido y ganado importancia diversos tipos de aluminas denominadas metaestables, las cuales son polimórficas y se reconocen por las letras griegas chi (χ), eta (η), beta (β), kappa (κ), gamma (γ), delta (δ), y theta (θ). Las cerámicas de alúmina poseen excelentes propiedades fisicoquímicas gracias a su estructura atómica formada por enlaces híbridos iónicos y covalentes de gran estabilidad que otorgan propiedades como elevado punto de fusión, baja conductividad térmica, dureza, rigidez, e inercia y resistencia química sumado a la disminución de los costos de producción presentan aplicabilidad en diversos campos y han sido objeto de numerosas investigaciones en las últimas décadas.

La alúmina es la materia prima base para la obtención de aluminio. Está formada de óxido de aluminio que se obtiene de la bauxita en proporción de 2 a 1 en peso, posee punto de fusión de 2050°C, aproximadamente, tiene múltiples usos en la industria no relacionada con el aluminio, debido a sus características moleculares al ser incombustible y no



Universidad Nacional del Altiplano

reaccionar con ningún elemento, en virtud de estas propiedades, constituye uno de los principales componentes de la sustancia utilizada en los extintores de incendios, así como en las materias pinturas, aumentando su capacidad de resistencia al fuego. La industria petrolera requiere de la alúmina como catalizador en sus procesos de refinación, la alúmina actúa como material aislante en la industria de la cerámica y como espesador de explosivos. Anteriormente, la alúmina se producía por procedimiento de le chatelier (1869). Según dicho proceso, se mezclaba la bauxita con carbonato sódico y se sometía la mezcla a calcinación en un horno a $1000 - 1100^{\circ}$ C, proceso pirogénico como producto de reacción se obtenía aluminato sódico, que se lixiviaba a 80° C consiguiéndose una solución de aluminio de la que se precipitaba la alúmina por medio de dióxido de carbono procedente del horno. La base del proceso es:

$$Al_2O_3. 3H_2O_{(s)} + Na_2CO_{3(s)} \xrightarrow{1000-1200^{\circ}C} 2NaAlO_{2(AC)} + CO_{2(g)} + 3. H_2O_{(g)}$$

$$2NaAlO_{2(ac)} + CO_{2(g)} + 3.H_2O_{(v)} \rightarrow Al_2O_3.3H_2O_{(s)} + Na_2CO_{3(AC)}$$

El Trihidrato filtrado se calcinaba a Al_2O_3 en un horno rotativo a alta temperatura. 1100 - 1200°C. El $Na_2CO_{3(AC)}$



Comercial de	Notación	Notación	Notación	
Composition	Francesa	Británica	Norteamericana	
Al_2O_3 . xH_2O	γ	-	-	
0,1 < <i>x</i> < 0,6	Chi + Gamma	Chi + Gamma	Chi	
	Eta	Gamma	Eta	
	Gamma	Delta	Gamma	
	Delta	Delta + Delta	Delta	
	Kappa + Delta	Kappa + Theta	Карра	
<i>Al</i> ₂ <i>O</i> ₃	alfa (α)	alfa (α)	alfa (α)	

Tabla 7: Diversos nombres de alúmina

FUENTE: Martinez, Et, al, (1994)

2.1.4.1. Usos y aplicaciones

Alúmina como catalizador y soporte de catalizadores

Gómez, (2006). La alúmina tiene usos importantes como catalizadores y soporte de catalizadores, y para este fin se emplean diversos tipos, según las características que se deseen. La alúmina empleada como soporte catalítico puede modificar notablemente la función del catalizador aunque por si misma tenga poca actividad respecto de la reacción catalizada. Es necesario escoger el tipo adecuado de alúmina para determinada aplicación. Además, es preciso determinar la cantidad de agente activo que ha de soportar la alúmina, considerando debidamente la actividad, estabilidad química y térmica y el costo de la composición.

Alúmina como abrasivo y refractarios

Gómez, (2006). La alúmina calcinada ordinaria que resulta del proceso Bayer tiene muchos usos como abrasivos. Sus propiedades se pueden modificar variando la



temperatura de calcinación y el tamaño de partícula. Ciertas calidades se emplean en el acabado de metales, particularmente de superficies duras de acero inoxidable y chapando el cromo. La alúmina fundida de pureza ordinaria producida en horno de acero eléctrico tiene muchas aplicaciones como material abrasivo y para preparar materiales refractarios. Hay dos tipos de principales abrasivos artificiales: el carburo de silicio y el óxido de aluminio, que se complementan en los usos y en general no compiten entre sí. Por ejemplo por su gran fragilidad el carburo de silicio se usa para desgastar materiales de baja resistencia a la tracción, como la fundición de hierro y aluminio y los abrasivos de alúmina en virtud de su gran tenacidad, se usan sobre materiales de gran resistencia a la tracción, como el acero- por muchos años la producción de abrasivos de alúmina fundida ha sido por término medio dos o tres veces mayor que la del carburo de silicio. La mayor parte del abrasivo artificial que se fabrica en el continente americano se hace en Canadá, y casi todo se envía en estado impuro a las plantas matrices en los Estados Unidos para su ulterior tratamiento. Para ciertas operaciones de esmerilado, en particular las que requieren corte en frio, se necesita alúmina fundida especial, algo más pura y quebradiza que la ordinaria.

Prótesis dentales

Gómez, (2006). El óxido de alúmina, por su excepcional dureza es usado en el área médica en prótesis dentales de apariencia real, esto requiere decir que se ven como el diente original y su resistencia asegura años de servicio sin problemas.

Refractarios

Gómez, (2006). El alto punto de fusión y su dureza hacen de la alúmina el candidato perfecto para fabricar refractarios para hornos.



2.1.4.2. Estructura y morfología

Gómez, (2006). La distribución atómica de los sólidos cristalinos se describe mediante una red espacial en la que se especifican las posiciones atómicas por medio de una celda unitaria que se repite por traslación ordenada.

Todos los polimorfos mencionados en la sección 1.2 se componen de capas octaédricas de moléculas de hidróxido de aluminio con el átomo de aluminio en el centro y los grupos hidroxilo en los lados, con enlaces de hidrogeno que sostienen juntas las capas polimorfismos varían en la forma de las capas con arreglos de las moléculas, determinadas por la acidez la presencia de iones y la superficie de los minerales que se forman sobre la sustancia. Bajo la mayoría de condiciones anteriormente mencionadas, la gibbsita, es la forma más estable químicamente de hidróxido de aluminio.

Suarez, (2009). Los cuatro tipos de polimorfismos de hidróxidos de aluminio (Bayerita, Gibbsita, Nordstrandita, Doyleita) se caracterizan por la combinación de un átomo de aluminio y tres moléculas de hidróxido en diferentes arreglos cristalinos. La Gibbsita es el hidróxido de aluminio ($Al(OH)_3$), mientras que la bohemita y diasporita son hidróxidos de óxido de aluminio (AlO(OH)), la principal diferencia entre estos dos últimos es que la diasporita tiene una estructura cristalina diferente a la bohemita. Por otro lado los cristales de óxido de aluminio son normalmente de estructura hexagonal y diminuto tamaño, los granos de mayor tamaño se forman con la unión de numerosos cristales. Algunos cristales de alúmina tienen estructura de octaedro en el cual seis grupos de átomos de oxigeno están dispuestos de tal manera que cada uno forma un vértice del octaedro unidos en el centro por un átomo de aluminio. Por ejemplo la α – *alumina* (la más común de las alúminas químicamente estables) tiene una estructura romboédrica. Cada ion de aluminio esta enlazado a seis iones de oxígeno en la forma de un octaedro distorsionado y cada ion de oxigeno esta enlazado a cuatro iones de aluminio en la forma



de un tetraedro distorsionando. Cada ion de aluminio ocupado dos tercios de los intersticios octaédricos.



Figura 6: Estructura cristalina de la alúmina ideal formada por capas octaédricas, en la que el aluminio ocupa el centro de los octaedros, dando lugar a una celdilla octogonal (seudo - hexagonal)

FUENTE: Suarez (2009)

Suarez, (2009). La estructura de las diferentes fases de la alúmina o alúminas metaestables, pueden ser divididas en dos categorías: con empaquetamiento cubico centrado en las caras (fcc) o con empaquetamiento hexagonal compacto (hcp) de los aniones de oxígeno. A continuación se especifica la estructura para cada una de ellas:

- Las estructuras de Al₂O₃ basadas en el empaquetamiento fcc de oxígenos incluyen las alúminas de transición γ (cubica), δ (tetragonal u ortorrómbica), η (cubica), θ (monoclínica).
- Las estructuras de Al_2O_3 basadas en el empaquetamiento hcp están representadas por las alúminas de transición α (romboédrica), κ (ortorrómbica), y χ (hexagonal).



2.1.5. SOLUBILIDAD DE LAS SALES Y LA TEMPERATURA

Raymond, (2003). El proceso por el cual un soluto disuelto se separa de la disolución y forma cristales se denomina cristalización.

La solubilidad depende principalmente de la temperatura, mientras que la presión tiene un efecto despreciable sobre ella. Los datos se expresan en forma de curvas en la que se grafica la solubilidad en función de la temperatura. En general, la solubilidad de la mayoría de las sales aumente ligera o notablemente al aumentar la temperatura.

Así la solubilidad es una medida de la capacidad de una determinada sustancia para disolver en un líquido. Puede expresarse en moles por litro, en gramos por litro, o en porcentaje de soluto; en algunas condiciones se puede sobrepasarla, denominándose solución sobresaturada.

En la solubilidad, el carácter polar o apolar de la sustancia influye mucho, ya que, debido a estos la sustancia será más o menos soluble.

El término solubilidad se utiliza tanto para designar al fenómeno cualitativo del proceso de disolución como para expresar cualitativamente la concentración de las soluciones. La solubilidad de una sustancia depende de la naturaleza del disolvente y del soluto, así como de la temperatura y la presión del sistema, es decir, a la tendencia del sistema a alcanzar el valor máximo de entropía. Al proceso de interacción entre las moléculas del disolvente y las partículas del soluto para formar agregados se le llama solvatación y si el solvente es agua, hidratación.

Para poder ser transferido a la fase sólida, es decir cristalizar un soluto cualquiera debe eliminar su calor latente o entalpía de fusión, por lo que el estado cristalino además de ser el más puro, es el de menor nivel energético de los tres estados físicos de la materia, en el que las moléculas permanecen inmóviles unas respecto a otras, formando estructuras en el espacio, con la misma geometría, sin importar la dimensión del cristal.



2.1.6. CRECIMIENTO Y PROPIEDADES DE LOS CRISTALES

2.1.6.1. Nucleación

Domic M, (2001). El fenómeno de la nucleación es esencialmente el mismo para la cristalización a partir de una solución, cristalización a partir de un producto fundido, condensación de gotas de niebla en un vapor sobre enfriado, y generación de burbujas en un líquido sobrecalentado, en todos los casos, la nucleación se produce como consecuencia de rápidas fluctuaciones locales a escala molecular en una fase homogénea que está en estado de equilibrio meta estable.

Domic M, (2001). Los núcleos cristalinos se pueden formar a partir de moléculas, átomos o iones. En soluciones acuosas pueden ser hidratados, debido a sus rápidos movimientos, estas partículas reciben el nombre de unidades cinéticas. Para un volumen pequeño, la teoría cinética establece que las unidades cinéticas individuales varían grandemente en localización, tiempo, velocidad, energía y concentración. Los valores aparentemente estacionarios, de las propiedades intensivas, densidad, concentración y energía, correspondientes a una masa macroscópica de solución, son en realidad valores promediados en el tiempo de fluctuaciones demasiado rápidas y pequeñas para poder ser medidas.

2.1.7. CINETICA DE EXTRACCIÓN

Levenspiel, (2013). Bajo condiciones apropiadas unas sustancias pueden transformarse en otras que constituyen diferentes especies químicas. Si ocurre esto solamente por reordenamiento o redistribución de los átomos para formar nuevas moléculas, decimos que se ha efectuado una reacción química; en química se estudian estas reacciones considerando su modo y mecanismo, los cambios físicos y energéticos que tienen lugar, y la velocidad con la que se forman los productos.



En cinética química trata principalmente del estudio de la velocidad de reacción, considerando todos los factores que influyen sobre ella. En el presente trabajo de acuerdo al proceso Bayer utilizaremos un reactor intermitente discontinuo o por lotes, de forma experimental que se opera por lo general isotérmicamente y a volumen constante.

2.1.7.1. Definición de la velocidad de extracción en la reacción

El seguimiento los modelos son los más utilizados en los últimos años. Gu (S.-q., 2009)desarrolló un modelo suponiendo que 1) la tasa de reacción superficial fue de primer orden, 2) todos los coeficientes de transferencia de masa fueron constantes, y 3) la actividad del agua y el coeficiente de actividad iónica fueron constantes. Se desarrolló y usó un método de igual eficiencia de digestión para procesar los datos de cinética del proceso de digestión.

Levenspiel, (2013). Definimos la velocidad de reacción empleando magnitudes intensivas mejor que extensivas, seleccionando un componente í para definir la velocidad en función de este componente. Si la velocidad de cambio en el número de moles de ese componente debido a la reacción es dN_i/dt , entonces la velocidad de reacción se define:

Basada en la unidad de masa de solido en el sistema solido-fluido:

$$r_{\rm i} = \frac{1 \, dN_{\rm i}}{W dt}$$

$$=\frac{moles\ de\ i\ formados}{(masa\ de\ solido)(tiempo)}\tag{1}$$

Donde:

 r_i = velocidad de reacción

t = tiempo

 N_i = moles de *i* formados.

W= masa de solido



2.1.8. REACTOR INTERMITENTE DE VOLUMEN CONSTANTE PROCESO

BAYER

Levenspiel, (2013). De acuerdo al proceso Bayer para la extracción de alúmina tenemos que colocar en un reactor discontinuo experimental. En la cual se lixiviara isotérmicamente, a volumen constante (referencia al volumen de la mezcla reaccionante y no al volumen del reactor), este término significa en realidad un *sistema reaccionante de densidad constante*. Reacción en fase liquida. La medida de velocidad de reacción del componente *i* se expresa como.

$$r_{i} = \frac{1}{V} \frac{dN_{i}}{dt} = \frac{d(N_{i}/V)}{dt}$$
$$= \frac{dC_{i}}{dt}$$
(2)

La conversión: Se trata de la conversión fraccional, o fracción de cualquier reactivo por ejemplo "A", que se convierte en algo distinto, o la fracción de "A" que ha reaccionado. A esto se le llama simplemente conversión de "A", con el símbolo X_A .

Suponer que la cantidad inicial de "A" en el tiempo t = 0 en el reactor es N_{AO} y que N_A es la cantidad de "A" presente en el tiempo t. la conversión de "A", en un sistema de volumen constante, está dado por.

$$X_{A} = \frac{N_{AO} - N_{A}}{N_{AO}} = 1 - \frac{N_{A}/V}{N_{AO}/V}$$
$$= 1 - \frac{C_{A}}{C_{AO}}$$
(3)

$$dX_A = -\frac{dC_A}{C_{AO}}$$
(4)

Dorevic, et.al, (2010). El método de detección suave basado en datos de proceso es un enfoque efectivo a la aplicación de medición en línea en procesos industriales complejos.



El método de análisis de regresión multilineal estadístico, artificial método de red natural y la inferencia difusa basada en la red adaptativa sistema se han utilizado para predecir la recuperación de lixiviación de Al_2O_3 en el Proceso de Bayer, pero las influencias de las condiciones de trabajo tales ya que la temperatura y la presión no fueron consideradas en estos modelos, y por lo tanto, la precisión de predicción no es alta.

2.1.8.1. Método integral de análisis de datos para el proceso Bayer

Levenspiel, (2013). Se utiliza principalmente con reacciones sencillas y de acuerdo a que la reacción en el proceso Bayer es simple se escoge este método integral para aplicar en el proyecto. Reacciones irreversibles de primer orden.

$$A$$

$$\Rightarrow productos$$

$$-r_{A} = -\frac{dC_{A}}{dt}$$

$$= kC_{A}$$

$$(6)$$

Separando variables e integrando se obtiene

Λ

$$-\int_{C_{AO}}^{C_{A}} \frac{dC_{A}}{C_{AO}}$$

$$= k \int_{0}^{t} dt \qquad (7)$$

$$-\ln \frac{dC_{A}}{C_{AO}}$$

$$= kt \qquad (8)$$

En función de la conversión (ver ecuaciones 3 y 4), la ecuación de velocidad, ecuación 5, se transforma en.

$$\frac{dX_A}{dt}$$
$$= k(1 - X_A)$$

No olvide citar esta tesis

ó



$$\int_0^{X_A} \frac{dX_A}{1 - X_A} = k \int_0^t dt$$

$$=kt$$
 (9)

 $-\ln(1 - X_A)$

Nota: se debe señalar que ecuaciones como.

Que integrada proporciona.

$$-\frac{dC_A}{dt}$$
$$= kC_A^{0.6}C_B^{0.4}$$

Son de primer orden, aunque no responden a este tipo de análisis.

2.1.9. CINÉTICA REACCIONES FLUIDO – PARTÍCULAS SÓLIDAS

Levenspiel, (2013). Son las reacciones heterogéneas en las que un gas o un líquido se pone en contacto con un sólido, reaccionan y se transforma en producto esta reacción se puede representarse por:

A(fluido) + B(solido)

$$\rightarrow productos (fluídos) + productos(sólidos)$$
(11)

Debido a que en estas reacciones no se utilizan los catalizadores, las reacciones en las que el tamaño del solido no varía apreciablemente durante la reacción:

- A) Tostación (oxidación) de menas sulfuradas para producir los óxidos metálicos.
- B) Preparación de metales a partir de sus óxidos por reacción en atmosferas reductoras.
- C) Nitrogenacion del carburo de cálcico para producir cianamida.
- D) Tratamiento de protección de superficies solidas por procesos tales como el recubrimiento de metales.





Figura 7: Diferentes tipos de comportamiento de partículas reactantes sólidas FUENTE: Levenspiel, (2013)

2.1.9.1. Selección de un modelo o esquema conceptual

Levenspiel, (2013). Para el desarrollo de una reacción viene acompañado de una representación matemática, su ecuación de velocidad. Como tal si se elige un modelo habrá de aceptar su ecuación cinética, y viceversa. Si un modelo se acerca a lo que reamente está ocurriendo, entonces su expresión cinética predecirá y describirá la cinética real. Las reacciones no catalíticas de partículas sólidas con el fluido que las rodea, se consideran dos modelos simples idealizados, el modelo de conversión progresiva (PCM, *Progressive Conversión Model*) y el modelo del núcleo que se encoge sin reaccionar (SCM, *Shrinking-Core Model*).

Modelo de conversión progresiva (PCM). Este modelo considera que el fluido (gas, líquido) reaccionante entra y reacciona todo el tiempo en toda la partícula sólida, probablemente a velocidades distintas en los distintos puntos dentro de la partícula. Por lo tanto, el reactivo solido se está convirtiendo continua y progresivamente en toda la partícula, como se muestra en la Fig.





Figura 8: De acuerdo con el modelo de conversión, progresiva, la reacción se produce continuamente en toda la partícula sólida

FUENTE: Levenspiel, (2013)

Modelo del núcleo que se encoge sin reaccionar (SCM). En este modelo se considera que la reacción se produce primero en la superficie exterior de la partícula. La zona de reacción se desplaza entonces hacia el interior del sólido, dejando tras de sí material completamente convertido y solido inerte. A este solido inerte se le llama "ceniza". Así, en cualquier instante existe un núcleo de material sin reaccionar que se encoge durante la reacción, como se ve en la Figura 9.





Figura 9: De acuerdo con el modelo de núcleo sin reaccionar la reacción se efectúa en una capa estrecha que se va desplazando hacia el interior de la partícula solida el reactante se convierte completamente a medida que la capa se va desplazando

FUENTE: Levenspiel, (2013)

2.1.9.2. Modelo del núcleo que se encoge sin reaccionar para partículas esféricas de tamaño constante

Bi, (1995). Bi Postuló eso el modelo de núcleo no reaccionado que se reduce no debe usarse como modelo para lixiviar diasporas y tres modelos propuestos para tres temperaturas etapas basadas en la teoría.

Levenspiel, (2013). Este modelo fue primeramente desarrollado por Yagi y Kunii, 1955, quienes consideraron que durante la reacción se presentan cinco etapas sucesivas.

Etapa 1. Difusión del reactivo gaseoso (A) a través de la película gaseosa que rodea a la partícula hasta la superficie de esta.

Etapa 2. Penetración y difusión de (A) a través de la capa de ceniza hasta la superficie del núcleo que no ha reaccionado.

Etapa 3. Reacción del reactivo gaseoso A con el sólido en esta superficie de reacción.

Etapa 4. Difusión de los productos gaseosos formados a través de la capa de ceniza hacia la superficie exterior del sólido.



Etapa 5. Difusión de los productos gaseosos a través de la película gaseosa de regreso al



cuerpo principal del fluido.



FUENTE: Levenspiel, (2013)

La difusión a través de la película gaseosa como etapa controlante

Levenspiel, (2013). Siempre que la etapa controlante sea la difusión en la película gaseosa, el perfil de la concentración de los reactivos gaseoso A será como el mostrado en la figura 2-12, se observa que no existe reactivo gaseoso en la superficie de la partícula; por lo tanto, la fuerza impulsora de la concentración, $C_{Ag} - C_{As}$, se reduce a C_{Ag} y es constante en cualquier instante durante la reacción de la partícula. Puesto que es conveniente deducir las ecuaciones cinéticas basándose en la superficie disponible, el análisis se centrara en la superficie exterior constante de una partícula, S_{ex} Teniendo en cuenta que $dN_B = bdN_A$, se escribe.



$$-\frac{1}{S_{ex}}\frac{dN_B}{dt} = -\frac{1}{4\pi R^2}\frac{dN_B}{dt} = -\frac{b}{4\pi R^2}\frac{dN_A}{dt} = bk_g(C_{Ag} - C_{As}) = bk_g(C_{Ag})$$
$$= cte.$$
(12)

Si se hace que ρ_B sea la densidad molar de B en el sólido y V el volumen en una partícula, la cantidad de B presente en una partícula es.

$$N_{B} = \rho_{B}V$$
$$= \left(\frac{moles \ de \ B}{m^{3}de \ solido}\right) (m^{3}de \ solido)$$
(13)

La disminución del volumen, o del radio, del núcleo sin reaccionar que acompaña la desaparición de dN_B moles de reactivo solido estará dada entonces por.

$$-dN_B = -bdN_A = -\rho_B dV = -\rho_B d\left(\frac{4}{3}\pi r_c^3\right)$$
$$= -4\pi\rho_B r^2 dr_c \qquad (14)$$

 r_c = Radio del núcleo sin reaccionar (m)

Sustituyendo 5 en la 3, se obtiene la velocidad de reacción en función de la disminución del radio del núcleo sin reaccionar.

$$-\frac{1}{S_{ex}}\frac{dN_B}{dt} = -\frac{\rho_B r_c^2}{R^2}\frac{dr_c}{dt}$$
$$= bk_g C_{Ag} \tag{15}$$

Donde k_g es el coeficiente de transferencia de masa entre el fluido y la partícula. Reordenando e integrando, se encuentra como se encoge el núcleo sin reaccionar con el tiempo.

$$-\frac{\rho_B}{R^2} \int_R^{r_c} r_c^2 dr_c = bk_g C_{Ag} \int_0^t dt$$
$$t$$
$$= \frac{\rho_B R}{3bk_g C_{Ag}} \left[1 - \left(\frac{r_c}{R}\right)^3 \right]$$
(16)



Sea τ el tiempo necesario para la conversión completa de una partícula. Entonces, tomando $r_c = 0$ en la ecuación 7, se encuentra.

$$\tau = \frac{\rho_B R}{3bk_g C_{Ag}} \tag{17}$$

El radio del núcleo sin reaccionar en función del tiempo fraccional para la conversión completa se obtiene combinando las ecuaciones 6 y 7 es decir.

$$\frac{t}{\tau} = \left[1 - \left(\frac{r_c}{R}\right)^3\right]$$

Esto puede escribirse en función de la conversión fraccional observando que.

$$1 - X_B = \left(\frac{volumen \ del \ nucleo \ sin \ reaccionar}{volumen \ total \ de \ la \ particula}\right) = \frac{\frac{4}{3}\pi r_c^3}{\frac{4}{3}\pi R^3}$$
$$= \left(\frac{r_c}{R}\right)^3 \qquad (18)$$

Por lo tanto,

$$\frac{t}{\tau} = 1 - \left(\frac{r_c}{R}\right)^3$$
$$= X_B \tag{19}$$

Así, se obtiene la relación del tiempo con el radio y con la conversión, que se presenta gráficamente en las figuras 14 y 15.

Λ





Figura 11: Representación de una partícula reactante cuando la difusión a través de la película gaseosa es la resistencia controlada

FUENTE. Levenspiel, (2013)

La reacción química como etapa controlante

En la figura 2-15 se muestran los gradientes de concentración dentro de una partícula cuando la etapa controlante es la reacción química. Puesto que el progreso de la reacción no se ve afectado por la presencia de alguna capa de ceniza, la velocidad es proporcional a la superficie disponible del núcleo sin reaccionar. Por tanto, la velocidad de reacción, basada en la unidad de superficie del núcleo sin reaccionar, r_c , para la estequiometria de la ecuación 1 es.

=

$$-\frac{1}{4\pi r_c^2}\frac{dN_A}{dt} = -\frac{b}{4\pi r_c^2}\frac{dN_A}{dt}$$

$$bk'' C_{Ag} \qquad (20)$$



Donde $k^{"}$ es la constante cinética de primer orden para la reacción superficial. Escribiendo N_B en función del radio decreciente del núcleo, dado por la ecuación 5, se obtiene.

$$-\frac{1}{4\pi r_c^2} \frac{4\pi \rho_B r^2 dr_c}{dt} = -\rho_B \frac{dr_c}{dt}$$
$$= bk'' C_{Ag}$$
(21)

Integrando se transforma en.

$$-\rho_B \int_R^{r_c} dr_c = bk^{"} C_{Ag} \int_0^t dt \qquad o$$

$$t$$

$$= \frac{\rho_B}{bk^{"} C_{Ag}} (R - r_c) \qquad (22)$$

El tiempo τ que se requiere para la conversión completa se obtiene cuando $r_c = 0$, o

τ

$$=\frac{\rho_B R}{bk^" C_{Ag}} \tag{23}$$

La disminución del radio o el aumento de la conversión fraccional de la partícula en función de τ se encuentra combinado en las ecuaciones 13 y 14 de la forma.

$$\frac{t}{\tau} = 1 - \frac{r_c}{R}$$
$$= 1 - (1 - X_B)^{\frac{1}{3}}$$
(24)

Este resultado se muestra en las imágenes 14 y 15.





Figura 12: Representación de una partícula reactante cuando la reacción química es la resistencia controlante, en el caso de la reacción

FUENTE: Levenspiel, (2013)

2.1.9.3. Búsqueda de una ecuación de velocidad para el proceso Bayer

En la búsqueda de una ecuación cinética y de un mecanismo que ajuste los datos experimentales, se ha de responder a dos preguntas

- ¿se cuenta con el mecanismo correcto y el correspondiente tipo de ecuación cinética?
- una vez que se dispone de la forma correcta de ecuación cinética. ¿se cuenta con los mejores valores de las constantes cinéticas de la ecuación?

Para el caculo de la velocidad de reacción entonces para el cálculo de k a partir de datos individuales. Con una ecuación de velocidad a la mano. Se pueden calcular las constantes cinéticas para cada punto experimental ya sea por el método integral o por el diferencial. Si no hay una tendencia a la desviación de los valores de k. La ecuación se considera satisfactoria y se determina k sacando el promedio.



Los valores de *k* calculados por este método son las pendientes de las rectas que unen cada punto con el origen. Así para la misma dispersión sobre la gráfica, los valores de k calculados con los puntos cercanos al origen (conversión baja) varían ampliamente, mientras que los calculados con puntos alejados del origen mostraran poca desviación. Figura 2-13.



Figura 13: Influencia de la posición en los puntos experimentales en la dispersión de los valores de k calculados

FUENTE: Levenspiel, (2013)

2.1.9.4. Determinación de la etapa controlante de la velocidad

La cinética y las etapas controlantes de la velocidad en una reacción solido líquido se deducen observando como se ve influida la conversión progresiva de las partículas por su tamaño y la temperatura de operación.

Temperatura. Los experimentos a distintas temperaturas permitirán distinguir fácilmente si la etapa controlante es la de difusión (a través de la película gaseosa o a través de la ceniza) o si es la de reacción química.

Tiempo. Las figuras 14 y 15 muestran la conversión progresiva de solidos esféricos, cuando la etapa controlante es la reacción química, la difusión en la película y la difusión en la ceniza, desafortunadamente, la diferencia entre la difusión en la ceniza y la reacción química como etapas controlantes no es grande.



Tamaño de partícula. Esta dado por:

> $t \alpha R^{1,5 \alpha 2,0}$ Para control por la difusión en la película (el exponente disminuye

al aumentar el número de Reynolds).

- > $t \alpha R^{1,5 a 2,0}$ Para control por la difusión a través de la ceniza.
- \blacktriangleright t α R Para control por la reacción química.

Por consiguiente, las experiencias cinéticas con diferentes tamaños de partículas permiten

distinguir entre las reacciones en las que se controlan las etapas físicas y las químicas.



Figura 14: Progreso de la reacción de una sola partícula esférica con el fluido circundante medido en función del tiempo necesario para la conversión completa

FUENTE: Levenspiel, (2013)





Figura 15: Progreso de la reacción de una sola partícula esférica con el fluido circundante medido en función del tiempo necesario para la conversión completa

FUENTE: Levenspiel, (2013)

2.1.10. FACTORES QUE AFECTAN EN LA EXTRACCIÓN DE Al₂O₃

2.1.10.1. Efecto de tamaño de la partícula

(Salasar. A., 1998), considera que uno de los factores que determinan la eficiencia de cualquier proceso a tratar él, es el tamaño de partícula, por lo cual se debe lograr una buena granulometría el cual permita alcanzar una máxima eficiencia de las reacciones.

Para el efecto del caso, después de unas pruebas en laboratorio, que la arcilla necesita una determinada granulometría para que el ataque de lixiviación sea aceptable y sin muchas pérdidas. Consiguiéndose una eficiencia muy aceptable con granulometrías de malla -30 puesto que la sedimentación para la separación de solido líquido sería muy buena no existiendo suspensiones del tipo coloidal, ni emulsiones que afecten la eficiencia de la filtración.



2.1.10.2. Reacción de lixiviación alcalina (hidróxido de sodio) de acuerdo al proceso Bayer

Se agrega sobre la arcilla CHACKO hidróxido de sodio, que estará a 180°C y altas presiones para formar así una solución enriquecida en aluminato sódico, de acuerdo a la siguiente reacción de forma general:

$$Al_2O_3$$
. x . $H_2O + 2NaOH \rightarrow 2NaAlO_2 + (x + 1)$. H_2O

PROCESO BATCH (discontinuo o por lotes) llevado en un pequeño reactor tipo tanque con cierre hermético en la cual ayudara a que se realice la formación de altas presiones. Permitiendo el desarrollo de procedimientos cuantitativos:

- Volumen constante
- ✤ Temperatura constante
- Presiones elevadas > 60 atm. Tiempo constante

Los parámetros entonces a controlar en la lixiviación del proceso Bayer serán:

- Temperatura de lixiviación
- Tiempo lixiviación
- Concentración de solución alcalina (hidróxido de sodio) requerida para la lixiviación

2.2. MARCO CONCEPTUAL

CHACKO O HIDRALGIRITA: Es una arcilla de color gris inclusive hasta medio verde es un silicato de aluminio, hierro, potasio, calcio, sodio, etc. Los cuales son sus componentes más importantes ahora de acuerdo al lugar puede variar su composición a la ves es altamente Hidratado. ALÚMINA EL CHACKO: Es un compuesto secundario muy importante del chacko, compuesto ligeramente soluble en agua por las sales de sodio y potasio que se encuentra en su estructura.

CRISTALIZACIÓN: La cristalización es un proceso por el cual a partir de un líquido o una disolución, los iones átomos o moléculas establecen enlaces hasta formar una red cristalina, la unidad básica de un cristal. La cristalización se emplea con bastante frecuencia en química para purificar una sustancia sólida.

SOLUBILIDAD: Es la cantidad de soluto máximo disuelto en 100 g de disolvente.

2.3. HIPÓTESIS

2.3.1. Hipótesis general

Es posible la obtención de la Alúmina por el proceso Bayer de la arcilla Chacko Hidralgirita.

2.3.2. Hipótesis específicas

- Conociendo la tecnología propuesta será posible determinar los parámetros óptimos de tiempo, temperatura y concentración de hidróxido de sodio.
- Conociendo la cinética del proceso de obtención de alúmina y el modelo matemático Será posible definir la viabilidad del proceso Bayer



CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

3.1. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1.1. Generalidades

La meta del siguiente trabajo de investigación es la recuperación de la alúmina presente en la arcilla chacko proveniente de la comunidad San Martin Azángaro mediante la lixiviación.

El tratamiento será por el proceso Bayer (lixiviación alcalina) determinando la cinética y modelo matemático para este proceso teniendo como principales factores para el proceso Bayer la temperatura, el tiempo de residencia y la concentración de alcalino extrantante. En el proceso se utilizó un Chacko de color gris.

3.1.2. Ámbito de estudio

El presente trabajo se realizó en el laboratorio de química de la UNAJ. Donde se llevó a cabo la preparación y extracción (Proceso Bayer), para los análisis se realizaron dos tipos de análisis uno por difracción de rayos X, laboratorio de cemento sur (Caracoto), y por el método de absorción atómica en el laboratorios analíticos del sur (LAS), en Arequipa.

3.2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

El proceso Bayer usado generalmente para la obtención de la alúmina a partir de arcillas ricas en óxidos de aluminio (Bauxita). En la cual primeramente preparamos a la materia prima reduciendo de tamaño y secándola posterior a ello colocamos en un reactor junto con una solución alcalina preparada luego cerramos el reactor y llevamos a una estufa que se encuentra a una temperatura de 150 a 180 °C, por un periodo de 30 a 50 min. Donde la solución alcalina convertirá de la forma sólida a una forma acuosa al aluminio en forma de aluminato como se muestra la reacción:



$$Al_2O_3. x. H_2O_{(S)} + 2NaOH_{(ac)} \rightarrow 2NaAlO_{2(ac)} + (x+1). H_2O_{(ac)}$$

Donde el aluminato en solución junto con una mezcla de otros óxidos no disueltos, es separado mediante la filtración, luego de separado el aluminato en solución es secado en una estufa hasta obtener aluminato sólido:

$$2NaAlO_{2(ac)} + (x+1).H_2O \xrightarrow{90^\circ C} 2NaAlO_{2(S)}$$

Luego de este proceso se prepara para la obtención de alúmina se colocó a un horno mufla a una temperatura de 1000°C, para eliminar cualquier impureza presente obteniendo alúmina:

$$2NaAlO_{2(S)} \xrightarrow{1000^{\circ}C} Al_2O_{3(S)}$$

Luego se llevó a analizar en los laboratorios de cemento sur (Caracoto) y LAS (Arequipa)

3.2.1. Toma de muestra de arcilla Chacko

El yacimiento de chacko e hidralgirita se encuentra a 3950 metros sobre el nivel del mar en la comunidad de San Martin, a unos 15 km de la ciudad de Azángaro y tiene una extensión de 6 ha, Aproximadamente, donde se extrajo manualmente y se recepcióno la materia prima en donde se efectúa la selección y preparación para las operaciones posteriores.

La arcilla chacko fue extraída a mano a una profundidad de 50 cm del suelo ya que esta arcilla se encuentra en la superficie de la zona y de acuerdo a una extracción selectiva luego se secó chacko y mediante el cuarteo se tomó una muestra representativa.

3.2.2. Caracterización inicial del Chacko

Esta parte de la metodología se basó en caracterizar la muestra de arcilla Chacko por el método de difracción de Rayos X, en el laboratorio de cemento sur.

Teniendo los siguientes resultados:



Tabla 8: Composición química del Chacko inicial antes de la extracción de alúmina

	COMPOSICIÓN DE CHACKO						
	ÓXIDOS		COMPOSICIÓN PORCENTAJE (%)				
N°	Nombre	Símbolo	Parcial	Total			
1	Oxido de sodio	Na ₂ O	1,58				
2	Dióxido de silicio	SiO ₂	54,51	•			
3	Trióxido de aluminio	Al_2O_3	16,43				
4	Oxido de calcio	CaO	1,76				
5	Oxido de potasio	<i>K</i> ₂ <i>O</i>	4,10				
6	Oxido de magnesio	MgO	2,21				
7	Oxido férrico	Fe_2O_3	4,26	86,46			
8	Dióxido de titanio	TiO ₂	0,85	Analizado de la			
9	Trióxido de azufre	SO ₃	0,05	muestra de			
10	Dióxido de zirconio	ZrO_2	0,02	Спаско			
11	Trióxido de cromo	Cr_2O_3	0,03	•			
12	Pentoxido de	$V_{2}O_{5}$	0,05				
	vanadio						
13	Oxido de estroncio	Sr0	0,04				
14	Oxido de rubidio	<i>Rb</i> ₂ <i>O</i>	0,02				
15	Oxido manganoso	MnO	0,08				
16	Oxido de cobre	CuO	0,01				
17	Óxido de zinc	Zn0	0,03				
18	Pentoxido de fosforo	$P_{2}O_{5}$	0,26				
19	Oxido de bario	BaO	0,17				
20	Trióxido de arsénico	As_2O_3	68 (PPM)				

FUENTE: Elaboración propia según los Resultados Obtenidos en el Equipo de Difracción de Rayos X de la muestra de Chacko CESUR





Figura 16: Espectro de la arcilla Chacko

FUENTE: Elaboración propia según Análisis de fluorescencia de Rayos X

De acuerdo a los análisis se puede ver que hay una baja concentración de alúmina 16.43% el cual será recuperado en el proceso Bayer.

3.3. EQUIPOS, MATERIALES Y REACTIVOS

3.3.1. Equipos y materiales

- a) Espectrofotómetro de absorción atómica. "LAS".
- b) Equipo de fluorescencia de rayos X. "S8 TIGER".
- c) Termómetro. "Boeco".
- d) Balanza analítica. "Nahita".
- e) Agitador mecánico. "Velp científica".
- f) pH-metro. "Hanna".
- g) Estufa "Selecta".
- h) Horno Mufla "Selecta".
- i) Mortero con pistilo
- j) Matraz aforado de 250, 1000, 2000 ml. "Nahita".



- k) Vasos de precipitados de 50, 100, 250, 600 ml. "Nahita".
- 1) Probeta de 50, 100, 250 ml. "Nahita"
- m) Pipeta graduada de 5, 10, 25 ml. "Boeco".
- n) Varilla de vidrio.
- o) Papel filtro "Whatman" 40 y 60, diámetro 9 12 cm.
- p) Embudo de vidrio y plástico.
- q) Crisoles de porcelana.
- r) Matraz Erlenmeyer de 250 ml. "Nahita".

3.3.2. Reactivos e insumos

- Arcilla Chacko (comunidad de San Martin-Azángaro)
- Hidróxido de sodio de 99,9 % P.A. Merck.
- Ácido sulfúrico de 98% P.A. Merck.
- Ácido clorhídrico de 37% P.A. Merck.
- ➢ Agua destilada.

3.3.3. Tamaño de muestra

- La muestra tomada aleatoriamente en 10 puntos del yacimiento de chacko.
- De cada punto se tomará 1 kg Arcilla chacko.
- Se mezclaron las 10 muestras en una bolsa de plástico de muestreo.
- La cantidad de trabajo de la muestra será de 10 kg.
- ➢ 2 kg para ensayos del proceso Bayer.



NIO	Decoringián				
1	Descripcion				
1.	Ubicación geográfica : Azángaro (comunidad de San Martin)				
2.	Fecha y hora de muestreo: 16/07/2016; 10:00 am				
3.	Número de muestras: 10 puntos				
4.	Origen (yacimiento): comunidad de San Martin (Azángaro)				
5.	Procedencia (descripción del punto de		GPS UTM: Zona (19 L)		
	muestreo):		E - O : 377368		
			N - S : 8357352		
6.	Cantidad de muestra: 10 kg.				
7.	Estado: arcilloso	: arcilloso Temperatura: 20 °C			
8.	Profundidad de toma de muestra (metros): 30 cm				
9.	Datos del recolector: Constantin Mamani Mamani				
10.	Motivo: Tesis de Investigación				
11.	Descripción cualitativa				
	Color: gris.				
	Olor: característico. Apariencia : Arcilloso limoso				
12.	Observaciones: ninguna				

Tabla 9: Ficha de muestreo recojo de muestra

FUENTE: Elaboración propia



3.4. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE Al_2O_3 POR EL PROCESO BAYER

La cinética se calculó de acuerdo a los resultados obtenidos en el reactor discontinuo en el cual se desarrolló las pruebas experimentales, donde se colocó un volumen de 200 ml. De NaOH (con concentraciones 100 g/L. y 140 g/L. en cada uno de ellos se hicieron 4 repeticiones), colocándose 40 gramos de Chacko, variando el tiempo de residencia de 30 a 50 min. Trabajando con las temperaturas de 150 a 180 °C. De acuerdo al proceso Bayer para la obtención de alúmina a partir del Chacko.

El proceso Bayer es el principal método industrial para producir alúmina., hay 5 etapas principales en todas las plantas. Etapas para la extracción de alúmina son las siguientes.

3.4.1. Preparación mecánica del Chacko (Hidralgirita)

El primer paso en la extracción de alúmina es la reducción del tamaño de partícula del Chacko, para incrementar la superficie de reacción y facilitar su manejo, se realiza a través de una trituración a partir de diferentes trituradores como de mandíbula, de rodillo, o martillo y de impacto. Finalmente en morteros para finalizar el proceso conminucion.

3.4.2. Digestión

Se agrega sobre el Chacko solución alcalina de hidróxido de sodio, que estará a 150 - 180°C y bajo presión para formar así una solución enriquecida en aluminato sódico, de acuerdo a la siguiente reacción de forma general:

$$Al_2O_3$$
. x . $H_2O + 2NaOH \rightarrow 2NaAlO_2 + (x + 1)$. H_2O





Diagrama de Flujo: Obtención de aluminato sódico a partir de chacko

FUENTE: Elaboración Propia de acuerdo al 'proceso Bayer

3.4.3. Dilución y separación de residuos

Al final de la digestión, la suspensión que abandona el último digestor conteniendo la solución de aluminato, arenas y lodos verdes (partículas finas), está a una temperatura por encima de su punto de ebullición a presión atmosférica, de manera que es pasada a través de un sistema de enfriamiento por expansión en el cual ocurre una despresurización en forma escalonada hasta la presión atmosférica y una disminución de la temperatura hasta aproximadamente 70 -100°C.

En este proceso se lleva a cabo en dos etapas:

- a) Desarenado. Donde la pulpa que proviene de la digestión se somete a la separación de los lodos y arenas que contiene.
- b) Filtración de seguridad. Las partículas finas en suspensión deben ser separadas, de lo contrario contaminarían el producto.



3.4.4. Precipitación

A pesar de bajar la temperatura del licor, es difícil que se produzca una precipitación espontanea. Se precisa de siembra de cristales de hidrato, generalmente fino y en cantidad controlada, de esta manera, se puede conseguir la granulometría deseada la reacción de precipitación es la siguiente:

$$2NaAlO_2 + (x+1).H_2O \rightarrow Al(OH)_4^- + Na^+ \rightarrow Al(OH)_3 + OH^- + Na^+$$

3.4.5. Secado

El secado se lleva a cabo en una estufa a una temperatura de 90 °C para así eliminar las moléculas de agua del aluminato.

3.4.6. Calcinación

El hidrato lavado se somete a secado y calcinación. El secado se consigue aprovechando los gases calientes del calcinador y una vez seco el mismo, se pone en contacto a alta temperatura (900 – 1200°C) en un horno mufla. De esta forma se obtiene el producto final, la alúmina Al_2O_3 . La reacción es la siguiente:

$$2Al(OH)_3 \rightarrow Al_2O_3 + 3H_2O.$$

El producto final de calcinación contiene un 99,5% de óxido de aluminio y 0,5 - 0,05 de óxido de sodio como la impureza más importante.

3.5. AJUSTE A UN MODELO CINÉTICO

Los resultados de las pruebas experimentales se evaluaron según el método integral de análisis de datos para el proceso Bayer.


Tabla 10: Modelo cinético para la extracción de alúmina

Modelo cinético	Ecuación
Reacción mono molecular irreversible de	$-ln\frac{C_A}{C} = kt$
primer orden	c_{AO}
Método integral en función de la	$-\ln(1-X_A) = kt$
conversión	$X_A = \frac{N_{AO} - N_A}{N_{AO}}$

FUENTE: Levenspiel (2013)

Para el cálculo de la velocidad de reacción entonces para el cálculo de k a partir de datos individuales. La ecuación se considera satisfactoria y se determina k sacando el promedio.

$$aA_{(s)} + bB_{(ac)} \rightarrow rR_{(s)} + sS_{(s)}$$

La cinética para el Proceso Bayer se consideró:

- La utilización de reactor por lote
- > El tiempo requerido para la formación de productos
- Composición mineralógica del chacko





Diagrama de Flujo: Proceso Bayer para la obtención de alúmina a partir del Chacko

FUENTE: Elaboración propia según proceso Bayer



3.6. DETERMINACIÓN DE ALÚMINA (Al_2O_3)

Para determinar el contenido de alúmina en cualquier tipo de muestra nos encontramos en la bibliografía con muchos métodos de análisis que abarcan desde los clásicos como volumetrías hasta los instrumentales más complejos. Teniendo resultados similares. En el trabajo se hará uso de la técnica instrumental de espectrometría de fluorescencia de rayos X y de espectrofotometría de absorción atómica. Para el análisis de alúmina y otros componentes que se presenten después del proceso Bayer.

3.7. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DE LA ALÚMINA OBTENIDA

CARACTERÍSTICAS				
Aspecto	Solido cristalino			
Color	Blanco Turquesa con combinación ligera de granate			
	(por la presencia de otros óxidos).			
Olor	Inodoro			
Solubilidad	Soluble en agua			
Pureza	39,54%			
Estructura	Amorfa			

Tabla 11: Características de la alúmina obtenida

FUENTE: Elaboración propia de acuerdo a los resultados obtenidos LAS.

3.8. DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental es una herramienta de importancia fundamental en el ámbito de la ingeniería para mejorar el desempeño de un proceso, también tiene aplicaciones en el desarrollo de procesos industriales, así como técnicas de diseño experimental en las fases iniciales de cualquier proceso puede redundar en mejorar el rendimiento del proceso, así como reducción de tiempo y costos.

En el presente diseño experimental considera tres factores cada uno de ellos a dos niveles, contiene ocho combinaciones de niveles de factores, tres efectos principales (X_1 , X_2 y X_3), tres interacciones de dos factores (X_1X_2 , X_1X_3 y X_1X_3) y una interacción de tres factores ($X_1X_2X_3$).

El Diseño Factorial 2ⁿ donde "n" es igual a 3 variables independientes y "2" significa 2 niveles mínimo y máximo. En el proceso de extracción de Alúmina se ha considerado las siguientes variables:

Código	Factor variable	Unidad	Mínimo	Máximo
А	Temperatura	°C	-1	+1
В	Tiempo	min.	-1	+1
С	Concentración de [NaOH]	g/L	-1	+1

Tabla 12: Niveles máximos y mínimos de las variables

FUENTE: Elaboración propia en base a niveles máximos y mínimos.

Tabla 13: Niveles máximos y mínimos de las variables, determinados para el
trabajo de investigación

Código	Factor	Unidad	Mínimo	Máximo
Α	Temperatura	°C	150	180
В	Tiempo	min.	30	50
С	[NaOH]	g/L	100	140

FUENTE: Elaboración propia en base a niveles máximos y mínimos para la ejecución del

trabajo



CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el presente capitulo analizamos e interpretamos los resultados obtenidos en la ejecución del diseño experimental; por tanto se plantea la utilización de parámetros estadísticos y la determinación del modelo matemático, con el fin de describir satisfactoriamente el proceso Bayer; los cuales se analizaran de acuerdo a los objetivos planteados y presentar las conclusiones que validaran las hipótesis planteadas. Presentando los resultados correspondientes y las condiciones de operación óptimas para la extracción de alúmina de la misma forma presentar los resultados de la cinética de secado del lixiviado.

4.1. PRUEBA EXPERIMENTALES DE EXTRACCIÓN DE ALÚMINA

Condiciones de operación para las pruebas se realizaron en un reactor de volumen de 547,098 ml. En las que se colocó:

- ✤ Hidróxido de sodio 200 ml. De concentración 100 y 140 g/L
- Chacko 40 g.

Lo que da una relación de hidróxido de sodio y chacko de 5:1; La concentración inicial de la de alúmina en la muestra de chacko es de 16,43%.

N°	Tiempo (min)	Extracción de Alúmina (%)
1	27,23	6,14
2	30,56	10,96
3	33,75	15,89
4	36,67	21,06
5	39,02	26,777
6	40,0	33,73

Tabla 14: Resultados de extracción de alúmina estimado estadístico

FUENTE: Camino máximo estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI.





Figura 17: Lixiviación del chacko con hidróxido de sodio

Esta Tabla 14: muestra el trayecto de del proceso de extracción de alúmina. Este es el trayecto, desde el centro de la región experimental actual, a través del cual la respuesta estimada cambia más rápidamente con un cambio menor en los factores experimentales. Indica buenas características para ejecutar experimentos adicionales si el objetivo es incrementar o decrementar Extracción de Alúmina. Actualmente, 6 puntos se han generado cambiando Temperatura en incrementos de 1,0 °C.



N°	Resultado de	Masa alúmina	Masa inicial de	Extracción de
	Análisis en	extraída	alúmina contenida	Alúmina
	laboratorio LAS	(gramos)	en el chacko	(%)
	(%)		(gramos)	
1	13,82	1,8838	6,572	28,66
2	14,45	1,8427	6,572	28,00
3	13,96	1,8873	6,572	29,52
4	13,42	1,8040	6,572	29,21
5	13,61	2,4868	6,572	39,54
6	13,53	2,5608	6,572	38,97
7	14,65	2,6585	6,572	37,97
8	13,76	2,4926	6,572	37,93

Tabla 15: Balance de materia de la obtención de alúmina

FUENTE: Elaboración propia de acuerdo a los resultados obtenidos en los análisis de CESUR y LAS.

Tabla 16: Resultados de extracción de Alúmina según el diseño experimental

ejecución	Temperatura X ₁ (°C)	Tiempo X ₂ (min)	[NaOH] X₃ (g/L.)	Extracción de Alúmina " Y "
1	150,0	30,0	140,0	39,54
2	180,0	50,0	140,0	37,93
3	180,0	30,0	140,0	38,97
4	180,0	50,0	100,0	29,21
5	150,0	50,0	100,0	29,52
6	180,0	30,0	100,0	28,00
7	150,0	30,0	100,0	28,66
8	150,0	50,0	140,0	37,97

FUENTE: Elaboración propia



4.2. OPTIMIZACIÓN DE RESPUESTA

Optimizar Respuesta

Meta: maximizar Extracción de Alúmina

Valor óptimo = 39,5175

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Temperatura	150,0	180,0	150,0
Tiempo	30,0	50,0	30,0
Concentración de NaOH	100,0	140,0	140,0

Tabla 17: Variables óptimas para la extracción de alúmina

FUENTE. Elaboración propia según programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

Esta tabla 17: muestra la combinación de los niveles de los factores, la cual maximiza Extracción de Alúmina sobre la región indicada. Use el cuadro de diálogo de Opciones de Ventana para indicar la región sobre la cual se llevará a cabo la optimización. Puede establecer el valor de uno o más factores a una constante, estableciendo los límites alto y bajo en ese valor.

Fila	Observados	Observados Ajustados Inferior 95,0%		Superior 95.0%	
	Valores	Valores	para Media	para Media	
1	28,66	28,6825	27,9261	29,4389	
2	28,0	27,9775	27,2211	28,7339	
3	38,97	38,9925	38,2361	39,7489	
4	37,97	37,9925	37,2361	38,7489	
5	29,21	29,2325	28,4761	29,9889	
6	37,93	37,9075	37,1511	38,6639	
7	39,54	39,5175	38,7611	40,2739	
8	29,52	29,4975	28,7411	30,2539	

Tabla 18: Resultados estimados para extracción de alúmina

FUENTE: Resultados estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI.



Esta tabla contiene información acerca de los valores de Extracción de Alúmina de CHACKO generados usando el modelo ajustado. La tabla incluye:

(1) los valores observados de Extracción de Alúmina (si alguno)

(2) el valor predicho de Extracción de Alúmina usando el modelo ajustado

(3) intervalos de confianza del 95,0% para la respuesta media

Cada ítem corresponde a los valores de los factores experimentales en una fila específica de su archivo de datos. Para generar pronósticos para las combinaciones adiciones de los factores, agregue filas al final su archivo de datos. En cada nueva fila, introduzca valores para los factores experimentales pero deje vacía la celda para la respuesta. Cuando regrese a esta ventana, se habrán agregado pronósticos a la tabla para las nuevas filas pero el modelo no se verá afectado.

4.3. CINÉTICA DE EXTRACCIÓN DE LA ALÚMINA

Para la evaluación de la cinética de extracción de la alúmina de la arcilla Chacko se realizaron 8 experimentos con dos diferentes tiempos se trabajó con los valores de acuerdo al diseño experimental, sus resultados se presentan en la siguiente tabla 4.4.

% Extraccion de alúmina
$$= rac{C_i - C_f}{C_i} * 100$$

 C_i = Concentración inicial

 C_f = Concentración final

Ejemplo:

% Extraccion de alumina =
$$\frac{C_i - C_f}{C_i} * 100$$



4.4. AJUSTE A UN MODELO CINÉTICO

Los resultados de las pruebas experimentales se evaluaron según el método integral de análisis de datos para el proceso Bayer reacción monomolecular irreversible de primer orden y método integral en función de la conversión.

$$X_A = 1 - \frac{C_A}{C_{AO}}$$
$$-\ln(1 - X_A) = kt$$

Tabla 19: Resultados del modelo Reacción mono molecular irreversible de primer orden

N° de pruebas	Tiempo (Min)	Moles iniciales	Moles no reaccionantes (moles finales)	$-\ln(1-X_A)$	k
1	30,0	0,064459	0,040068	0,47545	0,01585
2	50,0	0,064459	0,040011	0,47687	0,009537
3	30,0	0,064459	0,039342	0,49374	0,016458
4	50,0	0,064459	0,046765	0,32089	0,006178
5	50,0	0,064459	0,045948	0,33852	0,00677
6	30,0	0,064459	0,046385	0,32905	0,010968
7	30,0	0,064459	0,045982	0,33778	0,011259
8	50,0	0,064459	0,038384	0,518388	0,0103677
Promedio de k					

FUENTE: Elaboración propia



4.5. ANÁLISIS DE VARIANZA

Ahora interesa encontrar la combinación de niveles que da por resultado el mayor rendimiento el mayor rendimiento en la extracción de alúmina. Se procede a interpretar los 3 efectos controlables que resultaron más significativos de acuerdo a la variable respuesta:

Euopto	Suma de	CI	Cuadrado	Dozón E	Volor D	
ruente	Cuadrados	GI	Medio	Razon-r	v a101 -1	
A:Temperatura	0,31205	1	0,31205	77,05	0,0722	
B:Tiempo	0,03645	1	0,03645	9,00	0,2048	
C:Concentracion [NaOH]	190,32	1	190,32	46992,60	0,0029	
AB	0,0968	1	0,0968	23,90	0,1284	
AC	0,0162	1	0,0162	4,00	0,2952	
BC	2,7378	1	2,7378	676,00	0,0245	
Error total	0,00405	1	0,00405			
Total (corr.)	193,523	7				

Tabla 20: Análisis de varianza para la extracción de alúmina

FUENTE: ANOVA estimado por programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

- ✤ R-cuadrada = 99,9979 porciento
- R-cuadrada (ajustada por g.l.) = 99,9854 porciento
- **\therefore** Error estándar del est. = 0,0636396
- Error absoluto medio = 0,0225
- Estadístico Durbin-Watson = 1,5
- Autocorrelación residual de Lag 1 = 0,125

En La tabla 20: resume los resultados del ajuste a un modelo estadístico relacionando los factores experimentales. La tabla 18 ANOVA particiona la variabilidad de Extracción de Alúmina en piezas separadas para cada uno de los efectos. Entonces prueba la significancia estadística de cada efecto comparando su cuadrado medio contra un



estimado del error experimental. En este caso, 2 efectos tienen una valor-P menor que 0,05, indicando que son significativamente diferentes de cero con un nivel de confianza del 95,0%.

El estadístico R-Cuadrada indica que el modelo, así ajustado, explica 99,9979% de la variabilidad en Extracción de Alúmina de CHACKO. El estadístico R-cuadrada ajustada, que es más adecuado para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 99,9854%. El error estándar del estimado muestra que la desviación estándar de los residuos es 1,55832. El error medio absoluto (MAE) de 0,0225 es el valor promedio de los residuos. El estadístico de Durbin-Watson (DW) prueba los residuos para determinar si haya alguna correlación significativa basada en el orden en que se presentan los datos en el archivo.

Palacios, (2004). En la tabla 20 se aprecia que el error del cuadrado medio 0,00405 < 1, lo cual comprueba que el trabajo está bien desarrollado.

4.6. ESTIMACIÓN DE EFECTOS Y MODELO MATEMÁTICO

COEFICIENTE	ESTIMADO
constante	0,6725
A:Temperatura	-0,0605
B:Tiempo	0,22325
C: Concentracion de	0,336125
NaOH	
AB	0,000733333
AC	0,00015
BC	-0,002925

FUENTE: Coeficientes estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI

Esta tabla 21: muestra la ecuación de regresión que se ha ajustado a los datos obtenidos para la determinación de La ecuación del modelo matemático ajustado:

EXTRACCIÓN DE ALÚMINA = 0,6725 – 0,0605*Temperatura + 0,22325*Tiempo + 0,336125*Concentración [NaOH] + 0,000733333*Temperatura*Tiempo + 0,00015*Temperatura* Concentración [NaOH] – 0,002925*Tiempo* Concentración [NaOH]



Gráfica de Probabilidad Normal para Extraccion de Alumina

Figura 18: Probabilidad normal para la extracción de alúmina del Chacko

FUENTE: Elaboración propia según programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

La figura 18: nos muestra la probabilidad normal para la extracción de alúmina viendo la relación tiempo concentración del lixiviante y temperatura probables para mejorar la extracción de la alúmina del proceso Bayer.



Superficie de Respuesta Estimada
[] de NaOH=120.0



Figura 19: Superficie respuesta estimada para extracción de alúmina del Chacko

FUENTE: Elaboración propia según programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

La figura 19: nos muestra la superficie estimada para mejor extracción de alúmina en función de temperatura y tiempo la concentración de hidróxido de sodio estimado es 120g/L.



Figura 20: Contornos de la superficie respuesta estimada para la extracción de alúmina

FUENTE: Elaboración propia según programa STATGRAPHICS Centurión XVI.



La figura 20: nos muestra contornos de superficie de respuesta para la extracción de la alúmina, la recuperación de la alúmina es aproximadamente el 40,9213%, en función de temperatura y tiempo la concentración de hidróxido de sodio estimado es 120g/L.

4.7. DISCUSIÓN

Ávila, et.al, (2013). Se estudió la termodinámica del proceso de lixiviación alcalina de las colas derivadas del proceso carbonato amoniacal, las mayores extracciones se obtienen a 200°C y 30 min. El silicio y el magnesio también mostraron selectividad con el reactivo utilizado.

De acuerdo al diseño experimental se obtuvo una alúmina con una concentración de 39,54 % de pureza a una temperatura de 150 °C, tiempo de 30 min. Y una concentración de hidróxido de sodio de 140 g/L. de la misma forma se obtuvo un concentrado rico en sílice que también fue muy reactivo con el reactivo utilizado.

Teniendo las dos comparaciones podemos ver que la temperatura utilizada por Ávila es de 200 °C mientras que en el experimento resulto que 150°C muestra también buenos resultados para la extracción de alúmina por lo cual podemos discernir puesto que cuando el agua se encuentra bajo el nivel del mar este tiene una temperatura de ebullición de 100°C mientras en la región de puno esta se ve drásticamente menor siendo la temperatura de ebullición de 80 a 82 °C, por lo cual se mantendría una relación, mientras que el tiempo de residencia se puede ver que en ambos experimentos muestran los mismos valores de 30 min, por lo cual muestra que el tiempo de reacción no variara con relación a la presión atmosférica.

Villavicencio, (2016). En el presente trabajo se obtuvo alúmina activada a partir de aluminio recuperado de los envases tetra pak para su aplicación como soporte de



catalizador, que posteriormente fue lixiviado para formar aluminatos 79% del aluminio con una pureza del 96,83%. El aluminio recuperado fue lixiviado alcalino con hidróxido de sodio 1,5M.

Teniendo en cuenta la lixiviación alcalina experimentada y la cual también fue utilizada por Villavicencio utiliza una concentración de hidróxido de sodio 1,5M y al ser el envase gran parte de aluminio la concentración y no tener muchas impurezas fue fácilmente recuperada en forma de alúmina mientras que en la prueba se utilizó la concentración de 3,5 M de NaOH puesto que el chacko presenta muchos óxidos en su estructura.



CAPÍTULO V

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1. CONCLUSIONES

Los resultados en la obtención de alúmina a partir de la Hidralgirita Chacko se desarrollaron a continuación:

* Las condiciones óptimas del proceso de extracción de Al_2O_3 fueron

Factor	Establecimiento
Temperatura (°C)	150,0
Tiempo (min)	30,0
[] NaOH (g/L)	140,0

Tabla 22: Condiciones óptimas del proceso Bayer

FUENTE: Elaboración propia

Siendo la concentración del hidróxido de sodio un factor muy importante, y la temperatura y el tiempo de reacción tienen un papel importante para la extracción de la alúmina. La concentración de hidróxido de sodio fue muy determinante de acuerdo a los análisis realizados en laboratorio a menores concentraciones de hidróxido hay muy bajos rendimientos de extracción puesto que estos reaccionan fácilmente con otros metales de lo que está compuesto el Chacko y hace que la rendición de reacción sea muy pobre en comparación con las concentraciones utilizadas mostraron mejores resultados.

• La tecnología propuesta para la extracción de la alúmina proceso Bayer donde se colocó en un reactor intermitente discontinuo o por lotes de forma experimental donde se adecuo para el proceso de lixiviación en un recipiente cerrado herméticamente por un tiempo entre 30 a 50 min. En una estufa eléctrica a una



temperatura de 150 °C. se logró extraer la alúmina del Chacko y Mediante análisis por espectrómetro de fluorescencia de rayos X. se determinó la caracterización del Chacko para conocer cuanta concentración de alúmina que es de 16,43%, y los análisis del producto final fueron realizados en un equipo de absorción atómica por los laboratorios analíticos del sur. Teniendo como máximo valor 14,45% después del proceso Bayer.

Modelo matemático que permite optimizar la extracción de la alúmina es:

EXTRACCIÓN DE ALÚMINA = 0,6725 – 0,0605*Temperatura + 0,22325*Tiempo + 0,336125*Concentración [NaOH] + 0,000733333*Temperatura*Tiempo + 0,00015*Temperatura* Concentración [NaOH] – 0,002925*Tiempo* Concentración [NaOH]

En este experimento para la obtención de alúmina esta se lixivio juntamente con el silicio siendo este último producto de mayor pureza que la alúmina.

La cinética de acuerdo a la extracción de alúmina al ser solidos con la reacción de líquidos y los sólidos no reaccionan completamente generan cenizas o sustancias no reaccionantes en medio alcalino por lo cual la cinética de reacción será de primer orden debido a que el chacko es un sólido e interactúa en medio alcalino.



5.2. RECOMENDACIONES

- Se tiene que estudiar la parte de la cinética química que existe en la reacción del hidróxido de sodio con los diferentes metales como el aluminio, silicio, hierro, cobre, calcio, magnesio, potasio, etc. Para ver el comportamiento y mejorar el rendimiento de la reacción.
- Realizar la reacción del ácido sulfúrico con la muestra obtenida y ver como interactúa para la formación de sulfato de aluminio.
- Caracterizar los lixiviados del Chacko por método de espectrofotometría de absorción atómica. A fin de conocer los resultados del lixiviado y mejorar en la obtención de alúmina.
- Realizar la siembra en el proceso Bayer para la obtención de cristales y caracterizar a diferentes temperaturas para ver la formación de las diferentes especies de alúmina.
- Para ver mejor las presiones alcanzadas se recomienda realizar un equipo con barómetro, para ver la interacción y el papel que este juega en la obtención de alúmina dentro del proceso Bayer.
- De la misma forma se recomienda buscar alguna reacción que afecte al silicio para obtener silicio de alta pureza y a la vez alúmina de alta pureza ya que el Chacko tiene alto contenido de sílice.



REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Araníbar, A. M. (2012). Arcillas Comestibles Del Altiplano Peruano Boliviano. Puno -Péru: Editorial Altiplano E.I.R.L. .
- Authier, M., Forté, G., Ostap, S., & See, J. (2001). The Minerology of bauxite for producing smelter-grade alumina. *journal of the minerals, metals and materials society*, 44-49.
- Avila, T. Y., Fernández, M. E., Hernández, F. C., & Labrada, P. Y. (diciembre, 2013). Lixiviacion Alcalina de las colas de la tecnologia carbonato amoniacal para la extraccion de aluminio. Holguin, Cuba: Mineria y Geologia.
- Bayer, K. (May 8, 1888). Process of Obtaining Alumina. United State : United State Patent Office. Patent N° 382.505.
- Bi, S. (1995). Kinetic Model For Diaspore Digestion . J. Northest: Nat Sci.
- Browman, D. L. (2004). Tierras Cometibles de la Cuenca del Titicaca. *Estudios Atacameños N*° 28, 133 - 141.
- Carcausto Z., D., & Bustinza R., V. (2007). *QUIMICA ANALITICA Y EL ANALISIS DE MINERALES*. Arequipa: Escuela Profesional de Ingenieria Metalurgia UNSA.
- Correa, A., & Gómez, M. (2014). *La Alúmina en Colombia*. Medellin: Universidad Pontifica Bolivariana.
- Domic M, E. (2001). *Hidrometalurgia, Fundamentos, Procesos y Aplicaciones*. Santiago - Chile: Andros Impresores Ltda.
- Dorevic, P., Duric, I., Mihajlovic, I., Nikolic, D., & Zivkovic, Z. (2010). Prediction of Alumina Leaching Recovery in the Process Using Statistical Multilinear Regression Analisis.
- Ferrari, B., & Moreno, R. (1995). Obtencion de Depositos de Alumina por Electroforesis. sociedad española de ceramica y vidrio Vol. 34 Num. 4, 215-218.



frisancho, P. (1988). Medicina Indigina y Popular. III edicion. lima - peru: Los Andes.

- García R.E., Suarez M. Araníbar M.J., (2006). *Arcilla Chacko en la alimencion animal*. Oviedo - España: Editorial Altiplano E.I.R.L. Puno.
- Gómez, R. (2006). *determinacion de la estabilidad de las fases cristalinas de la Alúmina*. Universidad Industrial de Santander.
- Gutierrez, h., & Salazar, R. (2008). *Analisis y diseño de experimentos*. Mexico: Mc Graw Hill.
- Hall, C., & Hérault, T. (1886). la Electrolisis de la Alumina Disuelta en un Baño de Criolita Fundida. Gentilly (Francia), Oberlin, Ohio (Estados Unidos).
- Hans, O. C. (1825).
- Levenspiel, O. (2013). *Ingenieria de Las Reacciones Quimicas*. MEXICO: Reverte, S. A.
- Lopez B., J., Alvarez C., M., & Jarquin E., L. (2003). cinetica de secado y caracterizacion físico químico de tomates deshidratados.
- Malpica, C. (1970). *Cronica del Hambre en el Peru. II edicion*. Lima- Peru: Moncloa Campodonico.
- Manrique, M., Michelon, C., & Santos, C. (2002). Reduccion Simultanea de Alumina y
 Dioxido de Titanio en Celda Electrolitica Hall Heroult. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol. 22, N°2, 52-56.*
- Martinez, J., Gorosditi, J., & Grjortheim, K. (1994). La Metalurgia del Aluminio. *Aluminium Verlag*, 30 - 50.
- Martinez, S., Gorostidi, J., & Grjotheim, K. (1993). *la metalurgia del aluminio*. Madrid: ALuminium - Verlag.
- Montgomery, D. (2004). *Diseño y Analisis de Experimentos (2da Edicion)*. Mexico: Limusa.

- Muñoz, H., & Delmás, R. (2001). Sintesis de Alumina Apartir de la Solucion Acida de Cloruro de Aluminio y Caracterizacion por Difraccion de Rayos X (DRX)
 Departamento de Fisicoquimica Departamento de Quimica Analitica. Instituto de Ciencias Quimicas. *Perú Quimica Ingenieria Quimica Vol. 4 N° 2*, 68 - 71.
- Paglia, G. (2004). Determination of the Structure of Gamma-Alumina Using Empirical and First Principes Calculations Combined with Supporting Experiments.
- Palacios, C. S. (2004). *Diseño Experimental Aplicado a Ciencias y Tecnologia*. Lima: Edicion CONCYTEC.
- Raymond, C. (2003). *Fisicoquimica, para las ciencias quimicas y bilogicas*. Mexico: Sexta Edicion McGraw - Hill.
- Rodriguez, S. A. (1967). Procedimiento de Obtencion de Alumina Para Pulido de Investigaciones Metalograficas. Madrid, España: Memoria Descriptiva Patente De Invencion 338019.
- S.-q., G. (2009). study on digestion kinetics of diasporic bauxite. En S. Gu., & X. CHEN, study on digestion kinetics of diasporic bauxite (págs. 43-49). China: Metall. Sin.
- Salasar. A., D. (1998). *cinetica de la reaccion en los procesos metalurgicos*. Puno: Universidad Nacional del Altiplano.

 Serna, S. J., Camargo, V., & Carlos, M. (2011). Obtencion de Pseudobohemita Mediante el Metodo de Sol-Gel Empleando Catalizadores Diferentes.
 Universidad de los Andes: Avances de Investigacion en Ingenieria.

- Suarez, M. (2009). *Materiales Cermicos Policristalinos Al2O3 y YAG con Funcionalidad Optica*. oviedo : Universidad de Oviedo.
- Valdizan, H., y Maldonado, A. . (1922). La Medicina Popular Peruana (Contribucion al Folklore Medico del Peru). Tomos I, II y III. Lima: Torres Aguirre.



Villavicencio, C. J. (2016). Obtencion de Alumina Activada y su Aplicacion Como

Soporte de Catalizador. Quito - Ecuador: Escuela Politecnica Nacional.

Wohler, F. (1827, 1845). Alemania.

- APHA-AWWA-WPCF. (1992). *Métodos Normalizados, para el Análisis Aguas Potables y Residuales*, Ediciones Díaz de Santos. S.A.
- Burriel, M., F., Lucena, C., F., (1989). "*Química Analítica Cualitativa*", Decimoctava edición, Ed. Thomson, España.
- Chang. Raymond. (2003). *Fisicoquímica, para las ciencias químicas y biológicas,* Sexta Edición, McGraw-Hill, México.
- Cochran, W. G., Cox, G. M., (1997), *Diseños experimentales*, Trillas, 2da edición, México.
- Cornelius, S. Hurlbut, Jr. (1980). *Manual de Mineralogía de Dana*. Segunda edición. Editorial Reverté, S. A. México.
- APHA-AWWA-WPCF. (1992). *Métodos Normalizados, para el Análisis Aguas Potables y Residuales*, Ediciones Díaz de Santos. S.A.
- Burriel, M., F., Lucena, C., F., (1989). "Química Analítica Cualitativa", Decimoctava edición, Ed. Thomson, España.
- Chang. Raymond. (2003). *Fisicoquímica, para las ciencias químicas y biológicas,* Sexta Edición, McGraw-Hill, México.
- Cochran, W. G., Cox, G. M., (1997), *Diseños experimentales*, Trillas, 2da edición, México.
- Cornelius, S. Hurlbut, Jr. (1980). *Manual de Mineralogía de Dana*. Segunda edición. Editorial Reverté, S. A. México.



ANEXOS

ANEXO 1: CARACTERIZACIÓN DE CHACKO POR ESPECTRÓMETRO DE

FLUORESCENCIA DE RAYOS X

ANEXO 2: TABLAS CORRESPONDIENTES A LOS CÁLCULOS DE LA

METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN

ANEXO 3: RESULTADOS DE ANÁLISIS DE ALÚMINA EXTRAÍDA

ANEXO 4: FOTOGRAFÍAS DE LA REALIZACIÓN DEL TRABAJO DE

INVESTIGACIÓN SEGÚN EL PROCESO BAYER



ANEXO 1: CARACTERIZACIÓN DE CHACKO POR ESPECTRÓMETRO DE

FLUORESCENCIA DE RAYOS X

"procedimiento realizado en laboratorio de cemento sur en la cual se utilizó la espectrometría de fluorescencia de rayos x de dispersión por longitud de onda (wdxrf) con el equipo "S8 TIGER": el nuevo espectrómetro de fluorescencia de rayos X de dispersión por longitud de onda (WDXRF) de gama alta

Características de la técnica: Esta técnica está basada en las propiedades de difracción que presentan los materiales cristalinos cuando se les hace incidir un haz de RX y en que cada sustancia analizada produce un patrón de difracción característico.

Principios del método: los rayos X comprenden a la radiación electromagnética cuya longitud de onda λ es tal que $01 < \lambda < 100$ Å. Cuando esta radiación electromagnética incide sobre un plano cristalográfico, el fenómeno de interferencia de los rayos X originado por la red cristalina se puede representar de la siguiente manera.

Los rayos que parten de ánodo del tubo, rayos primarios, inciden sobre el cristal. Las partículas materiales del cristal, por efecto de estos rayos primarios empiezan a oscilar y a emitir rayos de la misma longitud de onda, pero de intensidad menor, denominados secundarios todas las fuentes coherentes interfieren, de alguna manera, para dar una onda resultante correspondiente a la familia de planos atómicos. La onda difractada en una dirección dada, resulta de las ondas provenientes de cada uno de los átomos. La onda difractada en una dirección dada, resulta de las ondas provenientes de cada uno de los átomos. La onda difractada en una dirección dada, resulta de las ondas provenientes de cada uno de los átomos del cristal; si todas las ondas elementales están en fase sobre un plano perpendicular a la dirección considerada, sus amplitudes se suman y la intensidad resultante es grande.

El resultado del bombardeo electromagnético es un patrón de difracción que es característico para cada átomo y depende de la naturaleza del mismo. El patrón contiene

picos característicos, midiendo su intensidad y la forma se puede conocer el grado de cristalinidad del material analizado. Este método se basa en la ley de Bragg;

$2dsen\theta = \lambda n$

Esta ecuación permite evaluar las distancias entre planos haciendo incidir un haz de rayos X, siempre y cuando se conozca la longitud de onda de la radiación utilizada $(\lambda_{Cu} = 1,54\text{\AA})$. de esta manera, la técnica de difracción de rayos X se utiliza para obtener información acerca de la estructura y composición de un material cristalino. En la siguiente figura se tiene el modelo del difractometro utilizado en el análisis que es un S8 TIGER "BRUKER"



Equipo de fluorescencia de rayos X S8 TIGER

Fuente. Elaboración propia equipo utilizado para análisis de chacko



ANEXO 2: TABLAS CORRESPONDIENTES A LOS CÁLCULOS DE LA

METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN

N°	Masa inicial antes del proceso Bayer (gr.)	Masa después del proceso Bayer (gr.)	Masa de solidos separados (gr.)	Masa de la muestra antes de secado (gr.)	Muestra seca (gr.)	Muestra calcinada (gr.)
1	258,1	259,1	71,295	187,805	16,229	13,6313
2	257,8	258,6	76,225	182,375	16,317	12,7525
3	257,9	258,8	72,399	186,401	16,669	13,5198
4	258,2	259,9	78,066	181,834	16,267	13,4429
5	259,6	261,5	75,157	186,343	23,734	18,2723
6	259,2	260,3	75,568	184,732	24,367	18,9269
7	260,9	261,6	76,518	185,082	23,692	18,1470
8	260,6	262,3	76,955	185,345	25,041	18,1150

Tratamiento de acuerdo al proceso Bayer a la muestra de Chacko

Fuente. Elaboración propia de acuerdo a los datos obtenidos en laboratorio

TRATAMIENTO ESTADÍSTICO DEL DISEÑO FACTORIAL

Factores experimentales que van a variar en la obtención de alúmina

Nombre	Unidades	Tipo	Papel	Bajo	Alto
A:Temperatura	°C	Continuo	Controlable	150,0	180,0
B:Tiempo	minutos	Continuo	Controlable	30,0	50,0
C:[] NaOH	gr./L.	Continuo	Controlable	100,0	140,0

Fuente. Elaboración de acuerdo a la matriz del diseño experimental STATGRAPHICS Centurión XVI.

Modelo inicial a ajustar a los Resultados del experimento según STATGRAPHICS Centurión XVI

Modelo	Extracción de Alúmina
Transformación	ninguno
Modelo d.f.	6
P-valor	0,0085
Error d.f.	1
Stnd. error	0,0636396
R-cuadrado	100
Adj. R-cuadrado	99,99

Fuente. Determinada por el modelo estadístico según STATGRAPHICS Centurión XVI.



N°	А	В	С	<i>X</i> ₁	<i>X</i> ₂	<i>X</i> ₃	Variable respuesta del % Extracción de <i>Al</i> ₂ O ₃ "Y"
1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	28,66
2	+1	-1	-1	+1	-1	-1	28,00
3	-1	+1	-1	-1	+1	-1	29,52
4	+1	+1	-1	+1	+1	-1	29,21
5	-1	-1	+1	-1	-1	+1	39,54
6	+1	-1	+1	+1	-1	+1	38,97
7	-1	+1	+1	-1	+1	+1	37,97
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	37,93

Matriz de diseño experimental $2^3 = 8$

Fuente. Elaboración propia de acuerdos a los análisis obtenidos.

PREDICCIÓN Y PERFIL DE LA VARIANZA EN LA EXTRACCIÓN DE ALÚMINA

En las gráficas podemos ver estadísticamente como fue la varianza para la extracción de la alúmina y además ver cuál fue la temperatura optima, la concentración óptima y tiempo que se requiere para poder obtener la máxima cantidad de alúmina a partir de la muestra de chacko.





Fuente. Elaboración propia según el programa STATGRAPHICS Centurión XVI.



Perfil de predicción de varianza de la extracción de alúmina

Fuente. Elaboración propia según el programa STATGRAPHICS Centurión XVI

EFECTOS ESTIMADOS PARA EXTRACCIÓN DE ALÚMINA (%)

Efecto	Estimado	Error Estd.	V.I.F.
promedio	33,725	0,0225	
A:Temperatura	-0,395	0,045	1,0
B:Tiempo	-0,135	0,045	1,0
C:Concentracion [NaOH]	9,755	0,045	1,0
AB	0,22	0,045	1,0
AC	0,09	0,045	1,0
BC	-1,17	0,045	1,0

Variabilidad de efectos estimados STATGRAPHICS Centurión XVI

Errores estándar basados en el error total con 1 g.l.

Fuente. Efectos estimados por programa STATGRAPHICS Centurión XVI.



La tabla anterior muestra las estimaciones para cada uno de los efectos estimados y las interacciones. También se muestra el error estándar de cada uno de estos efectos, el cual mide su error de muestreo. Note también que el factor de inflación de varianza (V.I.F.) más grande, es igual a 1,0. Para un diseño perfectamente ortogonal, todos los factores serían igual a 1. Factores de 10 o más normalmente se interpretan como indicativos de confusión seria entre los efectos.



Diagrama de Pareto Estandarizada para Extraccion de Alumina

Diagrama Pareto estandarizada para la extracción de alúmina de Chacko Fuente. Elaboración propia diagrama Pareto según el programa STATGRAPHICS Centurión XVI.

El Diagrama de Pareto muestra que es una representación gráfica del análisis de varianza, en él se escribió los factores más influyentes en su respectivo orden sobre la Extracción de alúmina del Chacko. Los efectos de color plomo son directamente proporcionales a la variable respuesta (extracción de alúmina), mientras que los de color azul son inversamente proporcionales. El diagrama incluye una línea vertical cuya ubicación depende de intervalo de confianza determinado (94%). Todo efecto que sobrepase la línea será de considerable significancia para el proceso. Del diagrama se observa que la concentración de [NaOH] es la variable de mayor influencia, seguido de la cuadratura de interacción de las variables BC, temperatura, interacción de las variables AB, tiempo y la interacción de las variables AC.



Gráfica de Interacción para Extraccion de Alumina



Diagrama de Interacción de variables para extracción de alúmina del Chacko

Fuente. Elaboración propia según STATGRAPHICS Centurión XVI.



ANEXO 3: RESULTADOS DE ANÁLISIS DE ALÚMINA EXTRAÍDA



Laboratorios Analíticos del Sur

Parque Industrial Río Seco C-1 Cerro Colorado Arequipa Perú / Apartado 2102

Telf: (054) 443294 Fax: (054) 444582

www.laboratoriosanaliticosdelsur.com

INFORME DE ENSAYO LAS-16-08560

Fecha de emisión: 03/12/2016 Pág.: 1/1

Señores:	CONSTANTIN MAMANI MAMANI
Dirección:	AV. NUEVA ZELANDA Nº 631 JULIACA
Atención:	CONSTANTIN MAMANI MAMANI
Recepción:	29/11/2016
Realización:	29/11/2016
Observacion:	Laboratorio No realiza la toma de muestra.

Método de ensayo aplicado

*592 Método de Ensayo para Rocas Fusión alcalina (SiO2, CaO, MgCO3, Al2O3, FeO3, Mn2O3, Na2O, K2O, CO2)

Muestra	Nombre de muestra	Descrip. de muestra	Procedencia de la muestra	*592 SiO2	*592 CaO	*592 MgCO3	*592 Al2O3	*592 FeO3	*592 Mn2O3	*592 Na2O	*592 K2O	*592 CO2
#		and the second second		%	%	%	%	%	%	%	%	%
MN16018085	R-P3-1 53.2254 - 0.0066	Mineral Gran.	No proporcionado por el cliente	24,34	^b <0,05	0,25	13,82	0,69	0,26	34,40	0,11	24,41
MN16018086	R-P3-2 56.8278 - 04742	Mineral Gran.	No proporcionado por el cliente	25,50	^b <0,05	0,26	14,45	0,69	0,22	34,23	0,12	24,29
MN16018087	R-P3-6 58.5398	Mineral Gran.	No proporcionado por el cliente	27,58	^b <0,05	0,40	13,53	3,86	0,81	31,30	0,12	22,81
MN16018088	R-P3-8 57.3680 - 0.2079	Mineral Gran.	No proporcionado por el cliente	25,68	^b <0,05	0,27	13,76	0,81	0,43	34,91	0,10	24,62

Analiticos del ar A. Juárez/Soto Or Ur F RL 114426

^{"®}<Valor numérico" = Límite de detección del método, ^{"®}<Valor Numérico" = Límite de cuantificación del método.

Los resultados de los ensayos no deben ser utilizados como una certificación de conformidad con normas de producto o como certificado del sistema de calidad de la entidad que lo produce. Los resultados presentados solo están relacionados a la muestra ensayada. Está terminantemente prohibida la reproducción parcial o total de este documento sin la autorización escrita de LAS. Cualquier enmienda o corrección en el

contenido del presente documento lo anula.



Universidad Nacional del Altiplano

RESULTADOS DE ANÁLISIS DE CHACKO (tercera fila)

ind all measurement results indiching Narver Measurement method	(To fine tune a search, use wildba] Preparations		thout date constraint etween 15-9ci-20 and 14-0ct-20	15 <u>+</u>							
Calibration method] Evaluation operation	0 0 DE	turing the previous turing the previous turing the previous that ing the previous to the previous turing	day hor	(1) (2) (2) (2) (2) (2) (2) (2) (2) (2) (2						
P Only deplay records using								😸 Display	25 🔵 resul	ts. Reputs not d	Suppoyed D
QuartExpress	Onty CollibrationMethod			Na20 7%)	S(02 (%)	AI203 (%)	CuO (%)	K20 (%)	Mg@ (%)	Fe203 (%)	TIO2
P2 7 27/09/2016 01:15:54	p.m. Oxides	87.3	83,281	41.66	27.42	14,66	1 32				
							1.76	4,10	2.21	4 26	
GRAFITO/4 24/09/2016 06:61 74	ia.m. Ozides	0.1	648.297	N. M. M.	W. W. W.						
GRAFITO/4 24/09/2016 06 41 39	am UNKNOWNU										
GRAFITO/A 24/09/2016 01:53 18	am UNKNOWNU										
GRAFITO/3 24/09/2016 01:12:5/	lam. Oxides	0.2	744.556								
GRAFITO/2 24/09/2016 12:57 2	am. UNKNOWNU										
GRAFITOM 24/09/2016 12:41:4	Sam. Oxides	29	1837 812								
GRAFITO 24/09/2016 12:26:1	3 a.m. Oxides	28	1183.503								
GRAFITO/6 23/09/2016 08:31:2	9 a.m. Oxides	0.1	0.343				0.00				
GRAFITO/5 23/09/2016 08 15:0	3 a m. Oxides		0.4\$1		S. S. S.		U.D.				
GRAFITO/4 23/09/2016 07:57-3	S.a.m. Oxides		0.263		0.12	0.02	0.00				
GRAFITO/3 23/09/2016 07:41:1	3 a.m. Oxides				0.09						
GRAFITO/2 23/09/2016 07:24:4	9 a.m. Oxides		0.298		0.11		10.05				
GRAFITO/1 23/09/2016 07 08 2	5 a.m. Oxides	0.2	0.397	0.02			0.07				
GRAFITO 23/09/2016 06:52/0	2 a.m. Oxides	0.2	0.410								





ANEXO 4: FOTOGRAFÍAS DE LA REALIZACIÓN DEL TRABAJO DE

INVESTIGACIÓN SEGÚN EL PROCESO BAYER





Universidad Nacional del Altiplano





Universidad Nacional del Altiplano



Preparando muestras para calcinación

Calcinación de muestras en mufla a 1050°C

No olvide citar esta tesis
TESIS UNA - PUNO



Universidad Nacional del Altiplano



No olvide citar esta tesis