

Producción de sulfato de aluminio a partir del caolín existente en Cuba

Production of aluminum sulphate from kaolin existing in Cuba

Yadira González Batista^{1,*}, Leonardo Rodríguez Suárez¹, Lianis de los Ángeles Columbié Lamorú¹

¹Centro de Ingeniería e Investigaciones Químicas. Vía Blanca s/n entre Infanta y Palatino. Cerro. La Habana. Cuba.

*Autor de correspondencia: yadirag@varona.co.cu

Este documento posee una [licencia Creative Commons Reconocimiento/No Comercial 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/)



Recibido: 8 mayo 2020 **Aceptado:** 25 junio 2020 **Publicado:** 3 julio 2020

Resumen

Entre los métodos físico-químicos que se emplean en el tratamiento de las aguas se encuentran la coagulación-floculación, con el objetivo de favorecer la disminución de partículas indeseadas en el líquido; para ello es necesario emplear un coagulante. La producción nacional de sulfato de aluminio en Cuba no alcanza a suplir la demanda interna, por lo que es necesario producir este coagulante a partir de materias primas nacionales, a partir de una disponibilidad de uno de los principales recursos minerales que se emplean en la producción de este producto; tal es el caso del caolín, ubicadas fundamentalmente en el yacimiento "Río del Callejón" en la Isla de la Juventud. Para la obtención de los resultados se realizaron experimentos para la producción a escala de laboratorio, determinándose los parámetros para ser empleados en el escalado del reactor a escala de banco, mediante el criterio de similitud geométrica. Las dimensiones del reactor para la escala de banco fueron 20 L de volumen total, diámetro del reactor de 1,8 m, diámetro del impelente de 0,27 m y velocidad de agitación de 168 rpm. Los resultados de los cálculos obtenidos durante el análisis de escalado son una propuesta para obtener este producto a escala de banco.

Palabras clave: sulfato de aluminio, tratamiento de aguas, caolín, escalado

Abstract

Among the physical-chemical methods used in the treatment of water is coagulation-flocculation, to enhance the reduction of particles in the liquid, a coagulant agent is necessary. The national production of aluminum sulphate in Cuba does not reach the internal demand, and it is necessary to produce this coagulant since national raw materials, being a good chance to improvements since the existing the availability of one of the main mineral resources that are used in the production of this product, such is the case of kaolin, located mainly in "Río del Callejón", located at Isla de la Juventud. To obtain the results, experiments were carried out to obtain this product at a laboratory scale, determining the parameters to be taken into account for the scaling-up process of the reactor at a bench scale, using the geometric similarity criterion. The reactor dimensions were 1.8 m high, 0.27 m of impellent diameter and 168 rpm of stirring speed. The results obtained from during the scaling-up are a proposal to the obtaining of the product at a bench scale.

Keywords: aluminum sulphate, water treatment, kaolin, scale up

1. Introducción

El creciente interés por el tema ambiental y de salud pública, los estándares internacionales de calidad y el medio ambiente han motivado el surgimiento de nuevas normas que implican una evaluación de los procesos existentes de potabilización de agua y una mayor exigencia ambiental a los nuevos proyectos [1]. El continuo desarrollo tecnológico e investigativo obliga a innovar en los procesos de tratamientos de aguas con la importancia que tiene el mejoramiento del proceso de potabilización de agua [2], como también dar a conocer importantes desarrollos tecnológicos [3] en cuanto a nuevos equipos y diferentes alternativas [4].

El tratamiento del agua para el consumo humano se divide en varias etapas [5]: acondicionamiento químico, acondicionamiento sensorial y clarificación [6]. La clarificación puede definirse como cualquier proceso o combinación de procesos, cuyo propósito es reducir la concentración de los materiales suspendidos en el agua [7], tratándose de una de las etapas básicas en el tratamiento [8, 9]. Algunas partículas suspendidas son de un tamaño muy pequeño y tienen una carga eléctrica superficial que las hace repelerse continuamente, impidiendo su aglomeración y la formación de partículas pesadas que le permitan sedimentar [10]. El proceso de clarificación debe desestabilizar las partículas coloidales, anulando las fuerzas repulsivas entre ellas (coagulación) y luego aglomerarlas en partículas mayores (floculación). Existen tres mecanismos que pueden actuar: desestabilización de las fuerzas electrostáticas de atracción y repulsión, puentes químicos y sobresaturación de coagulantes. Para ello es necesario emplear coagulantes, siendo el sulfato de aluminio $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]$ el coagulante convencional mayormente empleado.

El mineral por excelencia para la obtención de la alúmina y con posterioridad, el aluminio, es la bauxita [11] que posee un mayor porcentaje de alúmina por encima de otros minerales. Sin embargo, debido a la no existencia o abundancia de bauxita, se busca cómo obtener tanto alúmina como aluminio de fuentes alternativas con menor porcentaje de alúmina que la bauxita. Es por ello que para obtener una sal o metal a partir de fuentes minerales, uno de los procesos aplicados, es la lixiviación del mineral [12]. La obtención de sulfato de aluminio con características apropiadas para ser empleado como sustancia coagulante para el tratamiento de aguas de consumo humano y residual está reportado [13-16]. Sin embargo, la industria cubana de producción de sulfato de aluminio se encuentra poco desarrollada, con una producción que no alcanza a suplir la demanda interna; se produce a partir de ácido sulfúrico que es producido en el territorio nacional e hidróxido de aluminio de importación, siendo necesario producir este producto de alto valor agregado empleando materias primas nacionales. Por otra parte, existe la disponibilidad de uno de los principales recursos minerales que se emplean en la producción de este producto, tal es el caso del caolín; con una reserva nacional estimada en 55 millones de toneladas, ubicadas fundamentalmente en el yacimiento “Río del Callejón” en la Isla de la Juventud, lo que permitiría la explotación estable por décadas y se podría reducir la importación del hidróxido de aluminio.

El objetivo de este trabajo es obtener sulfato de aluminio a partir del caolín existente en Cuba, así como proponer las condiciones de operación en el escalado de un reactor a escala de banco. El desarrollo de tecnologías de obtención de productos químicos de alto valor agregado incluye labores de ingenierización que deben ser consideradas en todas las etapas de la investigación. No obstante, es recomendable que se incluyan etapas específicas para el escalado a nivel de banco y de planta piloto, por lo que como una continuación de los resultados obtenidos a nivel de laboratorio, se ha concebido el escalado de escala de banco de una tecnología para la obtención del sulfato de aluminio a partir del caolín.

2. Materiales y Métodos

El proceso de obtención del sulfato de aluminio a partir de un mineral, en este caso el caolín (como fuente de alúmina) se realizó a partir de la lixiviación ácida empleando el ácido sulfúrico como solvente por su bajo costo, fácil disponibilidad, manipulación y características químicas que presenta.

Se realizaron los experimentos a escala de laboratorio empleando como materias primas caolín y ácido sulfúrico, a partir de los siguientes procesos:

- Calcinación del mineral
- Lixiviación ácida
- Filtrado
- Evaporación
- Cristalización

Para la realización de los experimentos se empleó el diseño de tipo Plackett-Burman [13], con el objetivo de reducir el número de variables y determinar las que más influyen en el proceso; como variable respuesta se determinó el peso de los cristales de sulfato de aluminio y como variables independientes se tuvieron en cuenta: temperatura de calcinación, temperatura de lixiviación, tiempo de calcinación y velocidad de agitación. El diseño estadístico de experimentos es una forma muy eficaz de diseñar un conjunto de experimentos. Consiste en determinar cuáles pruebas se deben realizar y de qué manera, para obtener datos que, al ser analizados estadísticamente, proporcionen evidencias objetivas que permitan responder las interrogantes planteadas, y de esa manera clarificar los aspectos de un proceso, resolver un problema o lograr mejoras. El diseño de Plackett-Burman se empleó debido que es un diseño de "screening" (barrido), que permite establecer la relación entre variables de estudio y la variable respuesta. Es un diseño completamente ortogonal que reduce el número de experimentos a realizarse con un elevado número de variables.

La variable respuesta a medir fue el peso de los cristales de sulfato de aluminio. Se empleó como materia prima 50 g de caolín, provienen del yacimiento "Río del Callejón", fijando dicha cantidad y variando la relación sólido-líquido, de acuerdo a los niveles del diseño de experimentos en variables reales que se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Variables independientes en el diseño factorial

Factores	Nivel bajo	Nivel alto
Temperatura de calcinación (°C)	25	700
Tiempo de calcinación (min)	60	120
Temperatura de lixiviación (°C)	80	105
Velocidad de agitación (rpm)	350	612

Metodología empleada para la realización de los experimentos

1. Se calcina el caolín en una mufla a 700°C durante una hora para eliminar los grupos hidroxilo del hidróxido de aluminio.
2. En un beaker de 1000 mL se adiciona la solución de acuerdo a la relación sólido/líquido.
3. Cuando se alcanza la temperatura de 105°C se adiciona el caolín.
4. Terminada la lixiviación se enfría la muestra y se filtra al vacío.

5. El líquido filtrado se evapora para disminuir el contenido de agua y dejar que ocurra la cristalización.
6. Los cristales se secan en una desecadora y se determina su peso.
7. El residuo sólido del filtrado se lava para eliminar el remanente de ácido sulfúrico, se filtra y se seca en la estufa a 100°C.

Algoritmo de cálculo

Cálculo de la potencia:

$$P = N_p \cdot n^3 \cdot D_i^5 \cdot \rho \quad (1)$$

Siendo:

N_p Número de potencia para el impelente

n Velocidad de agitación del impelente (rpm).

D_i Diámetro del impelente (m).

ρ densidad del líquido (kg/m³).

Para el cálculo de la potencia es necesario determinar el Reynolds según la siguiente ecuación:

$$Re_1 = \frac{\rho \cdot n_1 \cdot D_i^2}{\mu} \quad (2)$$

Tomando ese valor y el tipo de impelente [11], se determina el valor de la constante $Kn=1,8$ y se tiene que:

$$\frac{D_T}{D_i} = 3 \dots \dots \dots \frac{Z_L}{D_i} = 2,7 \dots \dots \dots \frac{Z_i}{D_i} = 0,75$$

Siendo:

D_T Diámetro del mezclador

D_i Diámetro del impelente

Z_L Altura de nivel del líquido en el mezclador

Z_i Altura del impelente sobre el fondo

Sustituyendo en la ecuación (1) la potencia es igual a:

$$P_1 = 2,586 \text{ W}$$

$$\frac{P_1}{V_1} = 2586 \text{ W/m}^3$$

Comprobando la relación P_2, P_1, V_2, V_1 se tiene que:

$$\frac{P_2}{V_2} = \frac{51.72 \text{ W}}{0.02 \text{ m}^3} = 2586 \text{ W/m}^3$$

Manteniendo la similitud geométrica

$$V = \frac{\pi \cdot D_T^2 \cdot H_L}{4} \quad (3)$$

Siendo:

$$D_T = H_L$$

Cálculo del Reynolds en la escaba de banco

$$Re_2 = \rho \cdot n_2 \cdot \frac{D_i^2}{\mu} \quad (4)$$

$$n_2 = n_1 \cdot \left(\frac{d_1}{d_2}\right)^{\frac{2}{3}} \quad (5)$$

3. Resultados y Discusión

Mediante la NC: 44-16 se caracterizó la muestra del yacimiento “Río del callejón” el cual presenta un 23,32% de óxido de aluminio, como se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2. Caracterización del caolín de “Río del Callejón”

Ensayo	Caolín (%)
SiO ₂	54,69
Al ₂ O ₃	23,32
Fe ₂ O ₃	0,56
MgO	0,021
CaO	No detectable
K ₂ O	1,43
Na ₂ O	7,63
Pérdidas por ignición (PPI)	10,42
pH	5,76
H ₂ O	1,65
Granulometría <60 mesh	10,5
De 60 a 200 mesh	32,5
>200 mesh	57,0

Para la caracterización del ácido sulfúrico (H₂SO₄) se emplearon las siguientes Normas Cubanas:

- NC: 901:2012. Determinación fotométrica del contenido de hierro por el método 2,2-bipiridil.
- NC: 761:2010. Determinación de la concentración por medio de la densidad.
- NC: 762:2010. Determinación del residuo fijo por ignición.
- NC: 63:2010. Determinación volumétrica de la acidez total.

Mediante la caracterización se determinó la acidez total del ácido sulfúrico con un 97,96% de acidez, como se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3. Especificaciones de los índices de calidad del ácido sulfúrico

Ensayo	Resultado
Acidez total como H ₂ SO ₄	97,96%
Fe	10,65 mg/L
Mn	46,5 mg/L
Cu	0,6 mg/L
Ni	5,85 mg/L
Residuo fijo por ignición	0,014%
Densidad	1,843 g/mL (20°C)
Sustancias reductoras al permanganato	0,001%

Para realizar los experimentos fue necesario mantener constantes las siguientes variables del proceso de acuerdo a los resultados de la optimización que se realizó.

- Tiempo de calcinación (1 hora)
- Velocidad de agitación (350 rpm)
- Concentración del ácido (12,17%)
- Temperatura de lixiviación (105°C)

Los resultados de los experimentos fueron comparados con la NC 387:2016, como se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4. Resultado de los experimentos

No. experimento	Alúmina total (Al ₂ O ₃)%	Fe total soluble en agua (Fe ₂ O ₃)%	Acidez libre como (H ₂ SO ₄)%
1	23,41	0,036	25,68
5	22,52	0,007	31,33
6	21,18	0,055	24,90
7	23,71	0,065	24,73
9	24,35	0,012	23,31
11	24,45	0,005	26,54
NC 387:2016 Terrón o en grano grado técnico	Mínimo 17%	0,75 sobre la base de 17% Al ₂ O ₃	

Parámetros propuestos para el escalado del reactor en la obtención del sulfato de aluminio

Por la importancia que tiene la etapa de lixiviación durante el proceso, los cálculos están asociados solamente a las condiciones que debe tener el reactor. El desarrollo de tecnologías de obtención de productos químicos de alto valor agregado incluye labores ingenieriles que deben ser consideradas en todas las etapas de la investigación. Con los datos obtenidos en el laboratorio se ha concebido el escalado a escala de banco de un proceso para la obtención del sulfato de aluminio a partir de materias primas nacionales. El volumen a emplear para el escalado fue de 20 L. Los datos del equipo que se empleó en el laboratorio, así como los resultados de la escala de banco se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Condiciones de operación del reactor

Datos	Unidades	Laboratorio	Banco
Volumen	(L)	1	20
Diámetro del impelente	(m)	0,09	0,27
Distancia del impelente al fondo	(m)	0,025	0,07
Velocidad de agitación	(rpm)	350	168
Distancia del eje a la pared	(m)	0,057	1,0
Diámetro del reactor	(m)	0,15	1,8
Altura de líquido	(m)	0,07	1,4
Densidad del líquido	(kg/m ³)	1226	1226
Viscosidad	(Pa·s)	0,012	0,012
Reynolds			2,059·10 ⁴
Potencia	(W)		51,72

Se realizó el escalado, aplicando el criterio de similitud geométrica donde la relación $(P/V)_1 = (P/V)_2$ es constante. El impelente que emplea es de doble paleta, cumpliéndose la similitud geométrica.

4. Conclusiones

A partir del empleo de materias primas nacionales se obtuvo el sulfato de aluminio a escala de laboratorio para ser empleado como coagulante en el tratamiento de aguas. Las dimensiones del reactor para la escala de banco fueron 20 L de volumen total, diámetro del reactor 1,8 m, diámetro del impelente 0,27 m y velocidad de agitación 168 rpm. Los resultados de los cálculos obtenidos durante el escalado son una propuesta para obtener este producto a escala de banco.

Referencias

1. Ochoa, E.A., et al., *Determinación del modelo matemático basado en redes neuronales del sistema de dosificación de sulfato de aluminio y cal de la planta de tratamiento de agua potable Carigán*. Brazilian Journal of Development, 2019. 5: p. 2162-2172.
2. Hernández, I., et al., *Evaluación de cal, sulfato e hidroxiclورو de aluminio en la coagulación-floculación del lixiviado del relleno sanitario de Poza Rica, Veracruz*. Avances en Ciencias e Ingeniería, 2013: p. 1-10.
3. Gutiérrez, Y., et al., *Eficiencia del sulfato de aluminio durante el tratamiento de aguas residuales de una industria avícola*. Impacto Científico, 2011. 6: p. 244-256.
4. Ventosilla, J., et al., *Selección de filtro prensa y optimización de medios filtrantes para concentrados, relaves y lodos de neutralización*. Revista del Instituto de Investigación (RIIGEO), 2014. 17: p. 117-124.
5. Duarte, D., et al., *Remoción de nutrientes mediante coagulantes naturales y químicos en planta de tratamiento de aguas residuales, Valledupar Colombia*. Revista de Investigación Agraria y Ambiental, 2015. 6: p. 183-196.
6. Ramírez, H., et al., *Agentes naturales como alternativa para el tratamiento del agua*. Facultad de Ciencias Básicas, 2015. 11: p. 136-153.
7. Vargas, M., et al., *Aprovechamiento de algunos materiales en el desarrollo de coagulantes y floculantes para el tratamiento de aguas en Costa Rica*. Tecnología en marcha, 2006. 19(4): p. 37-41.
8. Guzmán, L., et al., *Reducción de la turbidez del agua usando coagulantes naturales: una revisión*. Revista U.D.C.A Actualidad & Divulgación Científica, 2013. 16(1): p. 253-262.
9. Sandoval, J., et al., *Revisión de artículos sobre floculación de microalgas*. Fundación Universidad de América, 2016. p. 114-132.
10. Santander, M., et al., *Tratamiento de riles del sector minero-metalúrgico y reutilización de las aguas*. Revista de la Facultad de Ingeniería, 2011: p. 10-26.
11. Bou, E., et al., *Influence of alumina characteristics on glaze properties*. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 2010. 49: p. 271-278.
12. Bustamante-Rúa, M.O., et al., *Simulation of processing minerals plants in Colombia through MODSIM*. Boletín de Ciencias de la Tierra, 2016. 39: p. 33-37.
13. Rodríguez, L., et al., *Diversificación del uso industrial del yacimiento Río del Callejón: obtención de sulfato de aluminio para tratamiento de agua*. Minería y Geología, 2017. 33: p. 177-190.
14. Taewan, K., et al., *The effects of Aluminum sulphate on slag paste activated with sodium hydroxide and sodium silicate*. Materials, 2020. 13(10): p. 2286.
15. Muisa, N., et al., *Utilization of alum sludge as adsorbent for phosphorus removal in municipal wastewater: a review*. Journal of Water Process Engineering, 2020. 35: p. 101187.
16. Kucera, T., et al., *Natural polymers as alternatives to conventional coagulation agents-lab-scale research with Moringa oleifera seeds and Chitosan*. Environmental Science, 2020. 444(1): p. 012032.

Conflicto de Intereses

No existe ningún conflicto de intereses entre los autores, ni de los autores con entidades vinculadas al contenido del artículo.

Contribución de los autores

Yadira González Batista. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6043-6995>

Participó en el análisis de los resultados y redacción del manuscrito.

Lianis de los Angeles Columbié Lamorú. ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0833-0907>

Participó en el análisis de los resultados y redacción del manuscrito.

Leonardo Rodríguez Suárez. ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1919-3773>

Participó en el análisis de los resultados y redacción del manuscrito.