

QD181
A4C6

**UNIVERSIDAD DE LOS ANDES
FACULTAD DE INGENIERÍA
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA**

**OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA SUSPENSIÓN DE LECHADA DE
CAL-LICOR TURBIO DE REBOSE-ALUMINATO TRICÁLCICO A
ESCALA LABORATORIO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN
DE CALCIO EN EL LICOR FILTRADO KELLY DEL PROCESO
BAYER EN C.V.G-BAUXILUM PLANTA.**

Presentado ante la Ilustre Universidad de los Andes para optar al título de Magister
Scientae en Ingeniería Química

DONACION

**Realizado por: Ing. Katherine del V. CORTES M.
Tutor Académico: Prof. John W. RAMIREZ
Prof. José G. DELGADO
Tutores Industriales: Ing. Jesús DEYAN
Lic. Dolores del OLLO**

SERBIULA
Tulio Febres Cordero

Mérida 14 de Septiembre del 2012

www.bdigital.ula.ve

DERECHO DE AUTOR.

Otorgo a la Universidad de Los Andes el derecho de reproducir y difundir el presente Trabajo, con las únicas limitaciones que establece la legislación vigente en materia de Derechos de Autor.

En la ciudad de Mérida a los catorce días del mes de Septiembre del dos mil doce.

Katherine del V. Cortes M.

C.I.: 16.882.436

www.bdigital.ula.ve

APROBACIÓN

Considero que el Trabajo de Grado titulado:

OPTIMIZACIÓN DEL SISTEMA SUSPENSIÓN DE LECHADA DE CAL-LICOR TURBIO DE REBOSE-ALUMINATO TRICÁLCICO A ESCALA LABORATORIO PARA REDUCIR LA CONCENTRACIÓN DE CALCIO EN EL LICOR FILTRADO KELLY DEL PROCESO BAYER EN C.V.G-BAUXILUM PLANTA.

Realizado por la ciudadana:

KATHERINE DEL V. CORTES M.

Para optar al título de

MAGISTER SCIENTAE EN INGENIERÍA QUÍMICA

Reúne los requisitos exigidos por la escuela de Ingeniería Química de la Universidad de Los Andes, y tiene meritos suficientes para ser sometido a la presentación y revisión exhaustiva por parte del Jurado Examinador que se designe.

En la ciudad de Mérida, a los catorce días del mes de Septiembre del dos mil doce

Prof. John W. Ramírez.

Asesor

www.bdigital.ula.ve

www.bdigital.ula.ve

AGRADECIMIENTO

Gracias a la ilustre Universidad de Los Andes y a todo su personal que ha contribuido de una u otra manera a incrementar mis conocimientos y mejorar como persona.

A mi Familia por ser incondicionales, por apoyarme en todo momento, por brindarme siempre su cariño y el mejor de los consejos.

A todo el personal de C.V.G-BAUXILUM por su valiosa colaboración, pero en especial al ingeniero Jesús Deyán y la licenciada Dolores del Olo por ser mis asesores a lo largo de toda la investigación que culminamos gracias a dios con excelentes resultados.

También expreso mi agradecimiento al profesor John Williams por toda su ayuda, paciencia y recomendaciones en la elaboración de esta tesis.

Finalmente a todas aquellas personas: técnicos del laboratorio de control de calidad, ingenieros, personal administrativo de la empresa y a todos a quienes se me ha olvidado nombrar, pero que en alguna oportunidad me asistieron les doy el más sincero de los agradecimientos.

www.bdigital.ula.ve

DEDICATORIA

A Dios Todopoderoso

A mi familia: Gabriel, Nancy, Karen, Katty, Vanesa, Orlando, Boris,
quienes siempre estuvieron brindándome todo
su amor, comprensión, colaboración y
paciencia en mis momentos difíciles.
Los Amo y Quiero Mucho.

A mi amor Francisco
con quien he compartido innumerables
momentos, mi paño de lágrimas,
mi gran consejero gracias por estar a mi lado.
Te Amo.

“A todos, mil gracias por este logro que es de ustedes más que mío”.

www.bdigital.ula.ve

CONTENIDO

LISTA DE TABLAS	9
LISTA DE FIGURAS	10
RESUMEN	17
1. INTRODUCCIÓN	18
2. GENERALIDADES	21
2.1 Planteamiento del problema	20
2.2 Objetivo general	20
2.1 Objetivos específicos	21
3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	22
3.1 PROCESO BAYER	22
3.1.1 Lado Rojo	24
3.1.2 Lado Blanco	26
3.2 SISTEMA SLC-LTR-TCA	28
3.2.1 Filtración	30
3.2.2 Tipos de Tortas	32
3.2.2.1 Tortas incompresibles	32
3.2.2.2 Tortas compresibles	32
3.2.3 Ecuaciones para Tortas Incompresibles	32
3.2.3.1 Casos que se Presentan en las Tortas Incompresibles	34
a) Filtración a presión constante	34

b) Filtración a velocidad constante	35
c) Filtración a velocidad constante seguido de una presión de operación constante	35
d) Filtración a velocidad y presión de operación variables	36
3.2.4 Ecuaciones para Tortas Compresibles	36
3.2.4.1 Casos que se Presentan en las Tortas Compresibles	37
a) Filtración a presión constante	37
b) Filtración a velocidad constante	37
c) Filtración a velocidad y presión de operación variables	38
3.2.5 Filtros Kelly	38
3.2.6 Medio Filtrante	39
3.3 ALUMINATO TRICÁLCICO (TCA)	39
3.3.1 Mineralogía del TCA	42
3.4 FACTORES QUE AFECTAN EL PROCESO DE FILTRACIÓN	44
3.4.1 Propiedades del Fluido	44
3.4.2 Concentración de Sólidos	44
3.4.3 Tamaño de las Partículas	45
3.4.4 Presión de Filtración	45
3.4.5 Espesor de la Torta	46
3.5 FACTORES QUE AFECTAN LA CALIDAD DEL TCA	46
3.5.1 Calidad de la Cal y el Hidróxido de Calcio	47
3.5.2 Características del Licor	50

3.5.3 Estequiometría de la Reacción	52
3.5.4 Relación CaO/Al ₂ O ₃	52
3.5.5 Condiciones del Tanque de Reacción (o envejecimiento)	52
4. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN	54
5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	62
5.1 Plan de Investigación	62
5.1.1 Diseño de Experimentos en el Laboratorio	62
5.2 Materiales y Equipos	66
5.3 Reactivos	67
5.4 Procedimiento Experimental en el Laboratorio	67
5.4.1 Preparación del Aluminato Tricálcico	67
5.4.2 Concentración de Sólidos de la SLC	69
5.4.3 Concentración de Sólidos del TCA	69
5.4.4 Velocidad de Filtración	70
5.4.5 Velocidad de Sedimentación del TCA	71
5.4.6 Resistencia de la Torta	72
5.4.6.1 Resistencia del Medio	72
5.4.6.2 Resistencia de la Alimentación al Filtro (LTR + TCA)	72
5.4.7 Sólidos de la Alimentación	73
5.4.8 Sólidos del Licor Filtrado Kelly (LFK)	74
5.4.9 Calidad del Licor Filtrado Kelly	74
5.4.9.1 Concentración de Na ₂ O _{TOTAL} , Calcio y Sílice en el LFK	74
5.4.9.2 Concentración de Na ₂ O _{tt} y FMC	75

5.4.9.3 Concentración de Na_2CO_3	76
5.4.10 Determinación de la Composición Química y Mineralógica del TCA	77
5.5 Ecuaciones y Balances empleados en la Etapa de Filtración de Seguridad en el Proceso BAYER de C.V.G-BAUXILUM planta	78
a) Determinación de la Concentración de Sólidos de la SLC y el TCA	78
b) Determinación de la Velocidad de Filtración	79
c) Determinación de la Resistencia de la Torta	79
c.1) Resistencia del Medio	80
c.2) Resistencia de la Alimentación (LTR+TCA)	80
d) Determinación de los Sólidos de la Alimentación al Filtro	81
e) Determinación de los Sólidos en el Licor Filtrado Kelly (LFK)	81
f) Determinación de la Calidad del Licor Filtrado Kelly	82
f.1) Fracción Molar Caustica (FMC) y Concentración de Na_2O_t	82
f.2) Concentraciones de Calcio, Sílice, $\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$ y Na_2CO_3	82
g) Calculo de la Concentración de Sólidos Teóricos en el TCA	83
h) Calculo de la Concentración Impurezas (Sílice y Carbonatos) Removidas	84
i) Determinación de la Estequiometría para la Producción del TCA	84
j) Determinación de la Relación Química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ del TCA	86
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	87
6.1 Desempeño del Sistema SLC-LTR-TCA con la Planta en Continuo	87

6.1.1 Comportamiento de la Temperatura en el Tanque de Suspensión de Lechada de Cal (SLC) y el Tanque de Reacción del Aluminato Tricálcico (TCA).	87
6.1.2 Efecto de la Concentración de Sólidos de la SLC en la Concentración de calcio del Licor Filtrado Kelly (LFK).	91
6.1.3 Efecto de la Concentración de Sólidos del TCA en la Concentración de Calcio del LFK.	93
6.1.4 Causticidad (A/C) del sistema SLC-LTR para producir TCA.	94
6.1.5 Estequiometría Presente en el Sistema SLC-LTR para la Producción de TCA.	95
6.1.6 Efecto de los Flujos de Alimentación de SLC y LTR en la Concentración de calcio del LFK.	96
6.1.7 Comportamiento de la Sedimentación del TCA.	98
6.1.8 Relación Volumétrica entre el LTR y SLC Presente en el Tanque de Reacción del TCA.	99
6.1.9 Tiempo de Residencia en el Tanque Reactor del TCA.	100
6.1.10 Relación Química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en el TCA.	101
6.1.11 Mineralogía del TCA y su Efecto en el Licor Filtrado Kelly (LFK).	103
6.1.12 Relación de Filtración (LTR/TCA).	107
6.1.13 Velocidad de Filtración.	108
6.2 Evaluación del Sistema SLC-LTR-TCA, Mediante la Realización de Pruebas de Laboratorio.	110
6.2.1 Temperatura.	110
6.2.2 Tiempo de Reacción.	110
6.2.3 Características del LTR para Producir TCA.	110
6.2.4 Efecto de la Concentración de Sólidos de la Suspensión de Lechada de cal (SLC) en la Concentración de Calcio del Licor Filtrado Kelly (LFK).	111
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.	111
b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.	113

6.2.5 Efecto de la Concentración de Sólidos del Aluminato Tricálcico (TCA) en la Concentración de Calcio del LFK.	114
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.	114
b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.	118
6.2.6 Estequiometría Presente en el Sistema SLC-LTR para la Producción de TCA.	120
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.	120
b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.	123
6.2.7 Relación Química CaO/Al ₂ O ₃ en el TCA.	125
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1y 60/1.	125
b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.	128
6.2.8 Efecto del TCA en la Concentración de Impurezas (Carbonatos y Sílice) en el LFK.	130
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y 3/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.	131
6.2.9 Comportamiento de la Velocidad de Sedimentación del TCA.	133
6.2.10 Mineralogía del TCA y su Efecto en el Licor Filtrado Kelly (LFK).	136
6.2.11 Resistencia de la Torta.	142
6.2.12 Velocidad de Filtración.	144
6.3 Optimización del Sistema SLC-LTR-TCA.	149

7. CONCLUSIONES	150
8. RECOMENDACIONES	153
9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	155
10. ANEXOS	158
ANEXO A. Cálculo Teórico de la Concentración de Sólidos del TCA y Estequiometría del Sistema SLC-LTR-TCA para los Ensayos del Laboratorio.	159
ANEXO B. Composición Mineralógica del TCA.	160
ANEXO C. Componentes Principales del TCA (CaO y Al ₂ O ₃).	162
ANEXO D. Difractogramas del TCA Preparado en el Laboratorio con los Diferentes Tipos de Cal y Algunos TCA de Planta.	163
ANEXO E. Determinación del Calcio en los Licores.	182

www.bdigital.ula.ve

LISTA DE TABLAS

1. Lado rojo. Proceso BAYER.	24
2. Lado blanco. Proceso BAYER.	26
3. Reacciones involucradas en el proceso BAYER.	28
4. Tipos de hidrogrosularias.	43
5. Valores típicos de las concentraciones de calcio, sílice, $\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$ y Na_2CO_3 .	83
6. Caracterización del licor turbio de rebose (LTR).	111
7. Valores de referencia para el control del sistema SLC-LTR-TCA.	149
8. Concentración teórica de los sólidos del TCA al utilizar las dos relaciones de alimentación (LTR/SLC).	156
9. Estequiometría del sistema SLC-LTR-TCA en el laboratorio.	156
10. Propiedades mineralógicas del TCA obtenidas en los últimos cuatro años.	157
11. Fórmula química y nomenclatura de los diferentes componentes presentes en el análisis mineralógico del TCA.	159
12. Análisis químico de los diferentes TCA preparados en el laboratorio.	159

LISTA DE FIGURAS

1. Proceso de obtención de alúmina de C.V.G-BAUXILUM planta.	23
2. Esquema del sistema SLC-LTR-TCA de C.V.G-BAUXILUM planta.	29
3. Esquema de un sistema de filtración.	30
4. Mecanismo de la torta de filtración en los filtros de superficie.	31
5. Filtro Kelly (C.V.G-BAUXILUM planta).	38
6. Estudio del efecto de las variables químicas y de operación en la calidad del TCA y en el subsecuente proceso de filtración.	65
7. Fases presentes en el TCA.	68
8. Baño de precipitación para producir TCA.	68
9. Equipo de filtración empleado para determinar la concentración de sólidos.	69
10. Sólidos del TCA.	69
11. Equipo para determinar la velocidad de filtración de la alimentación (LTR+TCA).	71
12. Velocidad de sedimentación del TCA.	71
13. Equipo de filtración a vacío para determinar la resistencia de la torta.	73
14. Sólidos de la alimentación (LTR+TCA).	73
15. Sólidos del licor filtrado Kelly.	74
16. Espectrofotómetro de plasma.	75
17. Termotitulador.	76
18. Equipo de titulación para determinar el Na_2CO_3 .	76
19. Equipo de difracción para determinar la composición mineralógica del TCA.	77
20. Espectrofotómetro secuencial de longitud de onda para determinar la composición química del TCA.	78

21. Comportamiento de la temperatura del tanque de SLC.	88
22. Distribución normal de la temperatura del tanque de SLC.	88
23. Comportamiento de la temperatura del tanque de reacción del TCA.	89
24. Distribución normal de la temperatura del tanque de TCA.	89
25. Efecto de la temperatura del TCA en la concentración de calcio del LFK.	90
26. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC en la concentración de calcio del LFK.	91
27. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (≥ 150 g/l) en la concentración de calcio del LFK.	91
28. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (< 150 g/l) en la concentración de calcio del LFK.	91
29. Efecto de la concentración de sólidos del TCA en la concentración de calcio del LFK.	94
30. Comportamiento de la causticidad presente en el tanque de reacción del TCA.	94
31. Efecto de la estequiometría en la concentración de calcio del LFK.	96
32. Efecto del flujo de alimentación de SLC al tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.	97
33. Efecto del flujo de alimentación de LTR al tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.	97
34. Comportamiento de la velocidad de sedimentación para una serie de muestras de TCA tomadas con la planta en continuo.	99
35. Efecto de la relación volumétrica LTR/SLC en la concentración de calcio del LFK.	100
36. Efecto del tiempo de residencia del tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.	101
37. Efecto de la relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK.	102
38. Porcentaje de hidrogrosularia formado y su efecto en la concentración de calcio en el LFK.	103
39. Efecto del tipo de hidrogrosularia en la concentración de calcio en el LFK.	104

40. TCA constituido en su mayoría por hGrl.	105
41. TCA constituido en su mayoría por hGrb + hGrl.	106
42. Formación de la hidrogrosularita hGrs y presencia de monocarbonatos.	106
43. Formación de la hidrogrosularita hGrk y presencia de monocarbonatos.	107
44. Efecto de la relación LTR/TCA en la concentración de calcio del LFK.	108
45. Comportamiento de la velocidad de filtración con respecto al flujo de alimentación.	109
46. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1) en la concentración de calcio del LFK.	112
47. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 60/1) en la concentración de calcio del LFK.	112
48. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1) en la concentración de calcio del LFK.	113
49. Efecto de la alimentación LTR/SLC = 2.5/1 en la concentración de sólidos del TCA.	115
50. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, filtración LTR/TCA = 50/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.	116
a) Cal Colombiana	116
b) Cal de Guatemala 6 mm	116
c) Cal de Guatemala 4 mm	116
51. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, filtración LTR/TCA = 60/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.	117
a) Cal Colombiana	117
b) Cal de Guatemala 6 mm	117
c) Cal de Guatemala 4 mm	117

52. Efecto de la alimentación LTR/SLC = 3/1 en la concentración de sólidos del TCA.	118
53. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, filtración LTR/TCA = 60/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.	119
a) Cal Colombiana	119
b) Cal de Guatemala 6 mm	119
c) Cal de Guatemala 4 mm	119
54. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Colombiana.	122
55. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Guatemala 6 mm.	122
56. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Guatemala 4 mm.	123
57. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Colombiana.	124
58. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal de Guatemala 4 y 6 mm.	124
59. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 50/1.	126
a) Cal Colombiana	126
b) Cal de Guatemala 6 mm	126
c) Cal de Guatemala 4 mm	127
60. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 60/1.	127
a) Cal Colombiana	127
b) Cal de Guatemala 6 mm	127
c) Cal de Guatemala 4 mm	128

61. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación $\text{LTR}/\text{SLC} = 3/1$ y $\text{LTR}/\text{TCA} = 60/1$.	129
a) Cal Colombiana	129
b) Cal de Guatemala 6 mm	129
c) Cal de Guatemala 4 mm	130
62. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal Colombiana.	131
63. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal de Guatemala 6 mm.	132
64. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal de Guatemala 4 mm.	133
65. Comportamiento de la velocidad de sedimentación para los tres tipos de cal utilizadas en el laboratorio.	135
a) Cal Colombiana	135
b) Cal de Guatemala 6 mm	135
c) Cal de Guatemala 4 mm	136
66. TCA formado a partir de la cal Colombiana, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.	139
67. TCA formado a partir de la cal Colombiana, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.	139
68. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 6 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.	140
69. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 6 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.	140
70. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 4 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.	141
71. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 4 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.	141
72. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Colombiana.	142

73. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Guatemala 6 mm.	143
74. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Guatemala 4 mm.	143
75. Velocidad de filtración vs volumen filtrado para los diferentes tipos de cal.	145
a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 0 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	145
b) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.	145
c) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	146
d) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.	146
e) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	146
f) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.	147
g) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	147
h) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 0 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	147
i) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	148
j) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	148
k) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.	148

76. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana.	160
a) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	160
b) Concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	161
c) Concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	162
d) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1	163
e) Concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l y LTR/SLC = 3/1	164
77. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 6 mm.	165
a) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	165
b) Concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	166
c) Concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	167
d) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1	168
e) Concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l y LTR/SLC = 3/1	169
78. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm.	170
a) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	170
b) Concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	171
c) Concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1	172
d) Concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1	173
e) Concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l y LTR/SLC = 3/1	174
79. TCA1 de planta con formación de hidrogrosularia hGrb y hGrl.	175
80. TCA2 de planta con formación de hidrogrosularia hGrb y hGrl.	176
81. TCA1 de planta con formación de monocarbonato.	177
82. TCA2 de planta con formación de monocarbonato.	178

www.bdigital.ula.ve

RESUMEN

Desde hace muchos años la alúmina se produce a través del proceso BAYER, en el cual se parte inicialmente de bauxita como materia prima, la cual se digesta en una solución de aluminato de sodio para producir una suspensión que luego se clarifica para separar el licor y la mayor cantidad de sólidos. Las impurezas (**especialmente el calcio**) y sólidos restantes en el licor turbio de rebose (LTR) son removidos en la etapa de **“Filtración de seguridad”**, utilizando aluminato tricálcico (TCA) como ayudante en la filtración.

En la actualidad C.V.G-BAUXILUM planta productora de alúmina, ha tenido que importar cal, que es una de las materias primas para preparar TCA; lo que ha generado problemas en la etapa de filtración por la alta concentración de calcio en el producto final.

En el presente trabajo se desarrolló una serie de experimentos para evaluar los diferentes tipos de cal (cal Colombiana, cal de Guatemala 4 y 6 mm) utilizadas para preparar la suspensión de lechada de cal (SLC). De las cuales mostró mejor comportamiento la cal Colombiana en todas las variables estudiadas, mientras que la cal de Guatemala 4 y 6 mm no presentó un resultado satisfactorio, lo que permite indicar que no es una materia prima apropiada para ser utilizada en esta planta de alúmina.

Se estudió la influencia de variables como: concentración de sólidos en la SLC y en el TCA, temperatura de la SLC y de reacción del coadyuvante, estequiometría de la reacción del TCA, velocidad de sedimentación, propiedades mineralógicas y relación química ($\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$) del ayudante, en el sistema SLC-LTR-TCA, pudiéndose establecer las condiciones más óptimas para el sistema al utilizar cal Colombiana, las cuales son: temperatura de la SLC: 70 °C, temperatura de reacción para el TCA: > 95 °C, tiempo de residencia: 1 h, concentración de sólidos en la SLC: 170 g/l, concentración de sólidos en el TCA: 48 g/l, estequiometría de la reacción: 0.4, velocidad de sedimentación del TCA: > 80%, relaciones de alimentación (LTR/SLC): 2.5/1 y filtración (LTR/TCA): 60/1, % de hidrogrosularia (hGrb y hGrl) en el TCA: > 97 % y relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$: 1.2. Con todas las condiciones anteriores se puede obtener un TCA de características adecuadas para incrementar la eficiencia en el sistema SLC-LTR-TCA y de esta manera obtener una concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK) < 0.020 g/l.

www.bdigital.ula.ve

1. INTRODUCCIÓN

El proceso químico utilizado para la obtención de alúmina contenida en el mineral de la bauxita, es el proceso BAYER, el cual fue desarrollado en Australia por Karl J. BAYER en 1888. Este proceso en **C.V.G-BAUXILUM planta**, se divide en Lado Rojo y en Lado Blanco, los cuales están conformados por áreas según la función a realizar. Previo al inicio del proceso, las materias primas (bauxita, soda cáustica y cal) se reciben en el muelle de C.V.G-BAUXILUM planta. Su producción anual se encuentra alrededor de 2 millones de toneladas, de las cuales el 70% se destina al mercado nacional y el 30% restante es para exportación.

La alúmina es un producto de alto consumo industrial (se emplea para elaborar refractarios, catalizadores, abrasivos, aluminio entre otros productos), por ejemplo las empresas venezolanas como VENALUM y ALCASA necesitan grandes cantidades para fabricar aluminio primario, por tal motivo se requiere una producción significativa que satisfaga la demanda tanto nacional como internacionalmente. Por supuesto no solo se trata de cumplir con la cantidad requerida por el mercado, sino también de obtener a su vez una alúmina que cumpla con las especificaciones solicitadas por los clientes para su posterior utilización.

Rosenberg, S. y Wilson, D. [1], indican que muchas refinerías de alúmina, digestan la bauxita en una solución cáustica bajo condiciones de temperatura y presión elevadas, luego estas suspensiones producidas en la solución de aluminato de sodio son clarificadas para producir un licor libre de sólidos y un lodo sedimentado que subsecuentemente se lava y descarta.

La técnica corriente para clarificar el lodo consiste en decantar el licor de manera que los sólidos se queden en el fondo. La separación del lodo de los licores concentrados se ayuda con la adición de floculantes al licor fresco o licor preñado; (en C.V.G-BAUXILUM planta denominado **Licor Madre**) para liberarlo de los sólidos suspendidos. Los sólidos que no son removidos en el licor decantado se clarifican por filtración, típicamente por filtros a presión [1].

El comportamiento de los filtros a presión, depende de la velocidad de filtración, claridad del filtrado y tiempo del ciclo del filtro, parámetros que a su vez son influenciados por muchos factores, entre ellos la calidad y cantidad del **Aluminato Tricálcico (TCA)**, un ayudante de filtración utilizado en esta operación para remover los sólidos suspendidos en el licor turbio de rebose (LTR) [2]. El medio donde se filtra es un factor importante para lograr una operación adecuada, es por ello que se trata de hacer un medio lo suficientemente bueno para retener la mayor cantidad de impurezas, en el caso de C.V.G-BAUXILUM planta se constituye de una fina capa de TCA y lodo rojo (depositado), soportados generalmente sobre una tela de polipropileno [3].

El TCA, es un coadyuvante cuya función es evitar el taponamiento en un tiempo muy corto de los poros del medio filtrante, así como también presentar una resistencia mecánica suficiente y una gran energía superficial específica, originando menos punto de contacto entre las partículas [4].

En un proceso de filtración las partículas suspendidas en un fluido, ya sea líquido o gas, se separan mecánica o físicamente usando un medio poroso que retiene las partículas en forma de fase separada y permite el paso del filtrado sin sólidos. La alimentación o suspensión de entrada puede contener una gran carga de partículas sólidas o una proporción baja. Cuando la concentración es mínima los filtros operan a tiempos muy largos, antes de que sea necesario limpiar el medio filtrante [5].

En el caso de la industria BAYER, la llamada "**Filtración de Seguridad**" garantiza que el licor preñado (o madre) se libere de las partículas de lodo y de impurezas como el calcio, que contaminan el producto final de alúmina [1]. Esta área también trabaja como una barrera que evita que grandes cantidades de lodo pasen a la etapa de precipitación, dado el caso de que se presenten problemas operacionales en el proceso de clarificación y dejen pasar lodo en el rebose [6]. En la actualidad C.V.G-BAUXILUM planta ha tenido que importar cal debido a problemas con su proveedor principal, este cambio de materia prima en el proceso BAYER afecta a la etapa de filtración la cual es la fase final de purificación del licor que será convertido en alúmina.

2. GENERALIDADES

2.1 Planteamiento del problema.

El calcio que es uno de los estándares de calidad del licor presenta desviación con respecto al valor de referencia (**0.020 g/l**) como consecuencia del cambio en la cal, perjudicando de esta manera el producto final; por esta razón surge la necesidad de estudiar a nivel de laboratorio todos los parámetros involucrados en el sistema SLC-LTR-TCA, para lograr establecer los valores y materia prima (cal) óptimos, que permitan incrementar la eficiencia y contribuyan a mejorar las características del licor filtrado Kelly (LFK), para obtener una alúmina de mayor pureza, al emplear los diferentes tipos de cal.

Por lo tanto se evaluarán parámetros como: tipo de cal, concentración de sólidos en la suspensión de lechada de cal (SLC) y en el TCA, temperatura de reacción para producir el TCA, temperatura de la SLC, estequiometría de los reactivos (LTR y SLC) involucrados en la producción del ayudante de filtración, velocidad de sedimentación, propiedades mineralógicas y composición química del TCA, y su efecto en la concentración de impurezas (calcio principalmente) del LFK, así como los efectos del coadyuvante en la hidráulica, con la finalidad de optimizar el sistema SLC-LTR-TCA para lograr una mayor eficiencia en la etapa de filtración y de este modo obtener una alúmina de grado metalúrgico que cumpla con las especificaciones exigidas por el mercado (calcio < 0.020 g/l).

2.2 Objetivo general.

Optimizar el sistema Suspensión de Lechada de Cal-Licor Turbio de Rebose-Aluminato Tricálcico a escala laboratorio para reducir la concentración de calcio en el Licor Filtrado Kelly del proceso BAYER en C.V.G-BAUXILUM planta.

2.3 Objetivos específicos.

- Revisar bibliografía.
- Describir las propiedades químicas, mineralógicas y parámetros de operación presentes en el sistema SLC-LTR-TCA.
- Analizar las propiedades químicas, mineralógicas y parámetros de operación presentes en el sistema SCL-LTR-TCA, en función del proceso real.
- Proponer las condiciones para mejorar el sistema SLC-LTR-TCA en C.V.G-BAUXILUM planta.
- Establecer las condiciones óptimas, a nivel de laboratorio, y compararlas con las condiciones actuales a nivel de planta.

www.bdigital.ula.ve

3. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

3.1 PROCESO BAYER

Anteriormente la alúmina se producía por el procedimiento de Le Chatelier, el cual consistía en mezclar la bauxita con carbonato sódico, esta mezcla se sometía a calcinación en un horno entre 1000-1100 °C (proceso pirogénico) y como producto se obtenía aluminato sódico, que era lixiviado a 80 °C consiguiéndose una solución de aluminio de la que se precipitaba alúmina por medio de dióxido de carbono; el problema de este procedimiento es que aparte de obtener aluminato sódico, también se producían otras impurezas como silicatos y titanato en el hidrato [7].

Poco tiempo después Karl J. Bayer patenta un proceso para la obtención de la alúmina, cuyas bases se mantienen en la actualidad, ya que hoy en día sigue siendo el más económico para la extracción de Al_2O_3 [7].

La empresa C.V.G-BAUXILUM planta aplica el proceso Bayer (figura 1), para transformar el mineral bauxita (rico en óxido de hierro e hidratos de aluminio) en alúmina de grado metalúrgico. La bauxita se digesta (Ver Tabla 3) en una solución de NaOH a una temperatura alrededor de 140 °C y una presión de 4 atm, respecto a la presión atmosférica. El residuo insoluble es separado por un proceso de decantación y filtración. La solución con alto contenido en aluminato de sodio (NaAlO_2) y libre de contaminantes es enviada al área de precipitación, en donde se le agregan cristales de hidróxido de aluminio, generalmente fino y en cantidad controlada para conseguir de esta manera el tamaño de partícula deseado. Después, el NaAlO_2 es lavado y se somete a secado y calcinación para obtener el producto final.

El proceso BAYER comprende dos grandes áreas que son: **Lado Rojo** y **Lado Blanco** que a su vez se subdividen en otras áreas constituidas según la función a realizar.

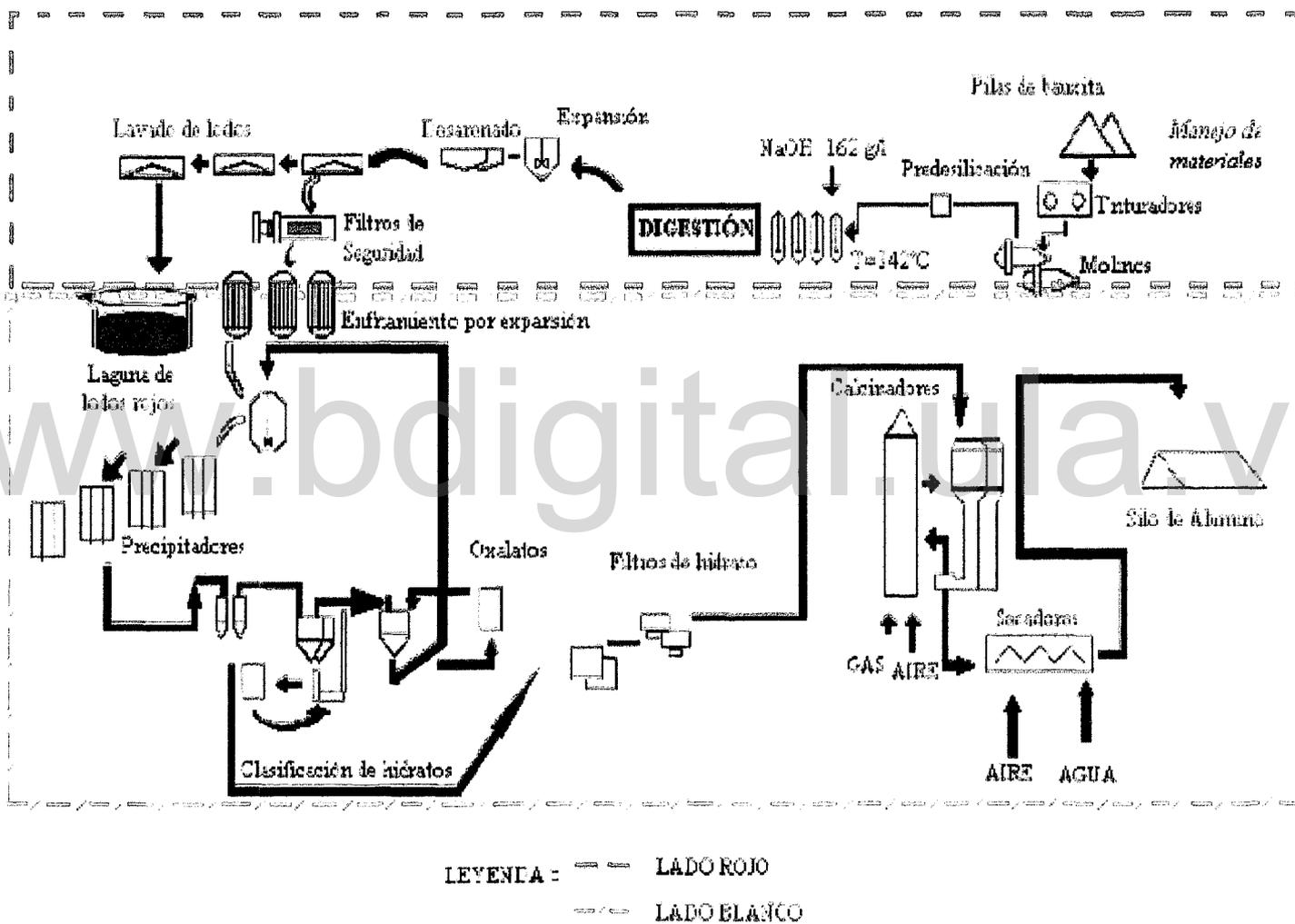


Figura 1. Proceso de obtención de alúmina de C.V.G-BAUXILUM planta.

3.1.1 Lado Rojo: Esta primera etapa del proceso (Ver Tabla 1) involucra todas aquellas áreas que manejan el material con alto contenido de óxido férrico y por ello la coloración rojiza del licor, el objetivo fundamental del lado rojo es extraer la alúmina contenida en la bauxita.

Tabla 1. Lado rojo. Proceso BAYER [3], [6].

Nombre del proceso	Área	Descripción
Trituración y molienda	32	El objetivo de esta área de trituración y molienda es reducir el mineral bauxita desde un tamaño de 150 mm hasta un tamaño óptimo que garantice la disolución total de la alúmina durante la digestión y lograr una concentración de sólidos en la suspensión (SBM) de 1050 g/l con un porcentaje granulométrico de 80% menor o igual a 300 micrones.
Predesilicación	31	Del área de trituración y molienda la suspensión o pulpa pasa al área de predesilicación (Ver reacciones 1 y 2 de la Tabla 3), donde permanece el tiempo necesario (10-12 horas) para generar la cantidad suficiente de semilla en la suspensión de bauxita antes de la etapa de digestión y así acelerar el proceso de precipitación de la sílice reactiva y lograr que los valores disueltos en el licor sean adecuados.
Digestión	33	En digestión el objetivo es disolver con soda cáustica (NaOH) toda la alúmina (Al_2O_3) contenida en la bauxita molida (Ver reacciones 3 y 4 de la Tabla 3), formando una solución enriquecida de aluminato de sodio, llamada también licor madre (LMD) [6], así como disminuir la concentración de la suspensión de digestión (SDI) hasta 135 g/l. La reacción de disolución de alúmina con licor fuerte, requiere altas de temperaturas (140°C).

Tabla 1. Lado rojo. Proceso BAYER (continuación).

Nombre del proceso	Área	Descripción
Desarenado	34	El objetivo de esta área es separar las partículas del efluente que proviene del área de digestión, con el fin de evitar su deposición en los precipitadores que podrían causar obstrucción a los rastrillos
Clarificación y lavado	35	Los objetivos de esta área son: <ul style="list-style-type: none"> • Sedimentar las partículas finas de lodo rojo presentes en la suspensión desarenada (SDD). • Lavar la suspensión de lodo rojo (SLR) para recuperar cáustica y alúmina. • Producir licor débil (LCD).
Caustificación de carbonatos	36	La función de esta área es disminuir la concentración de carbonatos en la corriente de rebose procedente de los lavadores y en el licor sobrenadante (LSN) proveniente de las lagunas de desecho, y aumentar la causticidad del licor de planta.
Preparación de lechada de cal	37	Es un área de servicio de gran importancia para el proceso productivo C.V.G-Bauxilum-planta. Tiene como objetivo garantizar la alimentación de lechada de cal (Ver reacción 5 de la Tabla 3) a las áreas de trituración y molienda, filtración de seguridad y caustificación de carbonatos.
Filtración de seguridad	38	En esta etapa del proceso se busca retener la cantidad de sólidos (lodo muy fino) que no sedimentaron en los espesadores y lograr que el LFK tenga un contenido de hierro < 1 mg/l, calcio < 0.020 g/l y sólidos < 20 mg/l, antes de entrar al área de precipitación.
Patio de tanques de ácido	48	Áreas de servicio para el proceso
Preparación de floculantes	49	
Sistema de generación de vapor	61	
Patio de soda cáustica fresca	73	

Tabla 1. Lado rojo. Proceso BAYER (continuación).

Nombre del proceso	Área	Descripción
Manejo de lodo rojo	75	Esta es un área que fue modificada para detener el aumento del nivel de los líquidos en las lagunas de lodo rojo, manteniendo a su vez una adecuada purga de impurezas.

3.1.2 Lado Blanco: En esta parte del proceso se encuentran las áreas donde se maneja un alto contenido de aluminatos y por supuesto donde se obtiene el producto final (Ver Tabla 2). El objetivo de esta sección de la planta es separar el licor cáustico y la alúmina, que luego es calcinada, para lograr la característica específica y requerida por el mercado.

Tabla 2. Lado blanco. Proceso BAYER [3].

Nombre del proceso	Área	Descripción
Enfriamiento por expansión instantánea	39	Tiene como objetivo disminuir la temperatura del licor madre de 100 hasta 72 °C para adecuar las condiciones de precipitación del hidrato de alúmina, a través de cinco tanques de expansión que trabajan a vacío.
Precipitación	41	Sus objetivos son: producir partículas sólidas de hidrato de alúmina por cristalización del licor madre con la generación simultánea de licor agotado; producir una cantidad razonable de hidrato con una distribución de tamaño de partículas adecuadas para ser calcinado como la alúmina de grado metalúrgico; generar una cantidad suficiente de semillas de hidrato para mantener el continuo proceso de precipitación.
Clasificación de hidrato	42	El objetivo de esta área es separar los cristales de hidrato en las categorías de producto "semilla fina gruesa" y "semilla fina fina" que serán cargadas al área de precipitación, la semilla gruesa se alimenta a la etapa de crecimiento de hidrato.

Tabla 2. Lado blanco. Proceso BAYER (continuación).

Nombre del proceso	Área	Descripción
Patio de licor	43	Área de servicio para el proceso
Filtración del producto	44	La finalidad de esta parte del proceso es remover de la torta de hidrato de alúmina la mayor cantidad de soda cáustica y disminuir la humedad para beneficiar térmicamente la operación de los calcinadores.
Calcinación	45	La última etapa del proceso Bayer tiene como función producir alúmina para uso metalúrgico a partir del hidrato procedente de la filtración de producto, a través de un sistema fluidizado con aire y gas natural.
Evaporación	46	La finalidad de esta área es remover la máxima cantidad de agua que entra al ciclo de licor y obtener así un licor de mayor concentración cáustica .
Patio de tanques de agua de condensado	47	Área de servicio para el proceso
Lavado de oxalatos	55	Las funciones de esta área son: Deslicoralizar la semilla fina mediante un proceso de filtración. Reactivar la semilla fina mediante la disminución de oxalatos presentes sobre la superficie de los cristales que impiden el crecimiento del cristal y provocan la formación de finos.
Filtración de semilla gruesa	58	La finalidad del área es: Deslicoralizar la semilla gruesa proveniente del área 42 y descargarla a la etapa de crecimiento (área 41) resuspendida con suspensión proveniente del último aglomerador. El hidrato producto se vuelve a suspender y se alimenta al área de filtración producto.

Tabla 2. Lado blanco. Proceso BAYER (continuación).

Nombre del proceso	Área	Descripción
Torre de enfriamiento agua para calderas	65	Áreas de servicio para el proceso
Planta de tratamiento de agua para calderas	66	
Manejo de almacenamiento de alúmina	77	Almacenamiento del producto final
Sistema de agua de enfriamiento	84	Área de servicio para el proceso

Tabla 3. Reacciones involucradas en el proceso BAYER [3], [6].

Predesilicación	Disolución de la sílice reactiva $Al_2O_3 * 2SiO_2 * H_2O \leftrightarrow Al_2O_3 * 2SiO_2 + 2H_2O$ (1)
	Precipitación de la sodalita $Al_2O_3 * 2SiO_2 + H_2O + 2NaOH \leftrightarrow Na_2O * Al_2O_3 * 2SiO_2 + 2H_2O$ (2)
Digestión	Formación del aluminato de sodio $Al_2O_3 * 3H_2O + 2NaOH \leftrightarrow 2NaAlO_2 + 4H_2O$ (3)
	$Al_2O_3 * 2H_2O + 2NaOH \leftrightarrow 2NaAlO_2 + 3H_2O$ (4)
Preparación de la lechada de cal	$CaO + H_2O \leftrightarrow Ca(OH)_2$ (5)
Filtración de seguridad	Formación del aluminato de tricálcico $3CaO + 2NaAlO_2 + 7H_2O \rightarrow 3CaO * Al_2O_3 * 6H_2O + 2NaOH$ (6)
	$3Ca(OH)_2 + 2NaAlO_2 + 4H_2O \rightarrow 3CaO * Al_2O_3 * 6H_2O + 2NaOH$ (7)

Después de haber descrito de manera general cada etapa involucrada en el proceso BAYER para la obtención de alúmina, se ofrece mayor detalle del sistema SLC-LTR-TCA en la etapa de Filtración, que es el área de interés en esta investigación.

3.2 SISTEMA SLC-LTR-TCA

El licor turbio de rebose (LTR) proveniente de los espesadores del área de clarificación y lavado de lodo rojo, todavía contiene pequeñas partículas de lodo e impurezas que deben ser removidas para evitar la contaminación del producto en la etapa de precipitación, que es la encargada de producir cristales de trihidrato de alúmina, que posteriormente se calcinarán como alúmina de grado metalúrgico. Por esta razón es

importante purificar el LTR en el área de filtración, para lograr producir unos cristales de tamaño adecuado y por supuesto un producto final con las características requeridas.

El sistema SLC-LTR-TCA (figura 2) es el responsable de la eficiencia en la etapa de filtración, porque involucra dos compuestos químicos como son: la suspensión de lechada de cal (SLC) y el aluminato tricálcico (TCA) (Ver reacciones 5 y 7 de la **Tabla 3**), quienes junto a los filtros Kelly son los encargados de eliminar del LTR la mayor cantidad de impurezas. Es importante señalar que el licor filtrado Kelly (LFK) debe cumplir con los estándares establecidos para no perjudicar las etapas posteriores del proceso.

Actualmente en C.V.G-BAUXILUM planta, la concentración de calcio que es una de las principales impurezas a eliminar, se encuentra desviada del valor de referencia (0.020 g/l) por deficiencias en el área de filtración, por tal motivo esta investigación se enfoca en las variables que puedan estar perjudicando al sistema SLC-LTR-TCA [4].

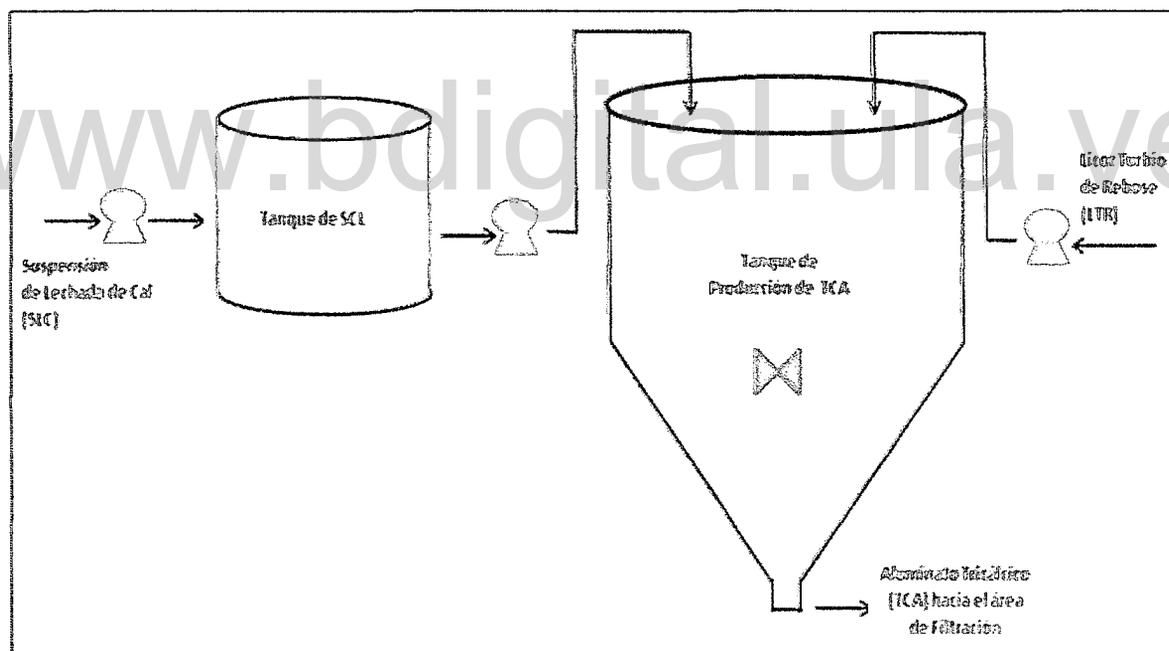


Figura 2. Esquema del sistema SLC-LTR-TCA de C.V.G-BAUXILUM planta.

A continuación se definirán algunos términos necesarios para comprender todo lo relacionado al mecanismo de filtración.

3.2.1 Filtración

Se define como la separación de sólidos de un gas o un líquido a través de un medio poroso (figura 3); las partículas sólidas son atrapadas dentro de los poros de la membrana y se acumulan en una capa sobre su superficie [8]. El fluido, que puede ser gas o líquido, pasa por el lecho de sólidos o por la membrana de retención [9].

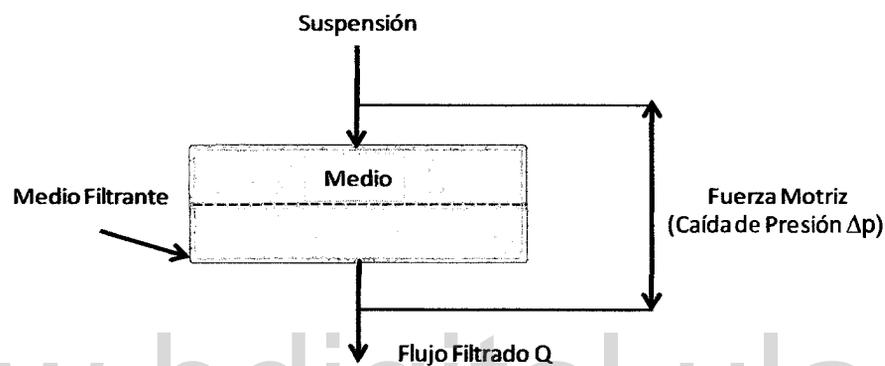


Figura 3. Esquema de un sistema de filtración [8].

La filtración es una de las aplicaciones más comunes del flujo de fluidos a través de lechos empacados. La forma como se lleva a cabo en la industria, resulta exactamente análoga a las filtraciones que se verifican en el laboratorio, usando papel filtro en un embudo, el objetivo que se persigue es la separación del sólido del fluido en el cual se transporta [9].

En esta operación unitaria se establece una diferencia de presión, lo que hace que el fluido circule a través de poros pequeños que impiden el paso de las partículas sólidas, las que a su vez se acumulan sobre la tela como torta porosa [5].

La diferencia de presión (Δp), se da por la presencia de tres tipos de fuerzas que pueden ser [8]:

- ❖ Gravedad

- ✧ Presión o vacío
- ✧ Centrifuga

Básicamente existen dos tipos de filtración usados en la práctica que son: **filtros de superficie** usados para filtrar sólidos que se depositan en forma de torta, aguas arriba de un medio filtrante (figura 4), mientras que los **filtros de profundidad** son usados para filtraciones de lecho profundo donde la deposición toma lugar dentro del medio, en este caso la deposición de la torta en la superficie es indeseable [8]. En esta investigación la filtración se lleva a cabo en un filtro de superficie tipo Kelly [9].

En un filtro de superficie, el medio filtrante tiene una presión inicial relativamente baja y como puede observarse en la figura 4, las partículas de igual tamaño o más grandes que la abertura de los poros, crean pequeños pasajes que remueven las partículas pequeñas del fluido, formándose así una torta que cumple la función de un medio para la filtración de la subsecuente suspensión entrante [8].

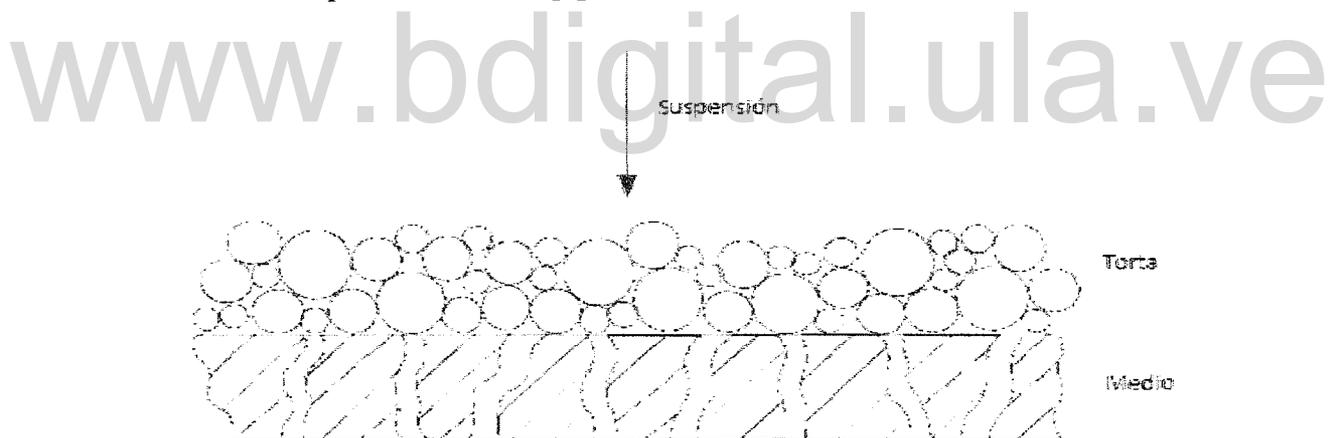


Figura 4. Mecanismo de la torta de filtración en los filtros de superficie [8].

Los detalles mecánicos del equipo, especialmente los canales y el soporte del medio, influyen en la manera en que se forma la torta y en la facilidad con la que puede separarse. Es interesante conseguir una estructura uniforme para poder efectuar un buen lavado, ya que las tortas formadas por partículas de tamaños y formas muy diversas

presentan problemas; en general las tortas filtrantes son de estructura compleja y no pueden considerarse realmente compuestas por partículas rígidas y no deformables [10].

En todos los equipos de separación, las principales características son: la relación entre la velocidad de flujo – caída de presión y otros comportamientos como eficiencia de separación. En la filtración sin embargo, estas relaciones son más complejas ya que se presentan muchas variables y factores (espesor de la torta, masa de la torta por unidad de área, resistencia específica de la torta entre otros) que influyen en el proceso en gran medida [8].

3.2.2 Tipos de Tortas

3.2.2.1 Tortas incompresibles: Las tortas denominadas "incompresibles" son aquellas formadas por partículas sólidas, rígidas e indeformables, donde la resistencia es independiente de la presión y no varía con la profundidad de la torta.

Ejemplos de este tipo de tortas son las formadas por las sustancias duras y granulares, como el azúcar y los cristales de sal, que se ven muy poco afectadas por la presión (la velocidad es independiente de la presión).

3.2.2.2 Tortas compresibles: Una torta compuesta por partículas sólidas, flexibles y deformables, blandas y floculentas, tienen una resistencia al flujo que depende de la caída de presión y varía a lo largo de todo el espesor de la torta, siendo mayor cerca del medio filtrante; a estas tortas se le denominan "Compresibles".

Las ecuaciones que se utilizan para calcular las diferentes variables en la filtración se presentan a continuación para los dos tipos de tortas.

3.2.3 Ecuaciones para Tortas Incompresibles

En una suspensión se presentan dos tipos de resistencias en serie, las cuales son la resistencia del medio (R) que se puede asumir constante y la resistencia de la torta (R_c), que se incrementa con el tiempo, en un proceso de filtración a presión constante la ecuación que lo representa es la siguiente [8]:

$$Q = \frac{A * \Delta p}{\mu * (R + R_c)} \quad (1)$$

Donde Q es la velocidad de flujo de filtrado, μ viscosidad de flujo de filtrado, A es el área de filtrado y Δp es la caída de presión.

En la práctica sin embargo la suposición de que la resistencia del medio es constante, pocas veces es verdad debido a que alguna penetración o bloqueo inevitablemente ocurre cuando las partículas invaden al medio [8].

Como la resistencia de la torta puede ser asumida directamente proporcional a la cantidad de torta depositada (solo para tortas incompresibles) se puede decir que:

$$R_c = \alpha * w \quad (2)$$

Donde w es la masa de la torta depositada por unidad de área (kg/m^2 en unidades SI) y α es la resistencia específica de la torta (en m/kg en unidades SI).

Partiendo de la ecuación 1 y realizando la siguiente sustitución:

$$w(t) = c * \frac{V}{A} \quad (3)$$

Donde c es la concentración de los sólidos en la suspensión (kg/m^3), V es el volumen filtrado en el tiempo, A es el área de filtrado y w es la masa de la torta depositada por unidad de área. **La ecuación general de filtración es entonces:**

$$Q = \frac{\Delta p * A}{\alpha * \mu * c * (V/A) + \mu * R} \quad (4)$$

Como el caudal total es una diferencial de la velocidad con respecto al tiempo, se puede expresar de la siguiente manera:

$$Q = \frac{dV}{dt} \quad (5)$$

La ecuación 4 puede reescribirse de una manera más conveniente como:

$$\frac{dt}{dV} = \alpha^* \mu^* c^* \frac{V}{A^2 * \Delta p} + \frac{\mu^* R}{A^* \Delta p} \quad (6)$$

Por simplicidad matemática en la ecuación final se definen dos constantes:

$$a_1 = \alpha^* \mu^* c^* \quad (7)$$

$$b_1 = \mu^* R \quad (8)$$

Sustituyendo en la ecuación 6 las constantes, la expresión final queda de la siguiente manera:

$$\frac{dt}{dV} = a_1 * \frac{V}{A^2 * \Delta p} + b_1 * \frac{1}{A^* \Delta p} \quad (9)$$

3.2.3.1 Casos que se Presentan en las Tortas Incompresibles

a) Filtración a presión constante

Integrando la ecuación 9:

$$\int_{t_s}^t dt = \frac{a_1}{A^2 * \Delta p} * \int_{V_s}^V V dV + \frac{b_1}{A^* \Delta p} * \int_{V_s}^V dV \quad (10)$$

Se obtiene:

$$t = a_1 * \frac{V^2}{2 * A^2 * \Delta p} + b_1 * \frac{V}{A^* \Delta p} \quad (11)$$

$$\frac{t - t_s}{V - V_s} = \frac{a_1}{2 * A^2 * \Delta p} * (V + V_s) + \frac{b_1}{A^* \Delta p} \quad (12)$$

Donde Vs y ts, son los puntos iniciales del volumen y el tiempo.

b) Filtración a velocidad constante

Partiendo de la ecuación 4, manteniendo Q constante y variando Δp la ecuación queda expresada:

$$Q = \frac{\Delta p(t) * A}{\alpha * \mu * c * (V(t) / A) + \mu * R} \quad (13)$$

Donde V es simplemente:

$$V = Q * t \quad (14)$$

Sustituyendo y despejando Δp se obtiene:

$$\Delta p = \alpha * \mu * c * \frac{Q^2}{A^2} * t + \mu * R * \frac{Q}{A} \quad (15)$$

Colocándola en función de las constantes a_1 y b_1 se tiene:

$$\Delta p = a_1 * \frac{Q^2}{A^2} * t + b_1 * \frac{Q}{A} \quad (16)$$

Y sustituyendo a Q por:

$$v = \frac{Q}{A} \quad (17)$$

La ecuación 15 queda finalmente:

$$\Delta p = a_1 * v^2 * t + b_1 * v \quad (18)$$

c) Filtración a velocidad constante seguido de una presión de operación constante

En este caso como el comportamiento no es lineal se trabaja de la siguiente forma:

$$\Delta p = a_1 * v^2 * t + b_1 * v \quad \text{Para } t < t_s \quad (19)$$

$$\Delta p = \Delta p_s = \text{constante} \quad \text{Para } t \geq t_s \quad (20)$$

Luego a presión constante:

$$V = Q_1 * t \quad \text{Para } V \leq V_s \quad (21)$$

$$\frac{t - t_s}{V - V_s} = \frac{a_1}{2 * A^2 * \Delta p} * (V + V_s) + \frac{b_1}{A * \Delta p} \quad \text{Para } V > V_s \quad (22)$$

d) Filtración a velocidad y presión de operación variables

La ecuación 4 puede escribirse de la siguiente manera:

$$V = \frac{A}{\alpha * \mu * c} * \left(\frac{\Delta p A}{Q} - \mu R \right) \quad (23)$$

3.2.4 Ecuaciones para Tortas Compresibles

En las tortas compresibles se trata de usar el concepto del promedio de la resistencia de la torta (α_{av}) el cual se define de la siguiente forma [8]:

$$\frac{1}{\alpha_{av}} = \frac{1}{\Delta p_c} \int_0^{\Delta p_c} \frac{d(\Delta p_c)}{\alpha} \quad (24)$$

Donde $\alpha = f(\Delta p_c)$. Una forma empírica para determinar esta resistencia de la torta es utilizar la siguiente ecuación (funciona en un rango de presión limitado):

$$\alpha = \alpha_o * (\Delta p_c)^n \quad (25)$$

α_o es la resistencia de la torta a una compresión cero y n es un índice de compresibilidad (igual a cero para sustancias incompresibles) obtenido de manera experimental. Utilizando la ecuación 25, la resistencia α_{av} puede ser (de la ec. 24):

$$\alpha_{av} = (1 - n) * \alpha_o * (\Delta p_c)^n \quad (26)$$

Una solución analítica que satisface las ecuaciones anteriores, a la caída de presión a través de la torta (Δp_c) y la caída de presión a través del medio (Δp_m) para las tortas compresibles es la siguiente:

$$\Delta p = \Delta p_c + \Delta p_m \quad (27)$$

Donde:

$$\Delta p_m = \frac{\mu^* R^* Q}{A} \quad (28)$$

$$\Delta p_c = \frac{\alpha_{av}^* \mu^* c^* V^* Q}{A^2} \quad (29)$$

Sustituyendo la ecuación 26 en la 29 la expresión de Δp_c queda:

$$\frac{\mu^* c^* V^* Q}{A^2} = \frac{(\Delta p_c)^{1-n}}{(1-n)^* \alpha \omega} \quad (30)$$

3.2.4.1 Casos que se Presentan en las Tortas Compresibles

a) Filtración a presión constante

Esta operación no afecta la compresibilidad y se pueden utilizar las relaciones del apartado 3.2.3.1 (caso a).

b) Filtración a velocidad constante

Sustituyendo la ecuación 14 en la ecuación 30 se obtiene:

$$\frac{\mu^* c^* Q^2 * t}{A^2} = \frac{(\Delta p_c)^{1-n}}{(1-n)^* \alpha \omega} \quad (31)$$

$$(\Delta p_c)^{1-n} = \alpha \omega * (1-n)^* \mu^* c^* \left(\frac{Q}{A} \right)^2 * t \quad (32)$$

c) Filtración a velocidad y presión de operación variables

Este es un caso complicado porque Δp_c , Δp_m , V , Q y t son todas variables. La ecuación 30 puede escribirse (usando la ecuación 27):

$$V = \left(\frac{A^2}{(1-n) * \alpha \omega * \mu * c} \right) * \left(\frac{(\Delta p - \Delta p_m)^{1-n}}{Q} \right) \quad (33)$$

3.2.5 Filtros Kelly

La operación de separación de sólidos con filtros Kelly es muy común en la industria por ofrecer filtración a presión, en un área de filtrado aproximadamente de 397 m². Estos equipos (figura 5) constan de hojas de filtración de doble lado, distribuidas verticalmente en un cilindro hueco a presión [4].

El ciclo de operación de un filtro (C.V.G-BAUXILUM planta) normalmente es de 10 h continuas de servicio, incluso puede llegar hasta 12 h si se mantiene un flujo promedio de salida de 350 m³/h. Los flujos de entrada a los filtros deben garantizar más de 500 m³/h, a una presión de 4 bar y una temperatura de 100 °C aproximadamente. Se realizan lavados cáusticos (cada 3 ciclos) y de ácido (cada 40 ciclos) de ser necesario. La edad promedio de las telas es alrededor de 150 ciclos.

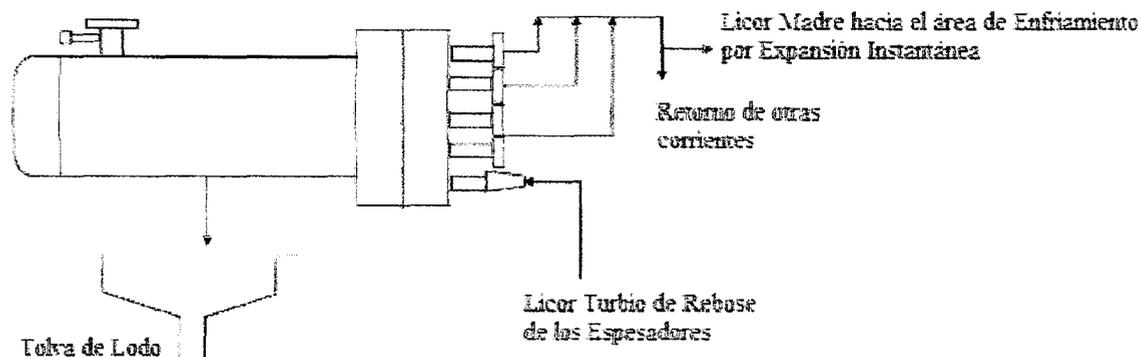


Figura 5. Filtro Kelly (C.V.G-BAUXILUM planta).

3.2.6 Medio Filtrante

La función del medio filtrante es actuar como un soporte para la torta, mientras las capas iniciales de la torta proporcionan el verdadero filtro. El medio filtrante debe ser mecánicamente fuerte, resistente a la acción corrosiva del fluido y debe ofrecer tan poca resistencia como sea posible al flujo de filtrado [10].

Se pueden usar medios filtrantes de tela, papel o metal en forma de malla porosa, los criterios de selección se mencionan anteriormente, desde luego estas consideraciones requieren de una evaluación económica, en donde se elige un medio que cumpla con las normas de filtración requeridas y a su vez contribuya con un mínimo costo en la filtración total [9]. En C.V.G-BAUXILUM planta se utiliza como medio filtrante tela (generalmente de polipropileno).

En la operación, algunos sólidos de la torta del filtro, pueden penetrar el medio filtrante y llenar algunos de los poros. A medida que continúa la filtración, se cree que estas partículas forman puentes a través de los poros y comienza a formarse la torta en la superficie del medio [9].

En casos normales, entre un 5 y 25% del volumen de poros del medio filtrante se llena de sólidos y como resultado, la resistencia al flujo a través del medio se incrementa en forma drástica [9].

3.3 ALUMINATO TRICÁLCICO (TCA)

Un ayudante de filtración es una sustancia que actúa como soporte en conjunto con las telas del filtro para evitar el paso de impurezas (**principalmente calcio**) hacia el producto final, además de evitar que las telas se taponen constantemente por la continua formación de una capa de sólidos.

La variabilidad de la calidad del coadyuvante es una de las muchas razones para velocidades pobres en la filtración (otras pueden ser altas concentraciones de fosfatos y polímero residual dentro del licor de alimentación) [11].

Un ayudante de filtración industrial debe tener ciertas cualidades, siendo la primera y la más importante separar los sólidos de la suspensión y producir un filtrado transparente, no debe obstruir los poros para que la velocidad no sea demasiado lenta y además debe disminuir la resistencia durante el proceso [5].

Adicional a las características expuestas anteriormente, para elegir el coadyuvante también debe tenerse en cuenta lo siguiente:

- Tiene que ser barato.
- Químicamente inerte.
- De un tamaño tal que los canales que forme entre las partículas sea pequeño para que atrape las partículas de lodo, pero no tan pequeño como para limitar el flujo de líquido, o contribuir al taponamiento de las telas [1].

Se elige el TCA en el proceso BAYER como ayudante en la filtración porque cumple con los requisitos ya mencionados, y por otro lado tiene una solubilidad extremadamente baja por lo que su uso no resulta una apreciable contaminación en la corriente del licor. Además este coadyuvante es un compuesto que se mantiene estable en contacto con la solución de aluminato [1].

El ayudante de filtración TCA, se prepara usualmente en el proceso BAYER por reacción de un componente de calcio (CaO o Ca(OH)_2) con una solución de aluminato de sodio (Ver Tabla 3) [12]. En C.V.G-BAUXILUM planta se utiliza Ca(OH)_2 para la obtención del aluminato tricálcico.

Estas reacciones son ideales, ya que las reacciones reales son mucho más complicadas, porque puede haber producción de múltiples aluminatos de calcio hidratados y otros componentes [11].

Fuera de la industria BAYER, el TCA se prepara generalmente por la reacción hidrotérmica de los componentes de calcio con componentes de aluminio (ejemplo: gibbsita (Al(OH)_3)) en ausencia de hidróxido de sodio [12].

Habitualmente, la producción de TCA se realiza en licores concentrados (preñados o agotados), a temperaturas de aproximadamente 100 °C en el **tanque de reacción** (o envejecimiento) [1].

El hidróxido de calcio que es uno de los reactivos para producir TCA, es muy inestable en soluciones de aluminato de sodio (otro de los reactivos) y reacciona rápidamente para formar uno o más miembros de una familia meta-estable, componentes que por lo general forman intermediarios (C_4AH_8), cuya estructura cristalina aún no es muy conocida; lo que se dice de manera general es que sus capas tienen unidades repetidas de composición $[Ca_2Al(OH)_6]^+$ [13].

Al producirse la reacción uno de los primeros productos es el aluminato de calcio de tipo C_4A (la forma más comúnmente conocida es la **hidrocalumita**), formándose rápidamente en la superficie de la partícula de cal [1].

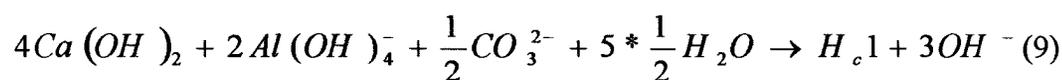
Este aluminato de calcio intermediario es una especie termodinámicamente inestable bajo tales condiciones y posee alta solubilidad, que puede resultar una contaminación de calcio en el alúmina producto (Reacción 8) [1].



Donde H_c0 es $[Ca_2Al(OH)_6]_2 \cdot (OH)_2 \cdot 6H_2O$ (se emplea el término H_c0 para escribir de manera más sencilla la reacción 8) [14].

La hidrocalumita es una especie deseable en la caustificación pero no en la producción del TCA. Este compuesto debe reaccionar con el aluminato y los iones hidróxidos para formar el aluminato tricálcico. Altas concentraciones de aluminatos e hidróxidos y baja concentración de carbonatos, favorecen la formación de TCA [14].

El licor BAYER contiene por lo menos algunos carbonatos, uno de los primeros en generarse es el hemicarbonato, el cual se forma a través de la siguiente reacción:



Donde H_c1 es $[Ca_2 Al(OH)_6]_2 \cdot 1/2 CO_3 \cdot OH \cdot 5 \cdot 1/2 H_2O$ (se emplea el término H_c1 para escribir de manera más sencilla la reacción 9) [14].

El hemicarbonato es menos estable que la especie aluminato-carbonato-calcio y usualmente se convierte en otros compuestos a medida que aumenta la temperatura, esta especie es completamente estable a 20 °C [13].

Dada la baja solubilidad del calcio en el licor Bayer, es razonable asumir que la reacción entre el calcio y el ión aluminato ocurre en la superficie de la partícula, en la disolución del hidróxido de calcio y en la subsecuente re-cristalización del aluminato de calcio [1].

La velocidad a la que ocurre la formación del TCA, es controlada por difusión, la cual se mejora incrementando la agitación y la concentración de aluminato e hidróxido. Esto es inhibido por altas concentraciones de carbonato [13].

Un serio inconveniente al utilizar TCA como ayudante en la filtración es la distribución del tamaño de partícula del coadyuvante, que a menudo es muy amplio y siempre hay una alta proporción de partículas muy finas, lo que da como resultado una velocidad de filtración pobre y una vida útil de la tela del filtro baja, necesiéndose entonces en estos casos un gran número de filtros para alcanzar un flujo adecuado [1].

Además el modo en que actúan las partículas con el fluido es importante sobre todo en las partículas pequeñas (alrededor de 20 μm) ya que por su interacción de fuerzas repulsivas o atractivas pueden tener una contribución significativa en las fuerzas gravitatorias o hidrodinámicas [15].

La preparación del TCA en el proceso Bayer depende muchas veces de la calidad de la materia prima, sin embargo existe un número de factores que complican la preparación del ayudante de filtración [12].

3.3.1 Mineralogía del TCA

El aluminato tricálcico está formado principalmente por un compuesto químico denominado hidrogrosularia (**hGr**), que posee dentro de su fórmula elementos como calcio,

aluminio, iones hidróxidos y óxido de sílice, cuyas cantidades en la composición pueden variar dependiendo del tipo de hidrogrosularia del que se trate.

En la actualidad los tipos de hGr más comunes son los que se presentan en la siguiente tabla:

Tabla 4. Tipos de hidrogrosularias.

Fórmula Química	Tipo de Hidrogrosularia
$\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$	hGra
$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,2}^*[(\text{OH})_4]_{2,8}$	hGrb
$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,3}^*[(\text{OH})_4]_{2,7}$	hGrI
$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,5}^*[(\text{OH})_4]_{2,5}$	hGrk
$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*[(\text{OH})_4]_3$	hGrs

Es importante señalar que las hGra y hGrs, son compuestos intermedios que no deben aparecer en el producto final, a estos se les denomina **hidrogrosularitas** y la diferencia con respecto a una hidrogrosularia (hGrI, hGrb, hGrk), es que no poseen óxido de sílice en su estructura.

Los análisis químicos son considerados como un factor de calidad en la metalurgia, generalmente se realizan por **absorción atómica** y **vía húmeda**. Los resultados dan una composición parcial o total de los elementos y/o algunos compuestos, pero no revelan la mineralogía de la muestra, siendo esta una desventaja porque no permite conocer totalmente la estructura del compuesto.

A través del análisis de **difracción de rayos X**, se puede conocer la composición mineralógica de las especies más abundantes, que no es posible obtener por ninguna otra técnica, en el caso de C.V.G-BAUXILUM planta, el tipo de hidrogrosularia (hGr) se consigue al someter el TCA formado a un análisis por difracción (para conocer los otros compuestos que integran el TCA Ver Tablas 10 y 11 del **Anexo B**).

3.4 FACTORES QUE AFECTAN EL PROCESO DE FILTRACIÓN

La filtración es un proceso que involucra la separación de un sólido insoluble de un fluido (líquido o gas), a través de un medio poroso que retiene el sólido y permite que el fluido pase. Durante este proceso de filtración existen varias causas que afectan esta separación como son: las propiedades del fluido, concentración de sólidos, efecto del tamaño de partícula del coadyuvante, presión de filtración y espesor de la torta.

3.4.1 Propiedades del Fluido

Las propiedades del fluido que más afectan la filtración son: viscosidad, densidad y corrosividad.

En el caso de un incremento en las propiedades tales como la viscosidad y la densidad, la filtración se ve desfavorecida ya que disminuye la velocidad del licor que circula por los filtros [9]; pero esto no ocurre en C.V.G-BAUXILUM planta, porque la temperatura del licor se mantiene dentro de un rango precisamente para evitar la variación de estas propiedades.

La corrosividad también afecta la velocidad de filtración de manera negativa, por ocasionar deterioro en los equipos y por supuesto formar incrustaciones que disminuyen la velocidad del fluido por el filtro.

3.4.2 Concentración de Sólidos

Los cambios de concentración de sólidos en el licor (LTR + TCA), pueden afectar la velocidad de atascamiento del medio. Cuando se presentan disoluciones extremas, los sólidos tienden a tapar con mayor rapidez los poros del medio filtrante.

3.4.3 Tamaño de las Partículas

Un tamaño pequeño de las partículas da como resultado, velocidades más bajas de filtración. Es por ello que en el proceso BAYER se necesita un ayudante de filtración (TCA) que tenga una distribución de tamaño adecuada (**alrededor de 3 micrones**), para no perjudicar la velocidad de filtración y contribuir con la depuración del licor [2].

En el tanque de envejecimiento donde se produce TCA, uno de los requisitos fundamentales para una reacción eficiente, es la condición en la que se encuentran los reactivos. En el caso del licor, se pre-acondiciona por digestión o algún tratamiento químico que de origen a la aglomeración de partículas, para depurarlo en una etapa anterior a la filtración (sedimentación y lavado de lodo rojo), eliminando la mayor cantidad de sólidos que puedan ocasionar reacciones secundarias que solapen la reacción del TCA.

Otro de los reactivos es la suspensión de lechada de cal, cuya característica principal para dar paso a una conversión eficiente es que se encuentre lo más homogénea posible, con una concentración de sólidos adecuada y que el tipo de cal empleada para la preparación de la suspensión disponga de una superficie específica entre 8000 y 58000 cm^2/g [18].

3.4.4 Presión de Filtración

La presión depende de las características del sólido que se filtre; en precipitados gruesos y cristalinos a mayor presión, mayor velocidad de filtración, en cambio en precipitados fangosos, hay una leve disminución.

En los precipitados fangosos la velocidad de filtración aumenta solo levemente, al aumentar la presión. Si la presión que se ejerce es superior a la ejercida por el sólido, se genera una disminución de la velocidad de filtración.

En general, la filtración de sólidos a excepción de los más incompresibles es mejor cuando se utiliza una presión baja al comienzo de la operación, para dar claridad inicial al filtrado y una acumulación rápida de la torta.

3.4.5 Espesor de la Torta

Un factor de gran importancia en este caso es la capacidad del filtro ya que de él depende el ciclo de funcionamiento. La teoría de la filtración demuestra que despreciando la resistencia que ofrece la tela, el gasto medio durante la filtración es inversamente proporcional a la cantidad de torta formada.

La capacidad más elevada de un filtro dado, se da cuando el espesor de la torta es igual a cero. El espesor óptimo de la torta depende de cada proceso en particular, pero se toma en cuenta que una torta delgada, no es fácil de descargar y la importancia del tiempo necesario para lavar el filtro implica altos costos, factores que en la industria son de prioridad minimizar, por ello se selecciona un espesor de torta apreciable.

3.5 FACTORES QUE AFECTAN LA CALIDAD DEL TCA

Entre los principales factores que afectan el tamaño y morfología de las partículas de TCA se encuentran: calidad de la cal y el hidróxido de calcio, características del licor, estequiometría de los reactivos, relación química del TCA, condiciones del tanque de reacción (o **tanque de envejecimiento**), entre otros factores de menor impacto en el proceso [1].

Propiedades primarias de las partículas tales como distribución de tamaño, forma y densidad, junto a las propiedades del líquido (viscosidad, contenido de carbonatos) y también la concentración y estado de dispersión gobiernan propiedades secundarias, como la velocidad de sedimentación de las partículas, la permeabilidad o la resistencia de la torta [16].

3.5.1 Calidad de la Cal y el Hidróxido de Calcio

La cal viva viene de la transformación de la calcita, que es una piedra que está constituida por una mezcla de minerales tales como: carbonato de calcio, carbonato de magnesio, óxido de calcio, sílice, hierro, alúmina y pequeñas cantidades de otros componentes. La estructura del cristal de carbonato de calcio, afecta el grado de calcinación y la resistencia interna de la piedra afectando el tamaño del cristal de CaO [17].

La densidad de la piedra caliza y la estructura cristalina están en alguna forma correlacionadas. La forma del cristal determina los espacios entre los cristales y esto la densidad de la piedra caliza. Los espacios grandes, permiten el acceso fácil de los gases de CO₂ durante la calcinación, pero trae como consecuencia una reducción del volumen durante la calcinación [17].

Para preparar el hidróxido de calcio partiendo de la piedra caliza o carbonato de calcio, primero se convierte en óxido de calcio (CaO) a través de un proceso de calcinación y luego la cal viva se hidrata para convertirla en hidróxido de calcio [18].

La cal hidratada (hidróxido de calcio) o cal viva (óxido de calcio) se usan comúnmente en la industria de la construcción. La cal se obtiene por descarbonatación alrededor de 900 °C y se utiliza en la industria gracias a sus numerosas propiedades físico-químicas (basicidad, área específica, etc.) [19]. La lechada de cal también se emplea como aislante temporal a la corrosión, en el recocido del acero, así como en casi todos los procesos para la extracción de Mg, también para recuperar la sílice de la bauxita, en la flotación de minerales no férricos donde actúa como depresor y mantiene la alcalinidad correcta, **para todos estos usos metalúrgicos se requiere una cal de alta pureza y como consecuencia una caliza de una pureza mayor de donde sintetizar esta cal.**

El hidróxido de calcio (Ca(OH)₂) es un reactivo necesario en el área de filtración de seguridad, su producción está estrechamente vinculada a una serie de factores físico-químicos; que incluyen entre otros, el origen de la caliza de la que se derivan las

condiciones de calcinación en el horno y los componentes del agua usada para el apagado de la cal [20].

La lechada, hidratación o apagado de la cal, es un proceso de tipo exotérmico en donde se genera una gran cantidad de calor; normalmente el proceso de apagado se hace con una cantidad de agua en exceso variando desde 2 ½ a 6 partes de agua por una parte de CaO.

El factor más importante que afecta la eficiencia en el sistema de apagado, es el área superficial específica de las partículas del hidróxido de calcio. Una mayor área superficial de hidratación, da mejor superficie de reacción y por lo tanto, una eficiencia de reacción superior porque hay un consumo menor de CaO [18].

Los siguientes factores afectan directa o indirectamente la eficiencia del apagado por el efecto de la superficie específica del hidróxido de calcio [18]:

- Tipo de caliza usada en la calcinación
- Proceso de calcinación para producir CaO
- Temperatura de apagado
- Relación agua-CaO
- Grado de agitación durante el apagado
- Viscosidad de la lechada
- Tiempo de apagado
- Temperatura del agua
- Apagado aéreo

La calidad de la cal viva (CaO) depende de su proceso de calcinación, en el cual la temperatura y el tiempo de residencia tienen una gran influencia en la calidad del hidróxido producido, si la calcinación no se hace de manera correcta ocurre el llamado “*Hard Burned Lime*” (CaO cristalizado en su superficie), lo que trae como consecuencia una dificultosa

penetración del agua durante el apagado [18] y una reacción incompleta de TCA, formándose otros compuestos no deseados en el proceso.

La temperatura de apagado es un factor más importante que afecta el tamaño y la superficie específica de las partículas hidratadas. La temperatura más alta de apagado puede ser alrededor de 99 °C. Temperaturas mayores ocasionan los llamados puntos calientes que causan cristalización y aglomeración lo que reduce la superficie específica. Un rango óptimo de trabajo está entre 70 y 80 °C [18].

La relación agua-CaO también se encuentra ligada a la temperatura de apagado, es decir entre más alta la temperatura, más corto es el tiempo en que la cal se apaga. Por ello el mejor camino para mantener una relación correcta de cal y agua es controlar la temperatura del apagado [18].

En cuanto a la viscosidad de la lechada de la cal, se puede decir que tiene gran variación de una cal a otra, además de las condiciones de cada proceso. Ciertos cambios en las condiciones de hidratación o la presencia de algunas impurezas pueden incrementar la viscosidad, afectando a su vez el tiempo de sedimentación. También se sospecha que la viscosidad crece cuando la temperatura de apagado es > 82 °C [18].

Otros factores a considerar son:

Los iones cloruros, carbonatos y sulfatos son constituyentes comunes en muchas aguas y con frecuencia se encuentran en altas concentraciones en el agua usada para el apagado de la cal. Se ha demostrado que la presencia de iones cloruro incrementan la reactividad de la cal, mientras que la presencia de iones carbonatos y sulfatos, retardan la reacción de hidratación. El magnesio también es un componente que se encuentra presente en muchas calizas y puede afectar la calcinación y velocidad de apagado de la cal si está presente como óxido de magnesio [19].

Macek, J. y Kemperl, J. [21], señalan que la cal reacciona con el vapor de agua presente en la atmósfera formando parcial o completamente una capa delgada de hidróxido

de calcio en la superficie de la partícula de cal. Esta delgada capa evita el acceso del agua hacia el interior de la partícula de óxido de calcio. Tales partículas representan sólidos que no reaccionan; es por ello que debe considerarse de gran importancia las condiciones a las que se almacena esta materia prima.

3.5.2 Características del Licor

El licor Bayer contiene varias impurezas inorgánicas (Na_2CO_3 , Na_2SO_4 , NaCl) y cuando es usado en la síntesis del TCA, estas impurezas pueden alterar el producto final [12].

Los carbonatos (Ver apartado 3.3) son las impurezas más comunes en este proceso, su presencia es indeseable ya que se intercalan dentro de la estructura; la cantidad presente depende de su concentración en la solución [13].

En el licor la presencia de carbonatos produce una alta concentración de calcio, lo que trae como consecuencia que el licor no se libere de agentes acomplejantes; por ello es importante que la concentración inicial de los carbonatos sea baja para lograr disminuir la solubilidad del calcio [13].

La contaminación con carbonatos también origina problemas como: disminución del rendimiento en el licor por incrementar la solubilidad de la alúmina, o por cubrir los sitios activos en la semilla del hidrato de alúmina.

Los orgánicos también inducen a la coloración del licor, producen excesiva espuma, incrementan la viscosidad, densidad y punto de ebullición, generan excesivos finos en las partículas de hidróxido de aluminio, baja tasa de sedimentación y pérdida de cáustica debido a la formación de sales inorgánicas de sodio [22].

Una de las primeras características a evaluar en el licor es el valor de la relación cáustica (A/C), ya que en las refinерías de alúmina se necesitan licores concentrados con un $A/C > 70\%$.

Desde el punto de vista práctico esta relación entre la soda cáustica y la concentración de alúmina se puede calcular con la siguiente ecuación:

$$R = \frac{A}{C} = \frac{\text{conc. Alúmina}}{\text{conc. Soda}} \quad (34)$$

La concentración de alúmina (A) indica el número de equivalentes de una solución de aluminato, expresados como gramos de Al_2O_3 por litro y la soda (C) se refiere a la concentración de cáustica más la concentración actual de carbonato de sodio expresado como gramos de Na_2CO_3 por litro [23]. En C.V.G-BAUXILUM planta el término A/C se conoce como Na_2O_w/Na_2O_{Total} .

Los licores con baja relación cáustica requieren bajas relaciones alúmina/cal (en C.V.G-BAUXILUM planta conocida como LTR/SLC = Licor turbio de rebose/suspensión de lechada de cal) para lograr velocidades de filtración que sean clasificadas como buenas, pero esto trae como consecuencia que se formen componentes con estructuras cristalinas tal como los aluminato-carbonatos o la cal que no reacciona, que pueden conducir a que los poros de la tela se tapen por la forma del cristal. Otra de las consecuencias al tener bajas relaciones alúmina/cal es un incremento en la resistencia de la torta de filtrado [11].

En C.V.G-BAUXILUM planta no se mide la relación A/C, sino que se trabaja con la fracción molar cáustica (FMC), la cual indica de manera directa la causticidad del licor; generalmente este valor trata de mantenerse entre 1.28 – 1.30 (aunque en la planta se ha trabajado hasta 1.40), la ecuación para calcularla es la siguiente:

$$FMC = \frac{PM(Al_2O_3)(g/gmol) * [Na_2O](g/l)}{PM(Na_2O)(g/gmol) [Al_2O_3](g/l)} = \frac{gmolNa_2O}{gmolAl_2O_3} \quad (35)$$

Otro de los parámetros a tomar en cuenta es la concentración de sólidos en el LTR proveniente del área de los espesadores, donde debe sedimentarse la mayor cantidad de partículas finas del lodo rojo, ya que un exceso de estas partículas disminuye la calidad del TCA, así como la velocidad de filtración por causar obstrucción en las telas, la concentración de estos sólidos debe ser < 250 mg/l.

3.5.3 Estequiometría de la Reacción

Como se ha expuesto previamente el TCA usado en C.V.G-BAUXILUM planta se prepara a partir de hidróxido de calcio y aluminato de sodio; por ello que es importante al momento de manipular alguna variable involucrada con la reacción, tomar en cuenta la estequiometría para no alejarse del equilibrio, ya que los extremos dan resultados que desfavorecen la eficiencia de esta etapa del proceso BAYER.

En la **reacción 7** (Ver Tabla 3) el equilibrio químico entre el $NaAlO_2/Ca(OH)_2$ es igual a 0.67, relación que debe mantenerse dentro del tanque de reacción para lograr una conversión adecuada hacia el producto de interés.

3.5.4 Relación CaO/Al_2O_3

Los flujos de suspensión de lechada de cal (SLC) y licor turbio de rebose (LTR), pueden ser ajustados tal que la relación química (CaO/Al_2O_3) en el TCA, expresada como relación molar se encuentre en un rango aproximado de 1:1 (relación en masa $CaO/Al_2O_3 = 0.55$) a 1:1.5 (relación en masa $CaO/Al_2O_3 = 0.37$). Lo importante es que esta relación CaO a Al_2O_3 se mantenga como mínimo en 1:0.33 (relación en masa $CaO/Al_2O_3 = 1.7$) [1].

3.5.5 Condiciones del Tanque de Reacción (o envejecimiento)

La temperatura en el tanque de envejecimiento de cal preferiblemente debe estar entre **100 y 105 °C**. Las temperaturas por debajo de **95 °C** deben evitarse. Si esto no se hace, los componentes de C_4A (compuestos intermediarios de aluminato de calcio) pueden predominar, resultando probablemente una filtración pobre y un incremento de la contaminación de calcio en el producto refinado [1].

Otro de los parámetros a considerar dentro del tanque es el **tiempo de residencia** el cual debe estar entre **2 y 4 horas**. Bajos tiempos de residencia pueden dar paso a una conversión incompleta de TCA, mientras que largos tiempos de residencia pueden dar como resultado un incremento en la formación de partículas finas. La sensibilidad del tiempo de reacción se incrementa si se usan licores de baja relación cáustica [1].

El grado de agitación también es una variable que contribuye con la velocidad de reacción del TCA, sin embargo no da una mejora discernible en la distribución del tamaño de partícula, que es uno de los factores que afecta la calidad del coadyuvante.

Es importante enfatizar sin embargo que la velocidad de reacción y la eficiencia también se relacionan con el licor (por ejemplo con la concentración de alúmina) y con la temperatura [24].

4. ANTECEDENTES DE LA INVESTIGACIÓN

La optimización del sistema SLC-LTR-TCA, es de gran importancia para una filtración de calidad en el proceso BAYER, es decir para producir un licor con la menor cantidad de impurezas y así obtener un producto final con las especificaciones requeridas por el mercado (**alúmina de grado metalúrgico**).

El proceso de filtración usa un coadyuvante (TCA) que facilita e impide el paso de las impurezas. La mejor manera de lograr un TCA eficiente es controlar la morfología del cristal y la distribución de tamaño de partícula, lo cual se alcanza manteniendo las condiciones óptimas en el licor turbio de rebose (LTR) y la suspensión de lechada de cal (SLC), así como controlando las variables químicas y de operación en el proceso.

Cardile, C. y Whittington, B. [12], examinaron las propiedades del TCA para la industria BAYER, con énfasis en los métodos usados en la formación del TCA y el efecto de las diferentes condiciones de reacción en la morfología y tamaño del cristal, partiendo del CaO y del Ca(OH)₂.

La primera parte de este estudio consistió en preparar TCA, a partir de NaOH y NaAl(OH)₄; el ayudante de filtración se obtuvo a partir de CaO. Los autores indicaron [12] que la naturaleza del licor donde se añade el CaO influye en la calidad del TCA, ya que al elaborar el coadyuvante a partir de CaO y NaOH en solución, el producto puro se forma luego de 30 min; En contraste el TCA que se obtiene de la reacción entre el CaO y NaAl(OH)₄ en solución produce Ca(OH)₂ que contamina, incluso después de cuatro horas de reacción. Esta diferencia sugiere la formación de una capa de TCA en el Ca(OH)₂, que ocasiona retardo en la reacción.

Otro de los análisis de esta investigación fue que la fuente de calcio para la síntesis del ayudante de filtración puede afectar también la pureza, así lo confirma el análisis termodinámico de la formación del aluminato el cual muestra que es mejor el CaO que el Ca(OH)₂ como materia inicial, por supuesto esta ventaja termodinámica se obtiene solo si el CaO no reacciona con el TCA vía Ca(OH)₂.

También se estudió el apagado de la cal en soluciones de aluminato de sodio, y reportan que la velocidad de remoción del ión aluminato resultante de la formación de aluminato de calcio, es solo afectada significativamente por la velocidad de agitación dentro de un rango entre 100-300 rpm y no por la concentración cáustica. Sin embargo la presencia de iones carbonatos, reduce la velocidad con la que el ion aluminato es removido del sistema debido a la competencia de formación del CaCO_3 .

El tamaño de partícula del TCA preparado a partir de “Cal” y “Alúmina” puede verse alterado por la adición de varios componentes orgánicos en la mezcla síntesis. Por ejemplo se realizó una prueba donde se sintetizó TCA en ausencia del NaOH pero en presencia de ácidos orgánicos (sucrosa o sacarosa) que dan un tamaño de partícula controlado. Estos resultados permitieron concluir que la presencia de componentes orgánicos en el licor BAYER, pueden alterar la solubilidad del hidróxido de calcio en solución y cualquier cambio en la solubilidad del calcio, modifica la velocidad de crecimiento del aluminato de calcio afectando las propiedades del TCA formado en una refinera de alúmina.

La temperatura es otra de las variables que se consideró en esta investigación, a través de los diagramas de fase que permitieron conocer el efecto de la temperatura; tales diagramas indicaron que la estabilidad del producto se incrementa con el descenso de la temperatura ($\leq 175\text{ }^\circ\text{C}$) de reacción, esta condición también disminuye la concentración de carbonatos, aumentando a su vez la concentración de alúmina.

El TCA es termodinámicamente estable en el sistema de aluminato de calcio hidratado ($\text{CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$) en un rango de temperatura entre 20-215 $^\circ\text{C}$ [25], [26] o en sistemas $\text{Na}_2\text{O-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-H}_2\text{O}$, para temperaturas entre 100 y 225 $^\circ\text{C}$ [27]. La transformación de un aluminato de calcio hidratado hexagonal puede ser sin embargo utilizada para preparar TCA a temperaturas dentro de este rango.

Los autores de esta investigación [12], han revisado las reacciones del TCA que ocurren durante su uso como ayudante de filtración y mencionan que a una temperatura alrededor de 100 $^\circ\text{C}$, el licor pasa a través de los filtros de presión y del TCA que por supuesto se encuentra en una fase termodinámicamente favorable.

Finalmente en este estudio se llegaron a las siguientes conclusiones:

- ✓ La preparación del TCA en soluciones de aluminato de sodio se realizan mejor a bajas temperaturas ($\approx 100\text{ }^{\circ}\text{C}$) y por adición de CaO y gibbsita ($\text{Al}(\text{OH})_3$) a la solución cáustica en ausencia de CO_3^{2-} , ya que afectan la formación del TCA.
- ✓ La síntesis de TCA en presencia de ácidos orgánicos fue utilizada para preparar el ayudante de filtración con un tamaño de partícula controlado.
- ✓ A bajas temperaturas y en presencia de CO_3^{2-} , el TCA se forma vía intermediarios de aluminato de calcio hidratados a una velocidad de reacción lenta.
- ✓ La estabilidad termodinámica del TCA disminuye con el incremento de la temperatura, incremento de la concentración cáustica (C) y decremento de la concentración de alúmina (A).

Whittington, B. y colaboradores [28], realizaron un estudio de las variables que influyen en el tamaño y morfología del ayudante de filtración principalmente en la concentración de hidróxido ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), carga de gibbsita, carga de CaO, adición de los reactantes y sales (Na_2CO_3 , NaCl y Na_2SO_4), así como el tiempo de reacción en la formación y morfología del TCA a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Uno de los análisis realizados consistió en añadir CaO a la gibbsita a $80\text{ }^{\circ}\text{C}$, este sólido fue monitoreado a través del análisis por difracción (**XRD** por sus siglas en inglés **X-Ray Diffraction**), donde se observó la presencia de gibbsita y $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pero no de TCA. El $\text{Ca}(\text{OH})_2$ reacciona rápidamente a TCA con el subsecuente calentamiento a $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, la reacción ocurrió en 15 min.

Otra de las variables estudiadas fue la relación molar $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$; por ejemplo el TCA y la gibbsita no disuelta se presentan cuando la relación molar $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ es igual a 1.58, mientras que el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ es observado en adición al TCA cuando esta relación molar excede a 3. La relación molar $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ influye directamente en la morfología de las partículas del TCA, ya que cuando este valor se encuentra entre 3.19 o 1.92 la morfología

es similar a un dodecaedro rómbico, mientras que fuera de este rango la morfología es poco definida.

También el orden de la adición de los reactivos fue analizado es decir se añadió CaO a una solución de aluminato de sodio, preparado por calentamiento de la gibbsita en NaOH a 200 °C por 10 min luego se enfrió a 80 °C, y se observó que el TCA se forma a ambas temperaturas a 80 y 100 °C, así como el Ca(OH)₂ que se encuentra presente en todas las muestras incluso después de la reacción a los 240 min y 100 °C.

A parte del orden de la adición de los reactivos, el efecto de las sales en la formación del TCA, es un punto importante en esta investigación ya que se encuentran comúnmente en el licor BAYER (Na₂CO₃, NaCl y Na₂SO₄) y que por supuesto influyen en la morfología del TCA. Uno de los estudios consistió en añadir CaO y gibbsita a una solución de hidróxido de sodio que contiene alrededor de 35 g/l de Na₂CO₃, formándose un producto similar al aluminio carbonato de calcio hidratado, bajo condiciones no BAYER. A este sólido se le realiza un análisis XRD y se determina que el aluminio carbonato de calcio hidratado está presente principalmente en fase cristalina y el TCA se encuentra en trazas.

A través del análisis de difracción laser, se concluyó que una aproximación razonable es la de asumir como esféricas las partículas de TCA, sin embargo cuando están presentes los aluminato carbonato de calcio hidratado se evidencian partículas no esféricas lo que causa discrepancia entre el análisis XRD y el análisis por microscopia electrónica (SEM por sus siglas en ingles **Scanning Electron Microscope**).

En este estudio se indica que uno de los factores que mayor impacto tiene en la distribución de tamaño de partícula, es la naturaleza de la solución donde se añade el CaO, por ejemplo la adición directa del CaO a las soluciones de aluminato de sodio, genera tamaños de partículas más pequeños que cuando se añaden gibbsita y CaO a una solución de hidróxido de sodio.

De esta investigación se concluyó lo siguiente:

- ✓ El CaO reacciona rápidamente en una solución de aluminato de sodio para formar TCA. Sin embargo con el transcurso del tiempo, en las partículas de Ca(OH)_2 se forma una capa inerte de TCA.
- ✓ El CaO y la gibbsita reaccionan rápidamente en una solución de hidróxido de sodio para formar TCA, con un tamaño promedio de partícula grande ($\approx 11 \mu\text{m}$).
- ✓ La cantidad de CaO, no tiene una influencia significativa en la distribución del tamaño de partícula para el TCA.
- ✓ La morfología del TCA formado por la adición de CaO y gibbsita a una solución de hidróxido de sodio está influenciada en gran parte por la relación inicial $\text{CaO/Al}_2\text{O}_3$.
- ✓ La reacción entre el CaO y la gibbsita en soluciones de aluminato de sodio/hidróxido de sodio en presencia de Na_2CO_3 , NaCl y Na_2SO_4 , forman platos hexagonales de aluminato carbonato de calcio hidratado.

Andermann, L. y Pollet, G. [11], dirigen su investigación hacia un TCA de características aceptables para permitir un flujo rápido y que el licor luego de filtrado posea una mínima concentración de sólidos. Estos autores indican que el funcionamiento de los filtros Kelly no es muy bien comprendido, por eso encaminan su investigación en tratar de explicar cómo las condiciones físico-químicas del TCA, gobiernan las propiedades deseables.

Al igual que los trabajos anteriores [12], [24] y [28], se analizan variables como el apagado de la cal, relación alúmina/cal, concentración de soda, estructura del cristal y composición, pero esta vez enfocado en el impacto sobre el flujo de licor en los filtros Kelly. Los estudios realizados generalmente abordan los factores mencionados, sin embargo estos casos se refieren a la química dentro de la fabricación del ayudante de filtración; pero también se debe destacar que la composición del coadyuvante es importante en el flujo de licor a través de los filtros de presión Kelly, ya que tal composición química, forma y tamaño del ayudante determina la velocidad de filtración.

La investigación se lleva cabo en una refinería en particular (KAISER) y a diferencia de las otras refinerías que apagan la cal viva con soluciones de aluminato de sodio, ellos utilizan licor del proceso para el apagado de la cal.

Estos autores [11], acotan que la relación cal/alúmina, alcalinidad y temperatura de apagado afectan la producción del TCA. Para obtener un TCA que tenga un buen índice de filtración, afirman que se necesita una baja relación cal/alúmina, altas temperaturas y alcalinidad total para que se complete la reacción del TCA, así como una causticidad elevada para conseguir sólidos altos en el coadyuvante.

Su metodología se basa en apagar la cal con diferentes licores del proceso como son: licor agotado, licor de precipitación o licor de lavado, conservando la temperatura y el tiempo de apagado en 96 °C y 30 min. Para todas las pruebas la cal se añade lentamente los primeros 15 min.

Aluminios KAISER evalúa el ayudante a través de una simple prueba de filtración, y establece que el índice de filtración es un buen indicador del comportamiento de los filtros de presión Kelly, es importante aclarar que este ensayo lo realizan en el laboratorio y lo comparan con el flujo en continuo a través del medio filtrante.

Por otro lado señalan que la forma y el tamaño de las partículas se ven afectados por el flujo de licor a través de los filtros Kelly, cuando el TCA se forma a través de una mezcla de componentes, producto de las condiciones del apagado de la cal.

En esta investigación aclaran que la reacción de la cal viva con el licor BAYER depende parcialmente de la concentración de alúmina e hidróxido, lo cual pudo ser comprobado ya que el apagado de la cal se realizó con varios licores y se determinó que el contenido de alúmina tiene un gran efecto en el TCA que se produce, al observar que con bajas relaciones cal/alúmina en el licor de apagado se obtienen índices de filtración aceptables.

Al igual que otros autores [12], señalan que uno de los factores que pueden afectar el índice de filtración es el contenido de carbonatos por no permitir que se forme un TCA de tamaño de partícula adecuado, y aunque Andermann y Pollet [11] no dan esta conclusión

como definitiva, indican que una manera de contrarrestar este efecto es incrementar la alcalinidad.

De este estudio se concluyó que:

- ✓ La relación cal/alúmina y la alcalinidad afectan el tamaño de partícula del ayudante de filtración.
- ✓ La forma de las partículas del TCA están relacionadas con el índice de filtración.
- ✓ Altas temperaturas y alcalinidad dan como resultado cristales grandes de TCA.
- ✓ Por último indican que las condiciones de apagado como temperatura, impurezas de la cal, características del licor, pueden ser trabajadas para obtener un TCA de excelentes características.

Franca, S. y colaboradores [24], también dirigen su trabajo hacia las características del TCA, pero esta vez relacionadas con la eficiencia en la filtración de seguridad. La importancia de esta investigación radica en estudiar y comprender variables tales como: fuente de calcio (CaO o Ca(OH)_2), apagado de la cal, tiempo de residencia, velocidad de agitación, relación estequiométrica y temperatura en la formación del TCA.

El trabajo se realizó en una refinería en particular (**Planta ALUNORTE**) y relacionan las diferencias en la calidad del producto formado en planta, con las variables previamente mencionadas. El análisis se realiza en dos partes que consisten básicamente en determinar las variables que influyen en la formación del TCA y caracterizar dicho producto una vez obtenido.

En primer lugar consideran las reacciones químicas involucradas en la producción del TCA en el proceso BAYER (Ver Tabla 3) y señalan que la velocidad y la eficiencia a la que ocurren las reacciones, están relacionadas con los parámetros del licor principalmente, así como con la concentración de alúmina y la temperatura.

Los experimentos se realizan con el licor de la planta ALUNORTE, cuyas características químicas son: 125 g/l de Al_2O_3 y la relación $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{NaOH}$ es 0.41 en el licor

agotado. Al igual que el licor, la cal también es suministrada por esta refinería y la suspensión de lechada se prepara a 200 g/l. La reacción se lleva a cabo en un reactor adiabático con una relación licor/cal apagada igual a 2:1 y una temperatura controlada de 90 °C, la cual es chequeada cada 30 min una vez comenzado el proceso. Posterior a la reacción se realizan pruebas para determinar la composición química, distribución de tamaño y morfología de la partícula.

Algunos autores reportan que el cristal del TCA presenta una forma hexagonal o romboédrica [12]. Sin embargo en este estudio la muestra de TCA analizada no fue lavada y se observa sodio y alumina en el espectro, lo que probablemente puede deberse al licor remanente que cubre las partículas.

También se indica claramente en esta investigación que la concentración de Al_2O_3 experimenta un proceso de migración desde el licor hacia la formación de TCA, lo cual se afirma en otros artículos [12], en donde señalan que la reacción ocurre en varios pasos formando productos intermedios que consideran otros productos de aluminato de calcio.

En el estudio realizado se controló el tiempo de reacción para determinar la influencia de esta variable en la morfología y se determinó que a 30 min, la forma de los granos es poco definida y se evidencia el típico comportamiento de aglomeración, mientras que a los 120 min la forma de los granos está mejor definida y tiende a ser bi-piramidal u octaédrica. Al igual que la morfología, la distribución del tamaño de partícula también se vio afectada por la cinética de la reacción.

De acuerdo a lo estudiado previamente se concluyó lo siguiente:

- ✓ El tamaño promedio de partícula se ve afectado por la temperatura y el tipo de Ca añadido. Con respecto a la relación Al_2O_3/CaO , en lo posible se trata de tener la solución de aluminato de sodio en exceso.
- ✓ También acotan que es necesario determinar la distribución de tamaño de partícula en la cal apagada, porque es una variable que influye directamente en la formación del TCA.

5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

5.1 Plan de Investigación

El presente proyecto de investigación tiene como objetivo general demostrar que la optimización del sistema SLC-LTR-TCA, permite reducir la concentración de impurezas en el licor filtrado Kelly, para obtener una alúmina calcinada de grado metalúrgico, que cumpla con los parámetros de control de calidad exigidos para su comercialización. El enfoque principal del estudio se basa en la preparación del TCA, el cual es el compuesto que ayuda a la etapa de filtración a tener una mayor eficiencia.

El plan propuesto es el siguiente:

- a) Desarrollo de un diseño de experimentos.
- b) Caracterización del licor turbio de rebose (LTR) a utilizar para realizar los experimentos (fracción molar, concentración de sólidos, contenido de impurezas y causticidad).
- c) Estudio de la influencia de los reactivos para producir el aluminato tricálcico (TCA) (agua, licor (LTR) y suspensión de lechada de cal (SLC)).
- d) Calidad del licor filtrado Kelly (LFK) (cantidad de impurezas: carbonatos, sílice y calcio principalmente).
- e) Verificación de los balances de materia.
- f) Comparación de los resultados obtenidos a nivel de laboratorio con los de planta.
- g) Discusión de los resultados.

5.1.1 Diseño de Experimentos en el Laboratorio

El diseño experimental de las pruebas se efectuó tomando en cuenta dos premisas, la primera de ellas es la necesidad de conseguir las mejores condiciones para operar en

planta la etapa de filtración, para ello se hizo un estudio previo de las variables como: temperatura de la SLC y el tanque de reacción del TCA, concentración de sólidos en la SLC y TCA, flujos de alimentación de SLC y LTR, estequiometría de la reacción para producir TCA, relación de filtración (LTR/TCA), causticidad del LTR, sedimentación, mineralogía y relación química ($\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$) del TCA y velocidad de filtración, tomando los datos actuales y de años anteriores (para el caso de la mineralogía y composición química del TCA) que se manejan en el área, así como realizando algunas experiencias previas en el laboratorio.

En segundo lugar se estudia a escala banco variables como: concentración sólidos de la SLC y TCA, relaciones de alimentación LTR/SLC y LTR/TCA, estequiometría de los reactivos, velocidad de sedimentación, mineralogía y relación química del TCA, y resistencia de la torta filtrante, para tres diferentes tipos de cal (Colombiana, Guatemala 4 y 6 mm), y su efecto en la concentración de calcio del LFK.

El primer paso que se realizó fue reunir los datos de planta con el objetivo de establecer las condiciones químicas y de operación más apropiadas para el área de filtración.

Para determinar las condiciones más favorables se estudió la influencia de las variables ya expuestas en la concentración de calcio en el LFK, a través de datos tomados diariamente en planta, para establecer las condiciones más adecuadas en la producción del aluminato tricálcico (TCA).

Una vez fijados estos parámetros, se van a efectuar una serie de pruebas las cuales presentan la siguiente secuencia de experimentación:

- Se estudia el efecto de las variables presentes en la calidad y eficiencia del TCA en el licor filtrado Kelly (LFK).
- Se establecen los valores de las variables que favorecen en mayor medida a la etapa de filtración en el proceso BAYER.
- Una vez fijadas las variables se realiza una selección de los mejores resultados para realizar las recomendaciones respectivas en el área de filtración.

El esquema de trabajo que se siguió se presenta a continuación.

En la figura 6, se muestra las condiciones de las variables químicas y de operación bajo las cuales se efectuaron las experiencias del laboratorio, para estudiar su efecto en las características mineralógicas y químicas del TCA y su impacto en la calidad del licor filtrado Kelly (LFK).

En el primer grupo de pruebas (1-7) (figura 6) se realizó el estudio del efecto provocado en el sistema SLC-LTR-TCA, al añadir diferentes volúmenes de agua y diferentes relaciones LTR/TCA, a una relación de alimentación $LTR/SLC = 2.5/1$, con la finalidad de obtener el impacto de estas variables en las características del TCA (sedimentación, propiedades mineralógicas y composición química) que a su vez influyen en la concentración de calcio del LFK.

En el segundo grupo de pruebas (8-11) (figura 6) también se realizó el estudio del efecto provocado en el sistema SLC-LTR-TCA al añadir diferentes volúmenes de agua y diferentes relaciones LTR/TCA, pero esta vez con una relación de alimentación $LTR/SLC = 3/1$, con la misma finalidad que en el primer grupo de pruebas.

En el tanque de envejecimiento donde se produce la reacción para formar TCA, es importante controlar muy bien las variables involucradas (temperatura, grado de agitación, tiempo de residencia, relación estequiométrica y concentración de los reactivos) porque se pueden originar reacciones colaterales que dan lugar a productos indeseados afectando así el proceso y por lo tanto la calidad del licor.

a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2,5/1.

Prueba 1	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 2	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	210
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	50/1

Prueba 3	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	210
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 4	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	420
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	50/1

Prueba 5	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	420
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 6	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	500
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	50/1

Prueba 7	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	500
Relación LTR/SLC	2,5/1
Relación LTR/TCA	60/1

b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1.

Prueba 8	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Relación LTR/SLC	3,0/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 9	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	210
Relación LTR/SLC	3,0/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 10	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	420
Relación LTR/SLC	3,0/1
Relación LTR/TCA	60/1

Prueba 11	
Condiciones de la prueba	
Licor	Planta
Conc. de SLC (g/l)	170
Tiempo de Reacción (h)	1
Agua añadida (ml)	500
Relación LTR/SLC	3,0/1
Relación LTR/TCA	60/1

Figura 6. Estudio del efecto de las variables químicas y de operación en la calidad del TCA y en el subsecuente proceso de filtración.

5.2 Materiales y Equipos

En este apartado se listan todos los equipos y materiales que se emplearon para la realización de la presente investigación.

- ❖ Baño de precipitación marca INTRONICS modelo WSSTD.
- ❖ Equipo de filtración a vacío (hasta 30 Psi de presión).
- ❖ Titulador automático marca HAMILTON.
- ❖ Plancha de calentamiento.
- ❖ Termotitulador marca METROHM.
- ❖ Dosificador automático.
- ❖ Balanza analítica marca MELTLER.
- ❖ Balanza marca MELTLER.
- ❖ Espectrofotómetro de Plasma marca SPECTRO modelo ICP.
- ❖ Espectrofotómetro secuencial de longitud de onda dispersiva marca PANALYTICAL modelo AXIOS ADVANCED.
- ❖ Equipo de difracción modelo D4 ENDEAVOR BRUKER.
- ❖ Material de vidrio: vasos de precipitados, cilindros graduados, balones aforados, matraces, etc.
- ❖ Termómetro.
- ❖ Cronómetros.
- ❖ Papel de filtro “Whatman” (24 cm de diámetro) y “millipore” de microfibras de vidrio (47 mm de diámetro).
- ❖ Tela de Planta.

5.3 Reactivos

- ❖ Ácido clorhídrico 1.28 M.
- ❖ Ácido clorhídrico (concentrado) P.A 37%.
- ❖ Solución patrón de 1000 ppm Ca (estándar ICP de Calcio).
- ❖ Solución patrón de 4 ppm.
- ❖ Tartrato de sodio y potasio.
- ❖ Metaborato de litio.
- ❖ Fluoruro de potasio.
- ❖ Licor de planta caracterizado.
- ❖ Cal Colombiana (**ARGOS**).
- ❖ Cal de Guatemala 4 y 6 mm.

5.4 Procedimiento Experimental en el Laboratorio

5.4.1 Preparación del Aluminato Tricálcico

El ayudante de filtración empleado en la etapa de filtración de seguridad en el proceso BAYER de C.V.G-BAUXILUM planta se prepara a partir de una solución hidróxido de calcio y aluminato de sodio como se ha mencionado durante el desarrollo de la investigación.

Una vez mezclado los reactivos y transcurrido el tiempo de reacción se obtiene el aluminato tricálcico mejor conocido como TCA, el cual contiene dos fases: una líquida y una sólida, encontrándose dispersa una fase en la otra. Para conservar la mezcla homogénea se necesita agitación y una temperatura adecuada para llevar a cabo la reacción, porque de lo contrario las dos fases se separan como se muestra en la figura 7.



Figura 7. Fases presentes en el TCA.

La proporción en la que se mezclaron los reactivos se estableció de acuerdo al rango con el que se ha trabajado en la planta en el transcurso de los años, con el fin de encontrar la relación de alimentación más conveniente para producir TCA.

El ayudante de filtración se preparó mezclando SLC y LTR a diferentes volúmenes (figura 6); una vez añadidos los reactivos a los envases de reacción se cierran herméticamente y se colocan en el baño de precipitación (tanque de envejecimiento en el laboratorio) durante 1 hora de reacción a 95 °C y una agitación constante (figura 8). Transcurrido el tiempo de reacción se procede a despresurizar los envases para realizar las pruebas posteriores.

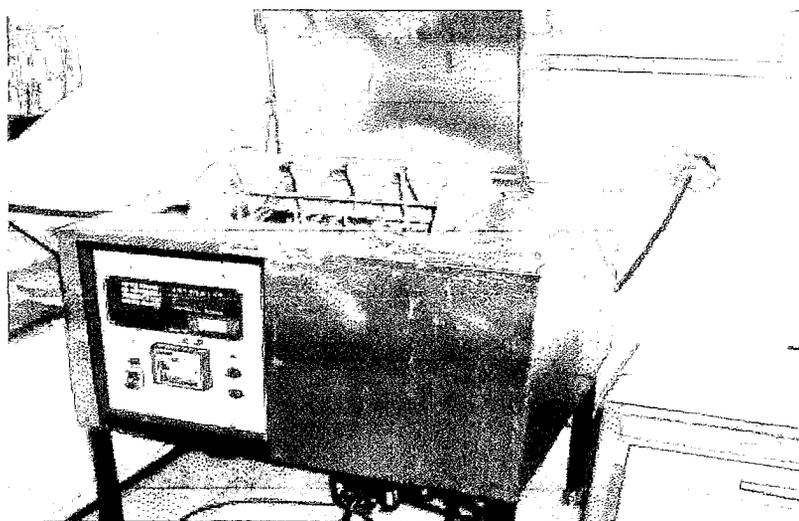


Figura 8. Baño de precipitación para producir TCA.

5.4.2 Concentración de Sólidos de la SLC

Para determinar la concentración de sólidos en la SLC se toma una cantidad de la suspensión de lechada de cal (SLC) (250 ml) y se filtra (papel de filtro “Whatman”) como se muestra en la figura 9; una vez obtenida la torta del hidróxido de sodio se coloca en la estufa a 150 °C durante cuatro horas para eliminar la humedad restante en los sólidos. La torta seca se pesa en la balanza electrónica, consiguiéndose finalmente el peso de los sólidos de la SLC por volumen de muestra. El valor de la concentración se reporta en g/l.

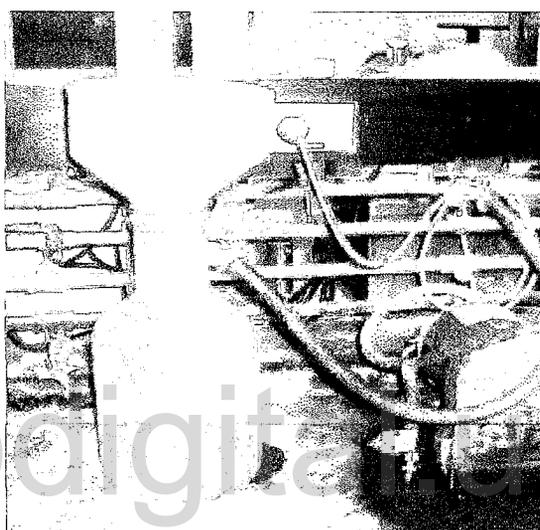


Figura 9. Equipo de filtración empleado para determinar la concentración de sólidos.

5.4.3 Concentración de Sólidos del TCA

Para determinar la concentración de sólidos del TCA se toma una cantidad del producto obtenido luego de la reacción (1000 ml) y se filtra de la misma manera que la SLC (figura 9); una vez obtenidos los sólidos se colocan en la estufa a 150 °C durante dos horas para eliminar la humedad restante en los sólidos. La torta seca se pesa en la balanza electrónica, consiguiéndose finalmente el peso de los sólidos de TCA por volumen de muestra. El valor de la concentración se reporta en g/l.

En la figura 10 se muestra el aspecto que tienen los sólidos del TCA luego de filtrados.

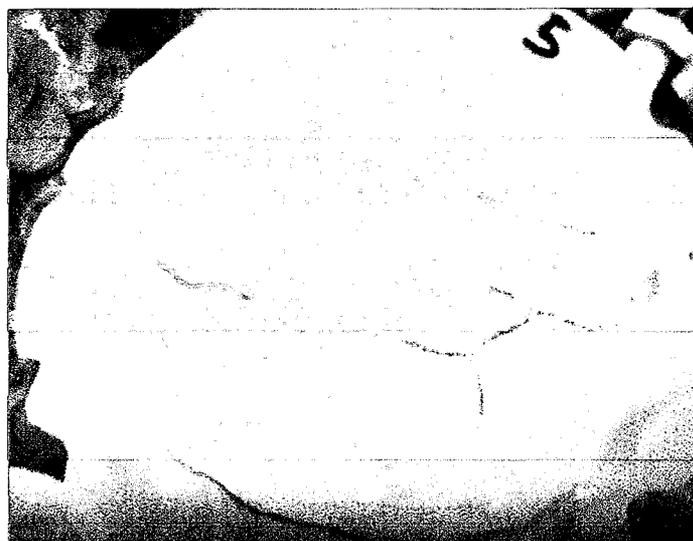


Figura 10. Sólidos del TCA.

5.4.4 Velocidad de Filtración

Para obtener la velocidad de filtración se preparó un cilindro graduado de 2000 ml de alimentación (LTR+TCA), agregando la cantidad de coadyuvante establecida previamente según los cálculos realizados para cumplir con la relación de filtración que se presentó en la metodología.

Para la velocidad de filtración se utilizaron 1500 ml de alimentación los otros 500 ml se emplearon para pruebas posteriores.

El ensayo se realizó en el equipo que se presenta en la figura 11, en el cual el embudo empleado se preparó preliminarmente con tela de planta para hacer el proceso lo más real posible. Una vez que se coloca la alimentación en el sistema, la presión de vacío se regula a 15 mmHg y se activa el cronómetro para determinar el tiempo que tarda la mezcla en pasar a través del medio filtrante.

Es importante aclarar que el licor filtrado, es el que se analiza para determinar la cantidad de impurezas removidas (concentración de calcio principalmente).

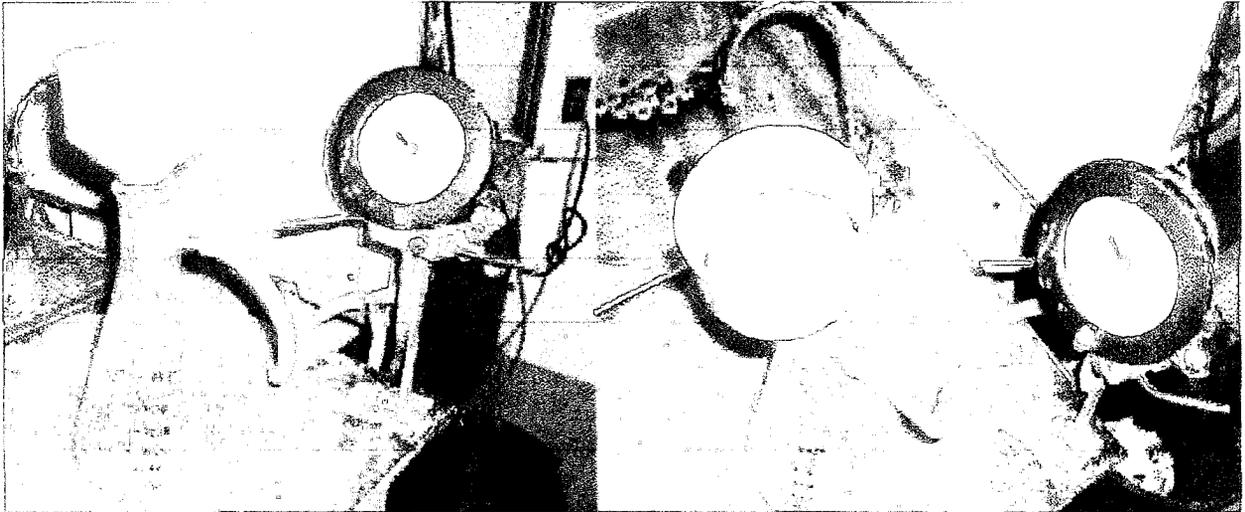


Figura 11. Equipo para determinar la velocidad de filtración de la alimentación (LTR+TCA).

5.4.5 Velocidad de Sedimentación del TCA

La velocidad de sedimentación del TCA, se consigue colocando 1000 ml del producto obtenido de la reacción en un cilindro graduado, como paso siguiente se observa la separación de las fases en un tiempo de 5 min (figura 12); una vez finalizado el tiempo se toma el volumen de separación de la interface, el cual es el valor de la velocidad de sedimentación de los sólidos del TCA.

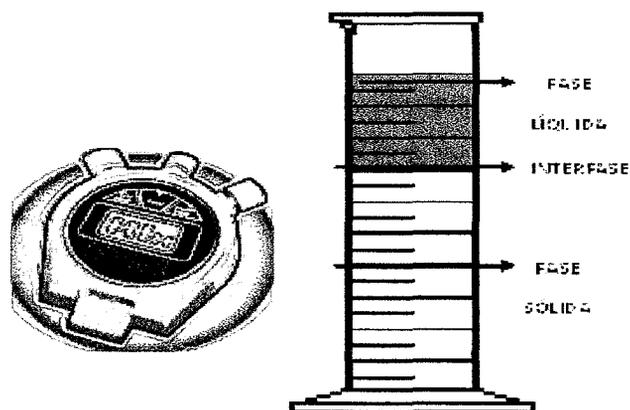


Figura 12. Velocidad de sedimentación del TCA.

5.4.6 Resistencia de la Torta

Para determinar la resistencia de la torta se utiliza el sistema presentado en la figura 11, con la diferencia de que se coloca un tipo de embudo especial para el papel de filtro empleado “millipore” cuyo diámetro de poro es $0.45\ \mu\text{m}$ (figura 13); en esta prueba son dos los pasos a realizar y se explican a continuación:

5.4.6.1 Resistencia del Medio

La resistencia del medio consiste en hacer pasar 100 ml de agua a través del “millipore” a una presión de vacío de 16 mmHg. El ensayo radica en activar el cronómetro una vez que se agrega el agua al embudo, para determinar el tiempo que le lleva al líquido pasar a través del papel; finalizado este proceso se observa el cambio de presión; con este valor y otros datos como la densidad y viscosidad del agua y área del filtro se calcula la resistencia del medio.

5.4.6.2 Resistencia de la Alimentación al Filtro (LTR + TCA)

Una vez determinada la resistencia del medio el paso siguiente es obtener la resistencia de la alimentación; el ensayo consiste en hacer pasar 250 ml de mezcla (LTR+TCA) por el “millipore” a una presión de vacío de 21 mmHg, tomando el tiempo que tarda la alimentación en pasar a través del medio y la diferencia de presión como el caso anterior. Con estos datos y otros como la densidad y viscosidad del licor y área del filtro se calcula la resistencia de la torta.

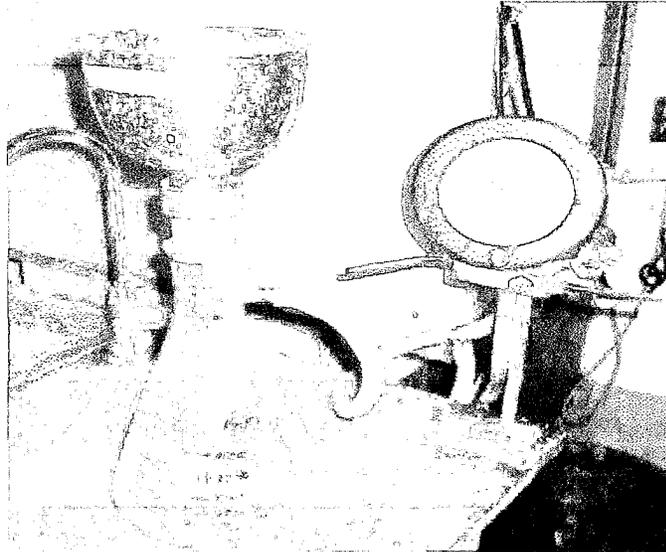


Figura 13. Equipo de filtración a vacío para determinar la resistencia de la torta.

5.4.7 Sólidos de la Alimentación

Al realizar la prueba de la resistencia de la torta quedan retenidos unos sólidos en el “millipore” siendo estos los sólidos de la alimentación, que una vez finalizada la filtración son llevados a la plancha de calentamiento durante 5 min para retirar la humedad restante; posterior a este paso se pesan en la balanza analítica obteniéndose de esta manera los sólidos alimentados al equipo de filtración.

En la figura 14 se muestra como quedan los “millipore” una vez finalizado el proceso de filtración:



Figura 14. Sólidos de la alimentación (LTR+TCA).

5.4.8 Sólidos del Licor Filtrado Kelly (LFK)

Estos sólidos se consiguen tomando una muestra de 100 ml de licor ya filtrado, y se filtra de nuevo en el sistema presentado en la figura 13 (utilizando “millipore”), al terminar la filtración el papel se coloca durante 5 min en la plancha de calentamiento para retirar la humedad restante y luego se pesa en la balanza analítica para obtener finalmente los sólidos del licor filtrado (figura 15).



Figura 15. Sólidos del licor filtrado Kelly.

5.4.9 Calidad del LFK

5.4.9.1 Concentración de $\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$, Calcio y Sílice en el LFK

Para determinar la concentración del sodio total ($\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$), calcio y sílice en el licor filtrado, se toma una muestra de 10 ml para preparar las diluciones que a continuación se llevan al “espectrofotómetro de plasma” (figura 16), equipo que permite obtener los valores de las concentraciones ya mencionadas.

La dilución para valorar la concentración del calcio se prepara en un balón de 50 ml, tomando 1 ml de la muestra recolectada con el dosificador automático y luego se coloca 5 ml de HCl concentrado al 37%, para asegurar la disolución de todo el calcio no disuelto o en suspensión, por último se lleva hasta el aforo con agua. En el caso del sodio total y sílice, la dilución se prepara en un balón de 250 ml colocando también 1 ml de muestra y luego llevando hasta el aforo solamente con agua.

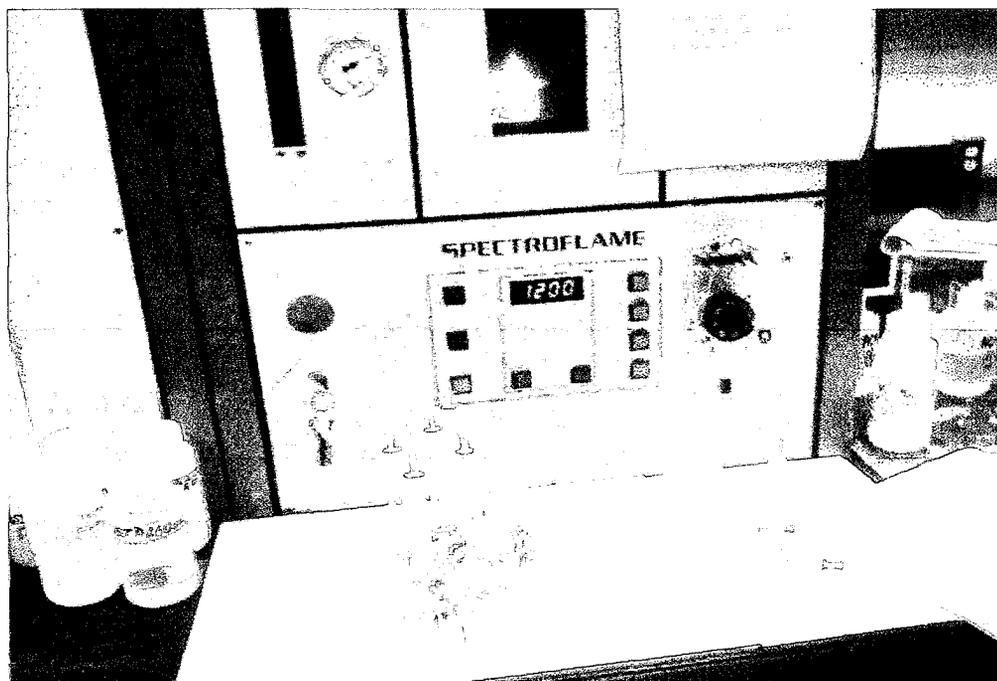


Figura 16. Espectrofotómetro de plasma.

5.4.9.2 Concentración de Na_2Ott y FMC

Para determinar la fracción molar cáustica y el sodio libre (Na_2Ott), se toma 1 ml de licor filtrado y se diluye con 9 ml de agua, titulando (figura 17) la solución de la siguiente manera:

- ✧ El primer paso es colocar 1 ml de tartrato de sodio y potasio para acomplejar el aluminio y de este modo obtener todo el sodio presente en la muestra.
- ✧ El segundo paso es colocar 1 ml de fluoruro de potasio para romper el complejo formado por la sustancia anterior y así poder conseguir el aluminio presente en la solución.

Con las dos concentraciones obtenidas se calcula la FMC utilizando la ecuación 35 del apartado 3.5.2. Es importante señalar que el sodio obtenido anteriormente es el que se reporta en la hoja de parámetros como Na_2Ott .



Figura 17. Termotitulado.

5.4.9.3 Concentración de Na_2CO_3

Al igual que los apartados previos, para medir la concentración de carbonatos en el LFK se prepara una dilución tomando 1 ml de muestra en un balón de 250 ml y se lleva hasta el aforo solo con agua; leyendo a continuación los valores de la concentración de Na_2CO_3 , en el equipo de titulación presentado en la figura 18:

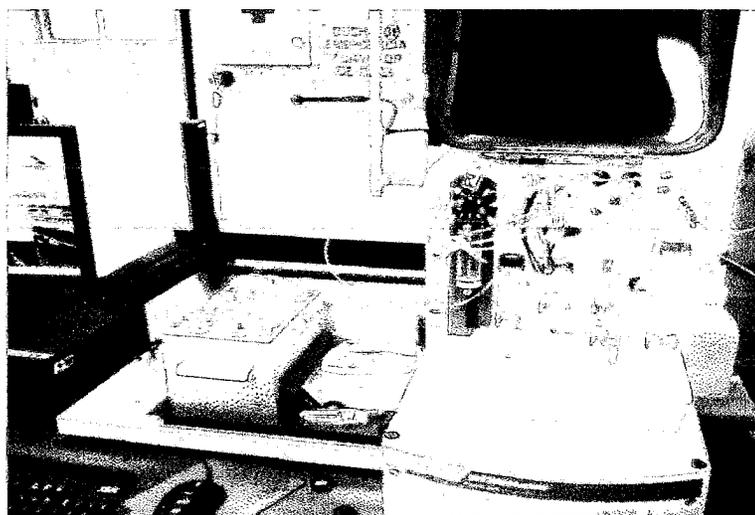


Figura 18. Equipo de titulación para determinar el Na_2CO_3 .

5.4.10 Determinación de la Composición Química y Mineralógica del TCA

Una vez obtenido el TCA sólido (torta seca de aluminato tricálcico, ver apartado 5.4.3), se somete a molienda para llevarlo a un tamaño de partícula adecuado y así formar una pastilla con metaborato de litio, que luego es procesada a través del equipo de **Difracción de Rayos X** (figura 19) para conocer la composición mineralógica, la cual ofrece de manera detallada los compuestos que conforman el TCA entre ellos el tipo de hidrogrosularia (Ver apartado 3.3.1).

De igual modo con la pastilla del TCA se realiza el análisis químico para conocer la composición aproximada del ayudante de filtración, este análisis se lleva a cabo en un **Espectrofotómetro Secuencial de Longitud de Onda** (figura 20).

Es importante señalar que el análisis por difracción da un resultado minucioso de la estructura del TCA, mientras que el análisis químico ofrece un resultado rápido de la composición del ayudante, que no es el definitivo pero sirve como guía.

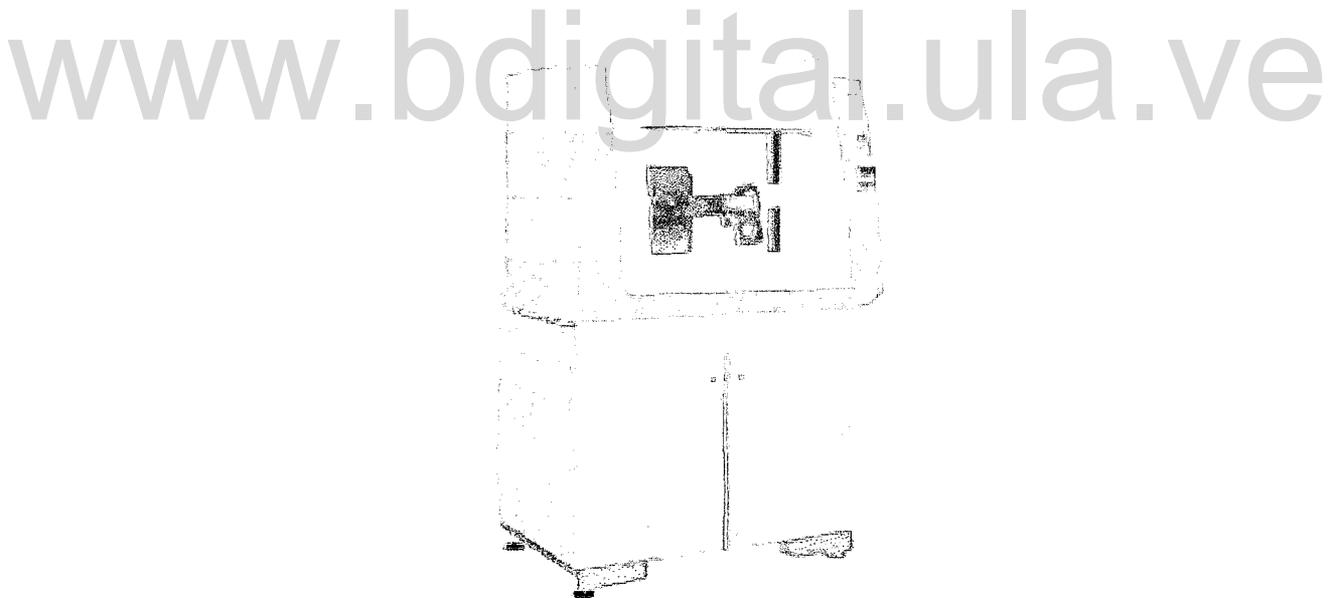


Figura 19. Equipo de difracción para determinar la composición mineralógica del TCA.

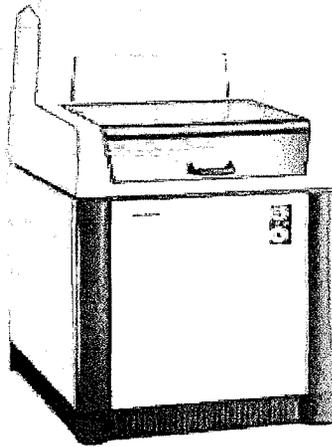


Figura 20. Espectrofotómetro secuencial de longitud de onda para determinar la composición química del TCA.

5.5 Ecuaciones y Balances empleados en la Etapa de Filtración de Seguridad en el Proceso BAYER de C.V.G-BAUXILUM planta.

a) Determinación de la Concentración de Sólidos de la SLC y el TCA

Para determinar el valor de estos dos parámetros descritos en los apartados 5.4.2 y 5.4.3 se toman los volúmenes indicados de muestra, es decir para el caso de los sólidos de la SLC con una muestra de 250 ml es suficiente y para el TCA se toman 1000 ml con el fin de obtener una cantidad de sólidos representativa.

La concentración de sólidos para la SLC y el TCA, se calcula empleando la siguiente ecuación:

$$[Conc.sólidos] = \frac{(Peso_{papel+sólidos} - Peso_{papel})(g) * 1000(ml)}{Volumen_{muestra}(ml) \quad 1(l)} \quad (36)$$

El resultado obtenido es la concentración de sólidos de la suspensión de lechada de cal (SLC) que se van alimentar al tanque reactor y los sólidos del aluminato tricálcico

(TCA) correspondientes luego de la reacción. No hay un valor fijo para la concentración de sólidos de la SLC, sin embargo de acuerdo a los últimos datos de control, se obtienen mejores resultados con SLC por encima de los 150 g/l. En el caso del TCA no existen aún valores de referencia porque es una variable que se incorporará al sistema de control.

b) Determinación de la Velocidad de Filtración

Para obtener la velocidad de filtración (Ver apartado 5.4.4) simplemente se divide el volumen total de muestra filtrada en este caso 1500 ml entre el tiempo que tarda el licor en pasar a través del medio, en la siguiente ecuación se muestra el cálculo:

$$V_{Filtración.Laboratorio} = \frac{Volumen_{Filtrado} (ml) * \frac{1(l)}{1000(ml)}}{Tiempo(min)} \quad (37)$$

En planta la velocidad de filtración se calcula con la siguiente expresión:

$$V_{Filtración.Planta} = \frac{Flujo_{LFK} \left(\frac{m^3}{h} \right) * \frac{1000(l)}{1(m^3)} * \frac{1(h)}{60(min)}}{A_{Filtro} (m^2) * N^o_{Filtros}} \quad (38)$$

Con la velocidad de filtración se evalúa como contribuye el TCA a mejorar la condición hidráulica del sistema. El valor óptimo de este parámetro en planta es de 15 l/m²*min y en el laboratorio es 0.13 l/m²*min.

c) Determinación de la Resistencia de la Torta

La resistencia de la torta como se detalló en el apartado 5.4.6, se lleva a cabo en dos pasos, en los cuales por supuesto se recogen datos como la presión y el tiempo para realizar el cálculo junto a otros parámetros (como densidad, viscosidad, área de filtrado entre otros) ya establecidos por la planta.

Las ecuaciones que se emplean son las siguientes:

c.1) Resistencia del Medio:

La resistencia del medio se calcula a partir del apartado 3.2.4.1 (Ecuación 12) pero eliminando el término donde aparece la resistencia de la torta, obteniéndose la siguiente ecuación:

$$R_m = \frac{t_{filtración\ agua} (s) * A(m^2) * \Delta_p (Pa)}{\mu(Pa * s) * V(m^3)} \quad (39)$$

Un valor típico para la resistencia del medio es $1.5 * 10^9 \text{ m}^{-1}$.

c.2) Resistencia de la Alimentación (LTR+TCA):

Para obtener la resistencia de la alimentación se parte de la ecuación general de la velocidad de filtración (Ecuación 12) y se despeja α quedando de la siguiente manera:

$$\alpha_{Torta} = \left(t_{Filtración} (s) - \frac{\mu(Pa * s) * R_m \left(\frac{1}{m} \right) * V(m^3)}{A(m^2) * \Delta_p (Pa)} \right) * \left(\frac{2 * A^2 (m^4) * \Delta_p (Pa)}{c \left(\frac{kg}{m^3} \right) * \mu(Pa * s) * V^2 (m^6)} \right) \quad (40)$$

Es importante aclarar que la **ecuación 40** se emplea para calcular la resistencia del licor sin TCA (solo LTR) y con TCA (alimentación al filtro = LTR+TCA). El valor de la resistencia para el **LTR** debe ser aproximadamente $7 * 10^{12} \text{ m/kg}$, mientras que la **Alimentación** debe estar entre $1 * 10^{11}$ y $3 * 10^{11} \text{ m/kg}$, por supuesto estos valores no son definitivos porque dependen del TCA, que para el caso de esta investigación fue preparado con tres diferentes tipos de cal.

Con la resistencia se puede evaluar el porcentaje de eficiencia del medio filtrante (**Tela + TCA**) considerando la siguiente ecuación:

$$\eta_{\text{MedioFiltrante}} = \frac{\alpha_{LTR} - \alpha_{\text{Alimentación}}}{\alpha_{LTR}} * 100 \quad (41)$$

La eficiencia del medio permite evaluar en parte el funcionamiento de la etapa de filtración de seguridad su valor debe ser lo más cercano a **100%**.

d) Determinación de los Sólidos de la Alimentación al Filtro

Los sólidos de la alimentación son los que quedan en el “millipore” (Ver apartado 5.4.7) una vez realizado el procedimiento de resistencia de la torta, lo único que se debe hacer para conocer el contenido de sólidos es aplicar la siguiente ecuación:

$$Sólidos_{\text{Alimentación}} = \text{Peso}_{(\text{papel+sólidos})_{\text{Alimentación}}} (g) - \text{Peso}_{\text{papel}} (g) \quad (42)$$

De igual manera se calculan los sólidos del licor sin TCA (**es decir del LTR**) y con esta masa se obtiene su concentración a través de la ecuación:

$$Conc.Sólidos_{LTR} = \frac{Sólidos_{LTR} (g)}{Volumen_{LTR} (ml)} * \frac{1000(ml)}{1(l)} * \frac{1000(mg)}{1(g)} \quad (43)$$

La concentración de sólidos en el LTR debe ser **< 250 mg/l**.

e) Determinación de los Sólidos en el Licor Filtrado Kelly (LFK)

Una vez filtrado el licor se somete a una segunda filtración con el fin de determinar la cantidad de sólidos pasantes que no fueron retenidos por el medio filtrante (**Tela + TCA**), generalmente estos sólidos son pocos (**entre 1 y 3 mg/l**) y en algunas ocasiones la

cantidad es tan ínfima que se aproxima a cero. La forma en que se calculan estos sólidos es muy sencilla y se presenta a continuación:

$$Sólidos_{LFK} = (Peso_{(papel+sólidos)_{LFK}} (g) - Peso_{papel} (g)) * \frac{1000(mg)}{1(g)} \quad (44)$$

f) Determinación de la Calidad del Licor Filtrado Kelly (LFK)

Se entiende por calidad de licor filtrado Kelly la evaluación de características como: fracción molar cáustica, concentraciones de calcio, sílice, Na_2O_{TOTAL} , Na_2O_{tt} y Na_2CO_3 .

f.1) Fracción Molar Caustica (FMC) y Concentración de Na_2O_{tt}

La lectura de las concentraciones necesarias para efectuar el cálculo de la FMC, se realiza en el termotitulado (Ver apartado 5.4.9.2), una vez que se conocen estos valores se aplica la ecuación expuesta en el apartado 3.5.2 (Ecuación 35). El valor de la FMC como se ha indicado anteriormente debe estar entre 1.30-1.40.

La concentración del sodio libre (Na_2O_{tt}) se obtiene directamente del termotitulado, para una mayor descripción del análisis ver el apartado 5.4.9.2. El valor de esta concentración se encuentra alrededor de los 130 g/l.

f.2) Concentraciones de Calcio, Sílice, Na_2O_{TOTAL} y Na_2CO_3

Las concentraciones de calcio (Ver Anexo D), sílice, Na_2O_{TOTAL} (Ver Tabla 5) se obtienen directamente al leer en el equipo de “espectrofotómetro de plasma”. Y la concentración de Na_2CO_3 , se consigue al realizar la lectura en el equipo de “titulación”. Los detalles de cómo se preparan las muestras para realizar estos análisis se describen en los apartados 5.4.9.1 y 5.4.9.3.

Tabla 5. Valores típicos de las concentraciones de calcio, sílice, $\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$ y Na_2CO_3 .

CaO (g/l)	$\leq 0,020$
$\text{Na}_2\text{O}_{\text{TOTAL}}$ (g/l)	≈ 170
SiO_2 (g/l)	$\approx 0,90$
Na_2CO_3 (g/l)	≈ 35

g) Cálculo de la Concentración de Sólidos Teóricos en el TCA

Asumiendo reacción ideal (Ver **reacción 7** de la **Tabla 3**) se plantea el siguiente balance:

$$\text{Entrada} - \text{Salida} + \text{Generacion} - \text{Consumo} = \text{Acumulacion} \quad (45)$$

Como se toma el caso ideal en el que la reacción ocurre en un **100 %**, toda la masa que entra es igual a la que sale.

Llevando este balance a los términos de planta se tiene:

$$\text{Conc}_{SLC} \left(\frac{\text{g}}{\text{l}} \right) * V_{SLC} (\text{l}) + \text{Conc}_{LTR} \left(\frac{\text{g}}{\text{l}} \right) * V_{LTR} (\text{l}) = \text{Conc}_{TCA} \left(\frac{\text{g}}{\text{l}} \right) * V_{TCA} (\text{l}) \quad (46)$$

Despejando la concentración de sólidos del TCA se obtiene finalmente:

$$\text{Conc}_{TCA} = \frac{\text{Conc}_{SLC} \left(\frac{\text{g}}{\text{l}} \right) * V_{SLC} (\text{l}) + \text{Conc}_{LTR} \left(\frac{\text{g}}{\text{l}} \right) * V_{LTR} (\text{l})}{V_{TCA} (\text{l})} \quad (47)$$

El cálculo anterior es el que se realiza en teoría cuando se tiene aluminato tricálcico puro; en la práctica lo que se hace es pesar los sólidos del TCA (Ver apartado 5.4.3) y aplicar la ecuación 36, a ese peso se le resta lo que dejó de reaccionar para producir el

coadyuvante (aluminato sin reaccionar) así como las impurezas que no permiten conseguir sólidos de TCA puros.

$$Conc_{TCA} = Conc_{TCA} \left(\frac{g}{l} \right) - Conc_{Al_2O_3, Noreaccion} \left(\frac{g}{l} \right) - Conc_{Im\ purezas} \left(\frac{g}{l} \right) \quad (48)$$

Como se ha expuesto anteriormente este parámetro aún no tiene un valor de referencia.

h) Cálculo de la Concentración Impurezas (Sílice y Carbonatos) Removidas

La ecuación empleada para el cálculo de impurezas como sílice y carbonatos removidos del LFK es la siguiente:

$$Conc. Im\ purezas_{Removidas} = Conc. Im\ purezas_{Entrada} \left(\frac{g}{l} \right) - Conc. Im\ purezas_{Salida} \left(\frac{g}{l} \right) \quad (49)$$

No se disponen aún de valores de referencia, ya que no son tomadas como variables de control porque el interés principal se encuentra en la remoción del calcio; a través de esta investigación será posible establecer un valor.

i) Determinación de la Estequiometría para la Producción del TCA

Para calcular la estequiometría de la reacción, se toma como base la **reacción 7** (Ver Tabla 3) donde el TCA se forma a partir del hidróxido de calcio (SLC) y el aluminato de sodio (LTR), en esa reacción ideal se tiene lo siguiente:

Tomando como base 100 g de hidróxido de calcio:

$$Moles_{Ca(OH)_2 Teórico} = 100g_{Ca(OH)_2} * \frac{3gmol_{Ca(OH)_2}}{74g_{Ca(OH)_2}} = 4.1gmol_{Ca(OH)_2} \quad (50)$$

$$Moles_{NaAlO_2 Teórico} = 100g_{Ca(OH)_2} * \frac{3gmol_{Ca(OH)_2}}{74g_{Ca(OH)_2}} * \frac{2gmol_{NaAlO_2}}{3gmol_{Ca(OH)_2}} = 2.7gmol_{NaAlO_2} \quad (51)$$

La relación estequiométrica es entonces:

$$Rel_{Estequiométrica} = \frac{moles_{LTR}}{moles_{SLC}} = \frac{2.7 gmol_{NaAlO_2}}{4.1 gmol_{Ca(OH)_2}} = 0.66 \frac{gmol_{NaAlO_2}}{gmol_{Ca(OH)_2}} \quad (52)$$

En la práctica los moles de aluminato de sodio se calculan como se especifica a continuación:

Primero se realiza la diferencia entre el aluminato de sodio que se encuentra libre en el licor (Na_2O_{li}) y el aluminato de sodio que involucra otros componentes tal como el carbonato de sodio (Na_2O_{TOTAL}).

$$Conc.NaAlO_{2Real} = Conc.Na_2O_{TOTAL} \left(\frac{g}{l} \right) - Conc.Na_2O_{li} \left(\frac{g}{l} \right) \quad (53)$$

El aluminato de sodio que se obtiene de esta diferencia no es puro ya que en el licor de planta se encuentran impurezas que disminuyen la eficiencia de la reacción, por esta razón se propone trabajar en un rango que garantice un rendimiento aceptable para el proceso, el cual se detallará en el punto 6.

Con esta concentración y con el flujo de licor se calcula la masa de aluminato de sodio correspondiente a través de la expresión:

$$Masa_{NaAlO_{2Real}} = NaAlO_{2Real} \left(\frac{g}{l} \right) * Flujo_{LTR} \left(\frac{l}{h} \right) \quad (54)$$

El flujo de LTR que entra al tanque reactor no se conoce directamente, se obtiene de la diferencia entre el flujo de TCA (**salida del tanque**) y el flujo de SLC (**una de las entradas al tanque**) que son parámetros conocidos porque se llevan en una data de control.

Por último los moles se consiguen al dividir la masa calculada anteriormente entre el peso molecular del aluminato de sodio como se muestra a continuación:

$$Moles_{NaAlO_2\text{Real}} = \frac{Masa_{NaAlO_2\text{Real}} (g)}{PM_{NaAlO_2} \left(\frac{g}{gmol} \right)} \quad (55)$$

Es importante aclarar que se toma el peso molecular del aluminato de sodio en este caso y no el promedio del peso entre todos los componentes porque es el compuesto que se encuentra en mayor proporción.

Los moles del hidróxido de calcio se calculan con las ecuaciones 54 y 55, utilizando la concentración, flujo y peso molecular de la SLC en este caso y la relación estequiométrica real entre LTR/SLC se calcula aplicando la ecuación 52.

j) Determinación de la Relación Química CaO/Al₂O₃ del TCA

La relación química CaO/Al₂O₃ del TCA, se obtiene del análisis por espectrofotometría (Ver apartado 5.4.10), el cual da como resultado una tabla del porcentaje en masa aproximado de los componentes químicos presentes en el TCA, entre ellos el óxido de calcio (CaO) y la alúmina (Al₂O₃). Estos porcentajes también son posibles obtenerlos por el equipo de difracción de rayos X, que aparte de ofrecer el difractograma del ayudante de filtración, también ofrece una composición detallada de cada componente químico. Ambos caminos dan resultados semejantes de la cantidad de CaO y Al₂O₃.

Al conocer la cantidad de CaO y Al₂O₃ en el TCA, se aplica la siguiente ecuación para conocer la relación química:

$$Relc.CaO / Al_2O_3 = \frac{\%CaO}{\%Al_2O_3} \quad (56)$$

Su valor en peso debe estar entre **0.33-1.7**.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados se presentan en dos etapas y se discuten por separado:

6.1 Desempeño del sistema SLC-LTR-TCA con la planta en continuo.

6.2 Evaluación del sistema SLC-LTR-TCA, mediante la realización de pruebas de laboratorio.

Es importante aclarar antes de comenzar con la discusión de los resultados, el significado de los siguientes términos: calcio desviado en el licor filtrado Kelly se refiere a concentraciones $> 0.020 \text{ g/l}$, mientras que el calcio de referencia o valor óptimo son concentraciones **iguales a 0.020 g/l** y la concentración de calcio en meta se refiere a concentraciones $\leq 0.020 \text{ g/l}$.

6.1 Desempeño del Sistema SLC-LTR-TCA con la Planta en Continuo

6.1.1 Comportamiento de la Temperatura en el Tanque de Suspensión de Lechada de Cal (SLC) y el Tanque de Reacción del Aluminato Tricálcico (TCA).

En la figura 21 se muestra el perfil de temperatura dentro del tanque de SLC, cuyos datos fueron recogidos diariamente durante un período aproximado de 30 días en el drenaje del tanque (T-38-10), presentando una tendencia lineal en el tiempo de monitoreo; por otro lado en la figura 22 se observa una distribución normal cuyo valor promedio de la temperatura en el tanque de SLC se encuentra alrededor de $71.3 \text{ }^\circ\text{C}$, presentando una desviación estándar de 3.61 lo cual es un rango de confiabilidad aceptable dentro del conjunto de datos manejados.

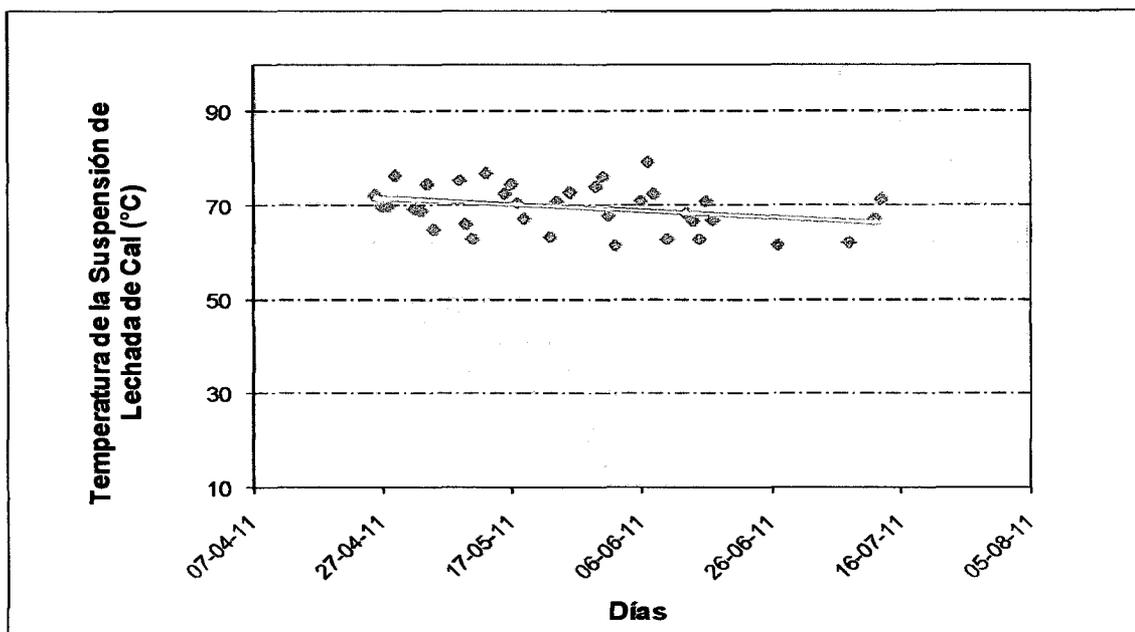


Figura 21. Comportamiento de la temperatura del tanque de SLC.

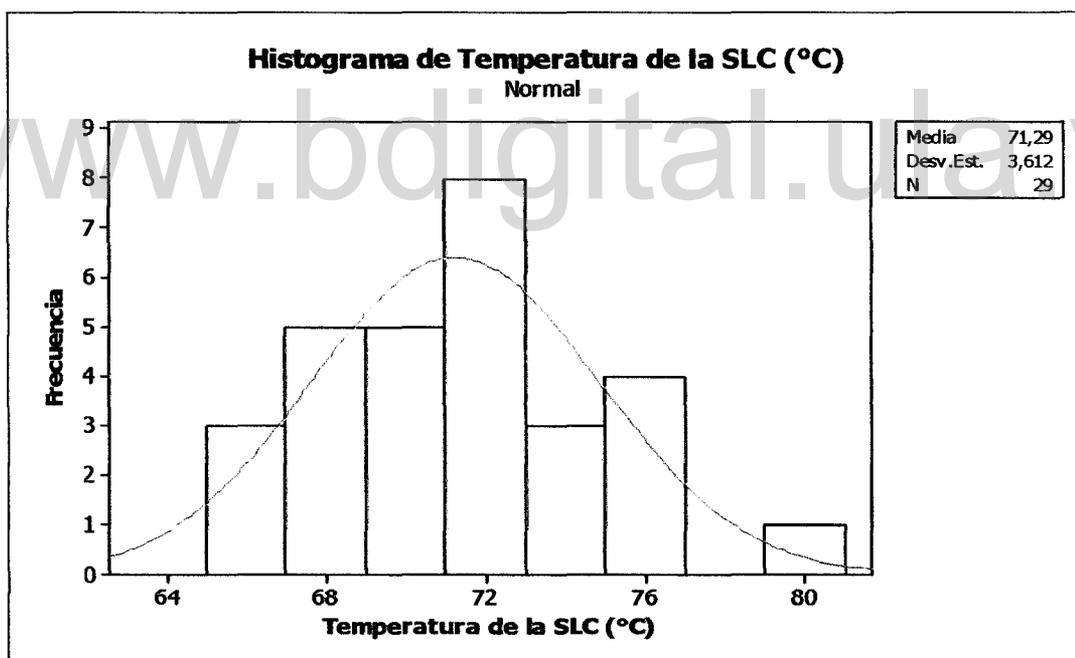


Figura 22. Distribución normal de la temperatura del tanque de SLC.

También se muestreó la temperatura del tanque de reacción (T-38-11) donde se produce el TCA (figura 23), en este caso al igual que en la suspensión de lechada de cal durante el período de muestreo (aproximadamente 30 días) la tendencia fue lineal. En

cuanto a la distribución normal (figura 24), la temperatura promedio del tanque de TCA obtenida fue de **88.6 °C**, presentando una desviación estándar de 2.59 valor que se considera aceptable dentro de conjunto de datos recogidos.

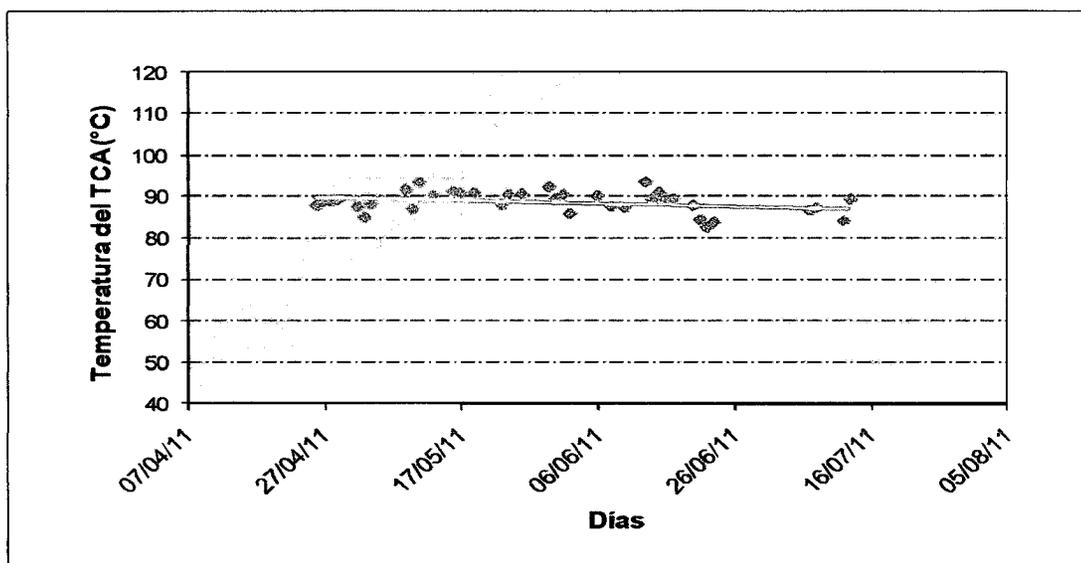


Figura 23. Comportamiento de la temperatura del tanque de reacción del TCA.

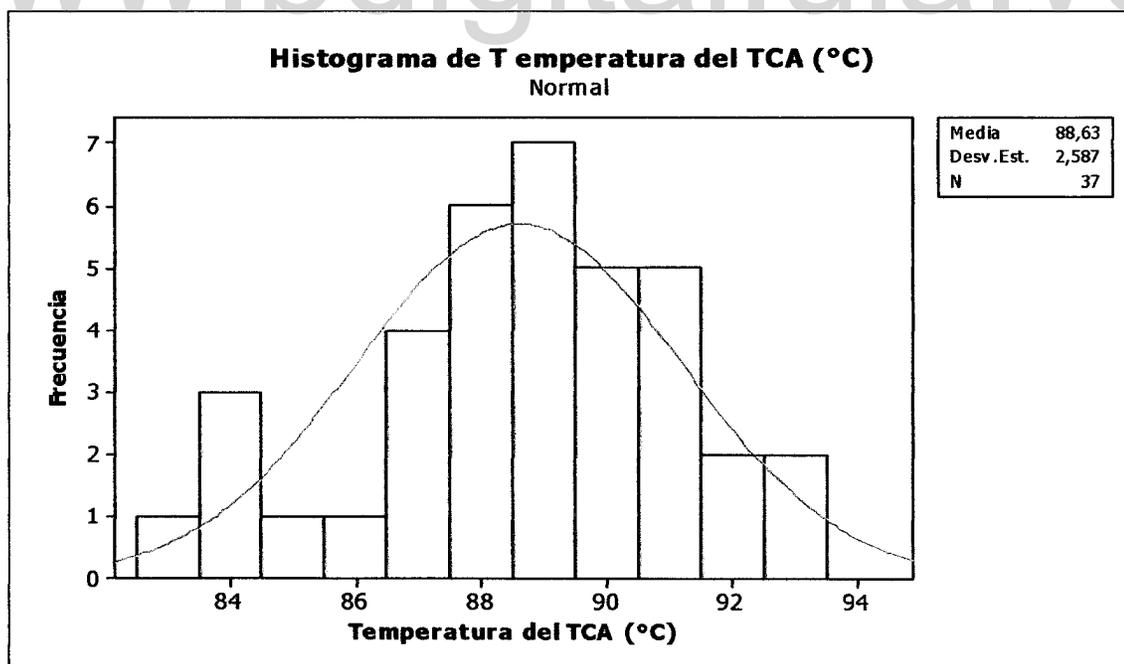


Figura 24. Distribución normal de la temperatura del tanque de TCA.

6.1.2 Efecto de la Concentración de Sólidos de la SLC en la Concentración de calcio del Licor Filtrado Kelly (LFK).

En la figura 26 se presenta el efecto de la concentración de sólidos de la suspensión de lechada de cal (SLC) en la concentración de calcio del LFK; se observa en la gráfica que la mayor cantidad de desviaciones (**concentraciones de calcio > 0.020 g/l**) se dan en las SLC de baja concentración de sólidos, indicando en un primer análisis que posiblemente la reacción no se completó hacia el producto de interés (TCA), como consecuencia de un déficit de reactivo y el coadyuvante en vez de favorecer la etapa de filtración se convierte en un contaminante más para el proceso.

Luego de este primer análisis de manera general, se procedió a detallar el comportamiento del efecto de los sólidos de la SLC con respecto a la concentración de calcio en el LFK; para hacer este estudio se tomaron dos grupos, el primero de ellos son SLC con una concentración de sólidos ≥ 150 g/l (figura 27) y el segundo grupo le corresponde a SLC con un contenido de sólidos < 150 g/l (figura 28).

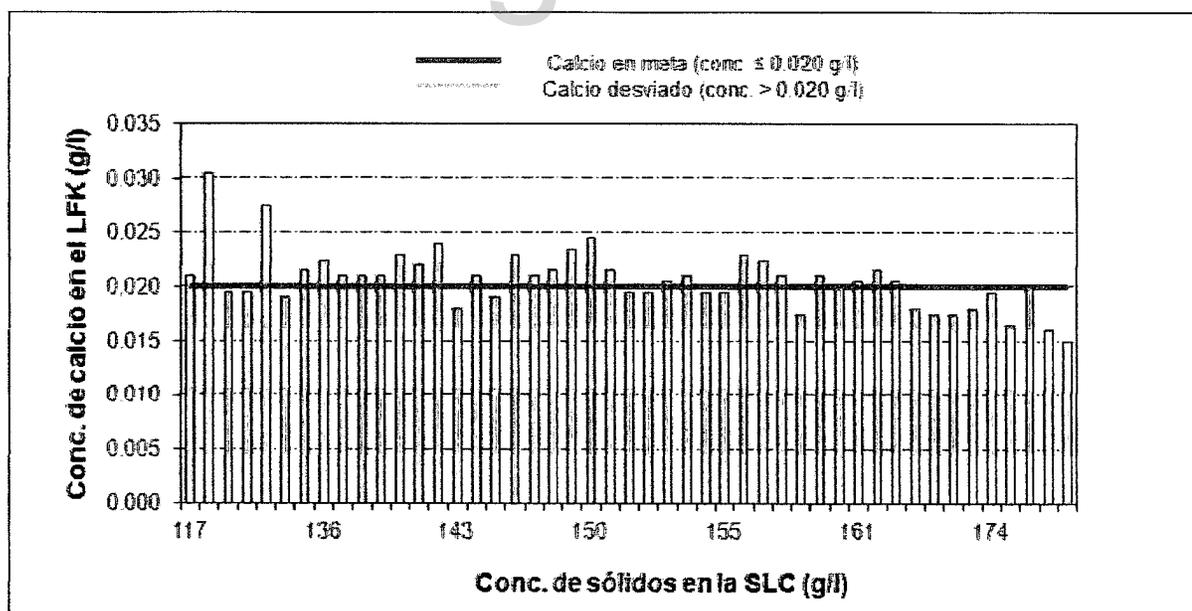


Figura 26. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC en la concentración de calcio del LFK.

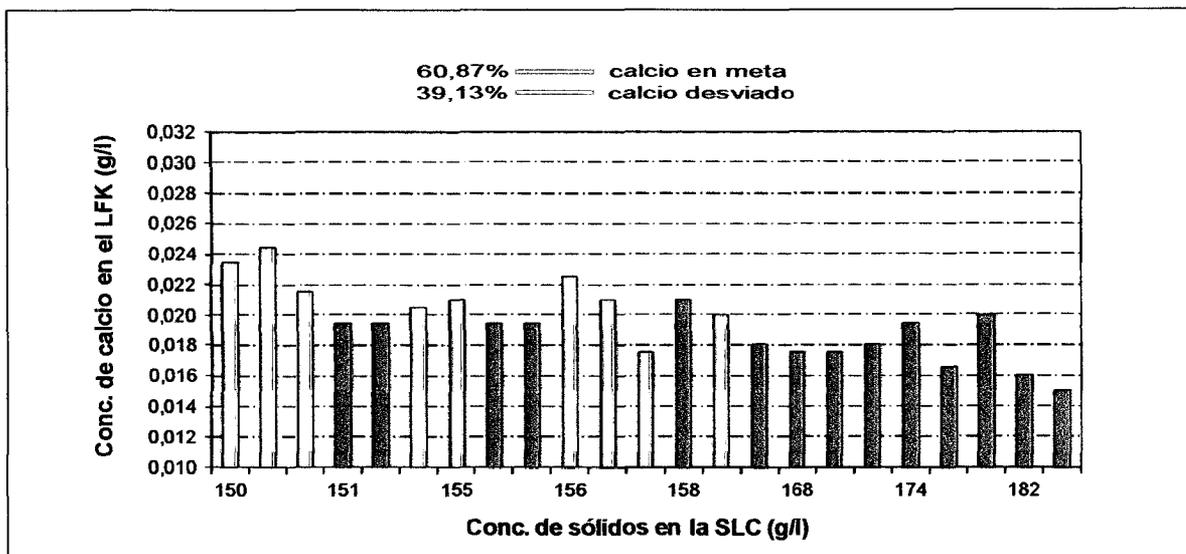


Figura 27. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (≥ 150 g/l) en la concentración de calcio del LFK.

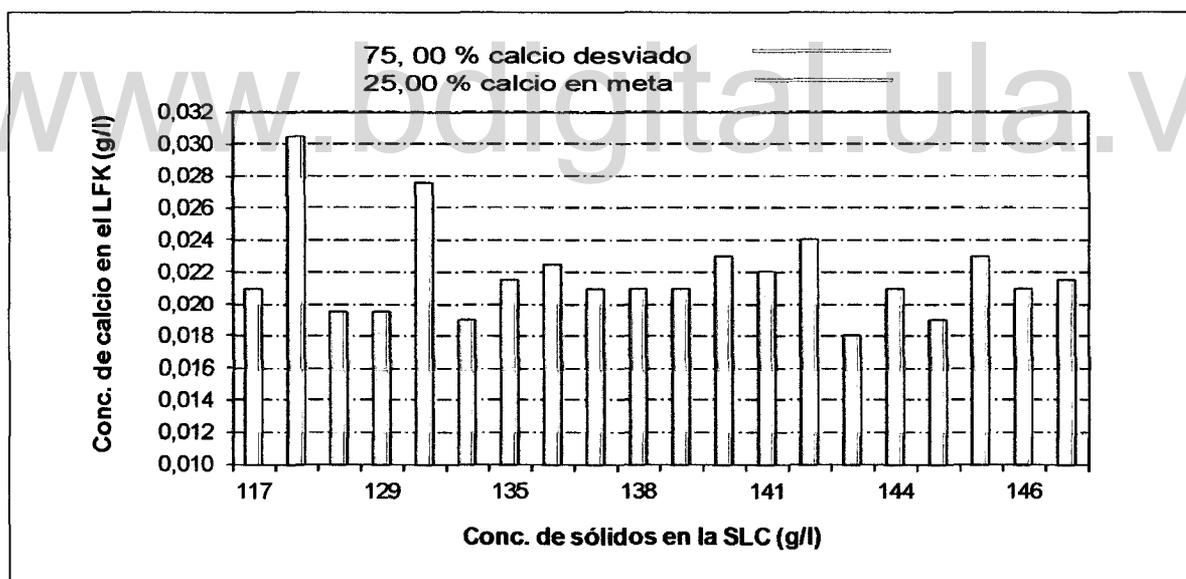


Figura 28. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (< 150 g/l) en la concentración de calcio del LFK.

El estudio de este parámetro con la planta en continuo indica que la mayor eficiencia del TCA, se obtiene al trabajar con un contenido de sólidos en la SLC > 150 g/l,

incluso para tener una menor desviación de calcio en el LFK se puede extender el contenido de sólidos a valores > 160 g/l. Por supuesto se comprobará con los respectivos análisis de laboratorio, para poder sugerir el cambio en la **Gerencia de Control de Calidad y Procesos**, ya que un incremento en la concentración de sólidos en la SLC implica un mayor consumo de cal, el cual es el tercer insumo empleado en la planta en orden de costo.

6.1.3 Efecto de la Concentración de Sólidos del TCA en la Concentración de Calcio del LFK.

De este parámetro no es mucha la información que se puede obtener del sistema en continuo, en primer lugar porque no se dispone de un valor de referencia debido a que no se mide como variable de proceso precisamente por no ofrecer un resultado rápido para el control del área, y al contrario se toma la velocidad de sedimentación del TCA por ser un reflejo indirecto del contenido de sólidos que se requieren en la SLC para formar un TCA de características apropiadas para la etapa de filtración.

De igual manera a pesar de no ofrecer resultados inmediatos se procedió a incorporar esta variable dentro de la investigación realizada con la planta en continuo. El comportamiento de tales sólidos se muestran en la figura 29 y como se evidencia no presentan una tendencia específica.

La variable en estudio no sólo depende de lo que ocurra dentro del tanque de reacción, sino también del tipo de cal que es uno de los reactivos involucrados. Esta es una de las razones por las cuales se realizarán ensayos en el laboratorio con los tres tipos de cal empleadas en la actualidad por la planta, con la finalidad de determinar el valor de la concentración sólidos del TCA más apropiado en todas las clases de cal o en cada caso en particular.

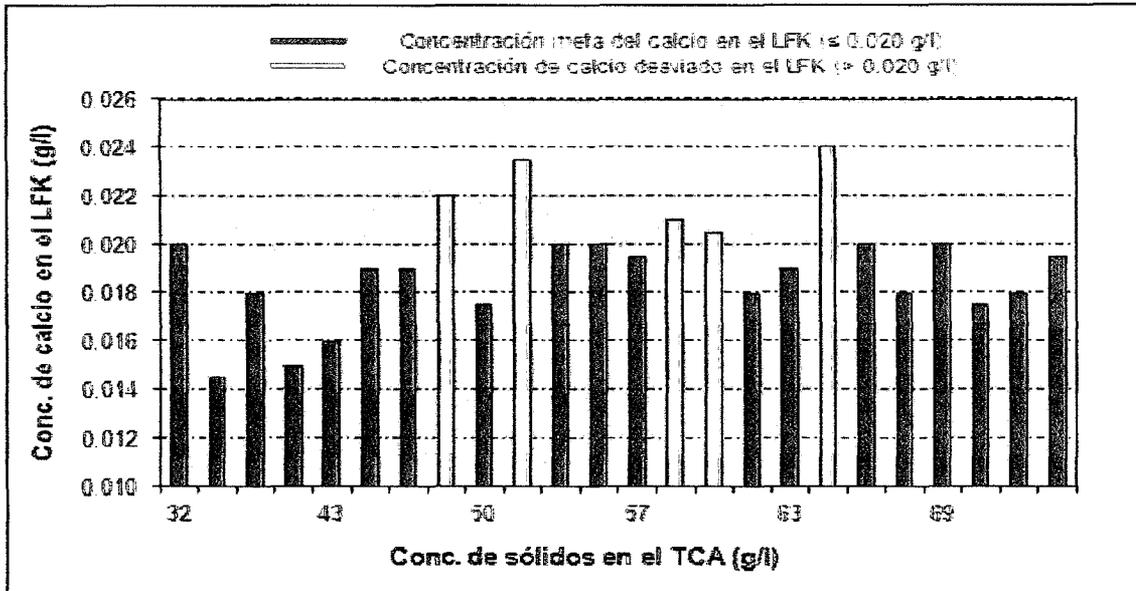


Figura 29. Efecto de la concentración de sólidos del TCA en la concentración de calcio del LFK.

6.1.4 Causticidad (A/C) del sistema SLC-LTR para producir TCA.

Este parámetro cuyo comportamiento se presenta en la figura 30, muestra una tendencia lineal con poca variación de los valores tomados a lo largo del período de muestreo; el rango en el cual oscila la causticidad (A/C) del sistema SLC-LTR-TCA, es de 0.71 - 0.75, número que concuerda muy bien con la referencia teórica, lo que indica hasta ahora que la variable se ha manipulado correctamente.

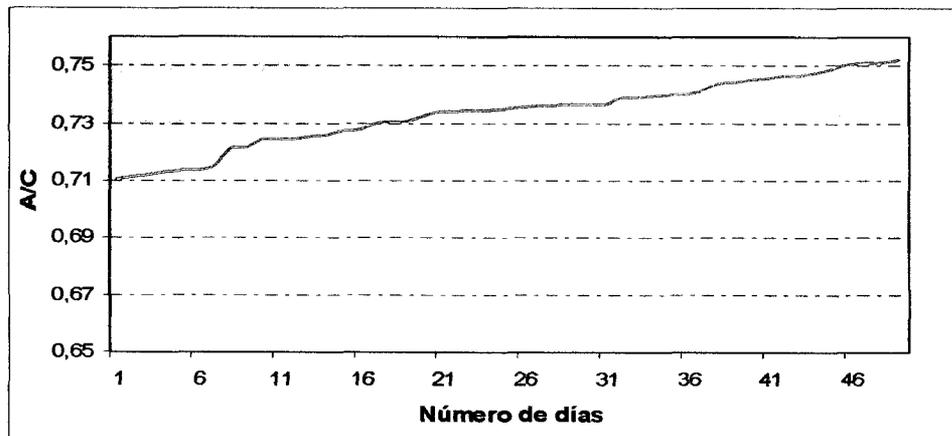


Figura 30. Comportamiento de la causticidad presente en el tanque de reacción del TCA.

6.1.5 Estequiometría Presente en el Sistema SLC-LTR para la Producción de TCA.

Recordando la **reacción 7** para producir TCA (Ver tabla 3), se conoce que por cada 3 moles de Ca(OH)_2 y 2 moles de NaAlO_2 (relación estequiométrica $\text{NaAlO}_2/\text{Ca(OH)}_2 = 0.67$) se producen 3 moles de TCA, esto se cumple si en la reacción hay conversión completa; pero como en la realidad siempre existen factores (**por ejemplo las impurezas**), que impiden que la reacción se lleve a cabo en un 100%, lo más conveniente es trabajar dentro de un rango para lograr una conversión hacia el producto (TCA) aceptable y de esta manera contribuir a mejorar la calidad del licor que se filtra, es decir obtener una concentración de calcio menor a 0.020 g/l, ya que de no ser así el coadyuvante formado no estaría cumpliendo con su función en el área de filtración.

En el tanque de reacción el rango de trabajo de la relación estequiométrica (LTR/SLC) que se puede establecer para producir un TCA, cuya calidad y proporción sean las apropiadas en la etapa de filtración, se encuentra entre **0.4 - 0.7** (figura 31) al alejarse de estos valores se producen desviaciones; presentándose un mayor incremento en la concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK) cuando la relación se encuentra por arriba del valor óptimo (**0.67**), lo que influye directamente en el producto final (alúmina) porque como ya se ha mostrado no cumpliría con el valor de calcio requerido por los estándares de calidad.

El equilibrio se rompe por exceso de uno de los dos reactivos y como consecuencia se ve reflejado en la concentración de calcio del licor de salida, por esta razón el alimentar en mayor proporción la SLC o el LTR, disminuye la eficiencia de producción de TCA.

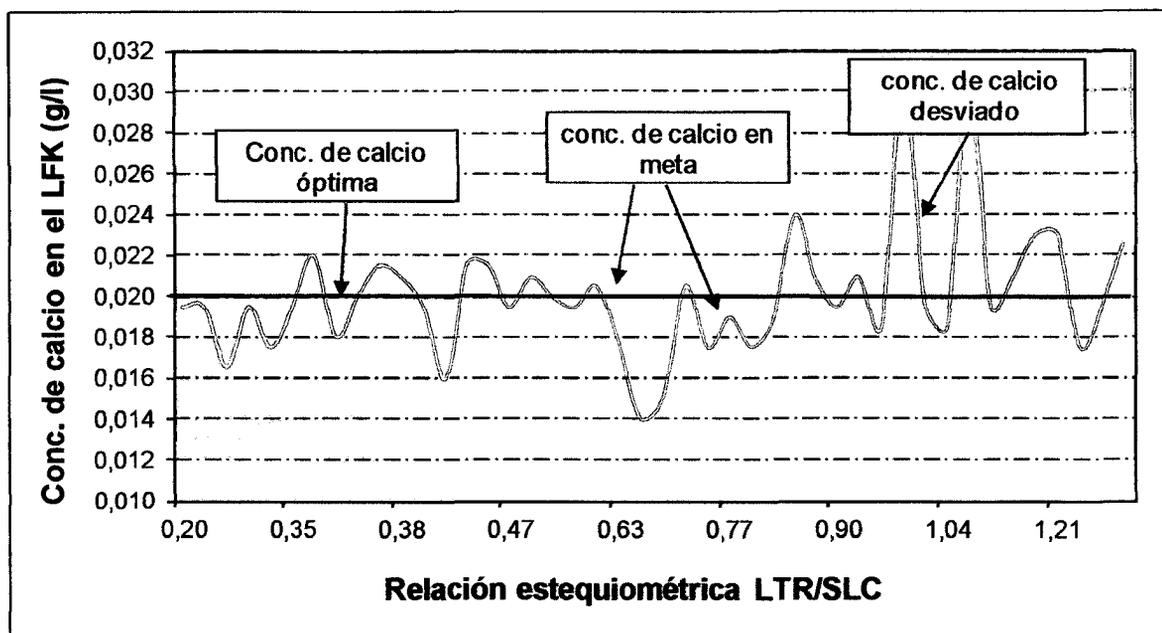


Figura 31. Efecto de la estequiometría en la concentración de calcio del LFK.

6.1.6 Efecto de los Flujos de Alimentación de SLC y LTR en la Concentración de calcio del LFK.

El efecto de los flujos de alimentación de SLC y LTR al tanque de reacción, se presentan en las figuras 32 y 33, cuya data se tomó diariamente del programa PHD (base de datos central), en un período aproximado de un mes. Al realizar el análisis de los flujos volumétricos de los dos reactivos, fue posible establecer un rango de operación que favorece la calidad y eficiencia del TCA en la etapa de filtración.

De acuerdo a lo observado en las figuras 32 y 33, el rango de operación más conveniente para la alimentación de SLC está entre $11 - 13 \text{ m}^3/\text{h}$, siendo el óptimo $12 \text{ m}^3/\text{h}$. En cuanto al flujo de LTR el rango más conveniente se encuentra entre $40 - 47 \text{ m}^3/\text{h}$. Por supuesto a la hora de controlar estos dos caudales debe también tomarse en cuenta la relación volumétrica LTR/SLC que se detallará más adelante.

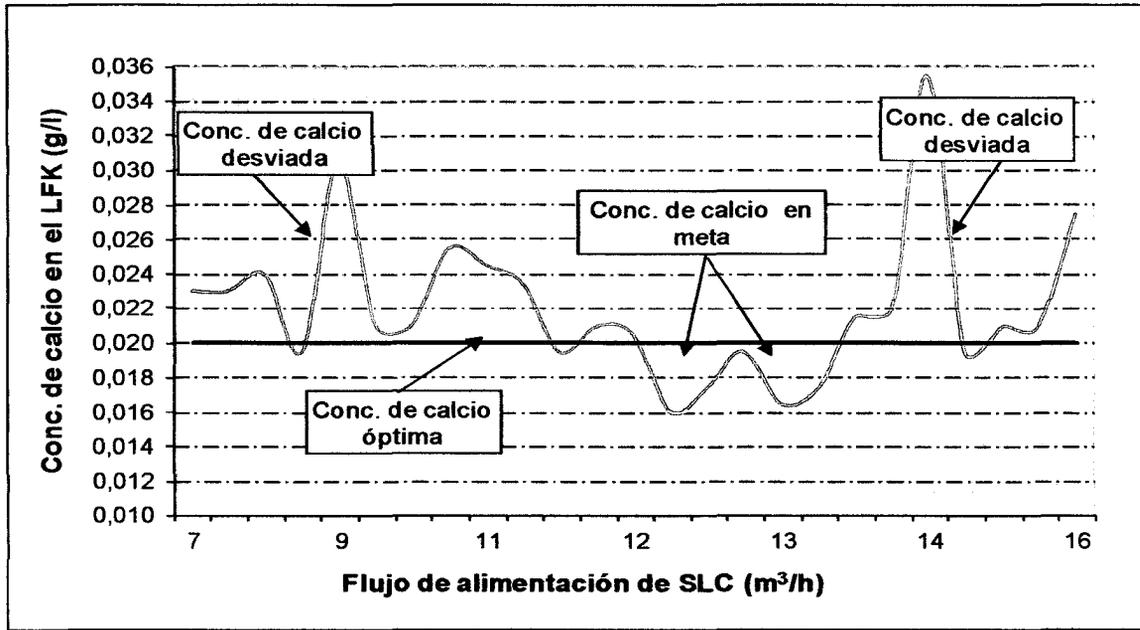


Figura 32. Efecto del flujo de alimentación de SLC al tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.

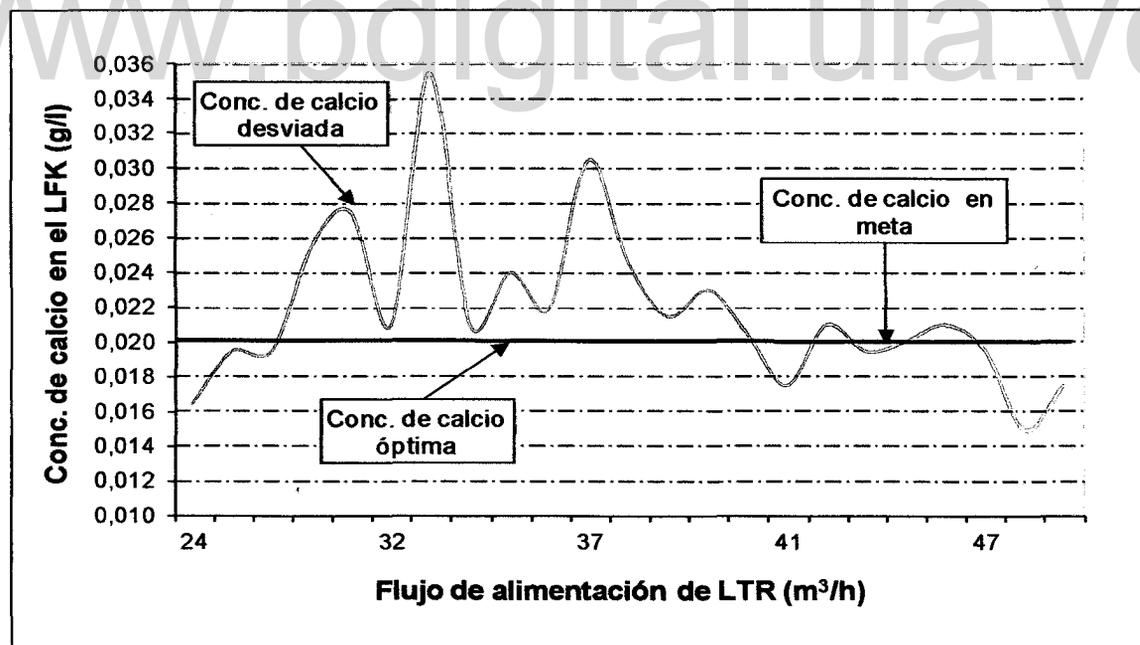


Figura 33. Efecto del flujo de alimentación de LTR al tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.

6.1.7 Comportamiento de la Sedimentación del TCA.

Al igual que los parámetros descritos anteriormente la sedimentación también se verifico en un lapso de tiempo aproximado de 20 días y el comportamiento durante ese período se muestra en la figura 34. Se puede ver a través del gráfico que este factor no presenta una tendencia específica hacia un valor fijo, lo cual se debe a que es una variable que se controla a conveniencia, es decir el operador observa cómo es la velocidad de separación entre las fases; si el caso es una sedimentación rápida, envía una señal de control para aumentar la concentración de sólidos del TCA a través de un incremento del flujo de alimentación de la SLC, al ocurrir el caso contrario la señal enviada es para disminuir la concentración de sólidos de nuevo manipulando el flujo de SLC.

Por supuesto al disminuir o aumentar los flujos para llevar este parámetro al valor de referencia establecido en años anteriores, se juega a su vez con la estequiometría y la relación de alimentación LTR/SLC, que en algunos casos favorece el sistema SLC-LTR-TCA, pero en otros no tanto, lo ideal es tomar como prioridad las variables mencionadas anteriormente antes de hacer algún ajuste.

El valor de sedimentación del TCA de referencia en planta es **65 %**, número que no es fijo lo cual se comprobó con el muestreo realizado, lo que sí se puede decir es que la mayoría de los datos se concentran en un rango entre **60 – 80 %**, pero como se ha expuesto previamente este valor no es constante y además depende de la condición de los reactivos que se estén alimentando a planta en ese momento.

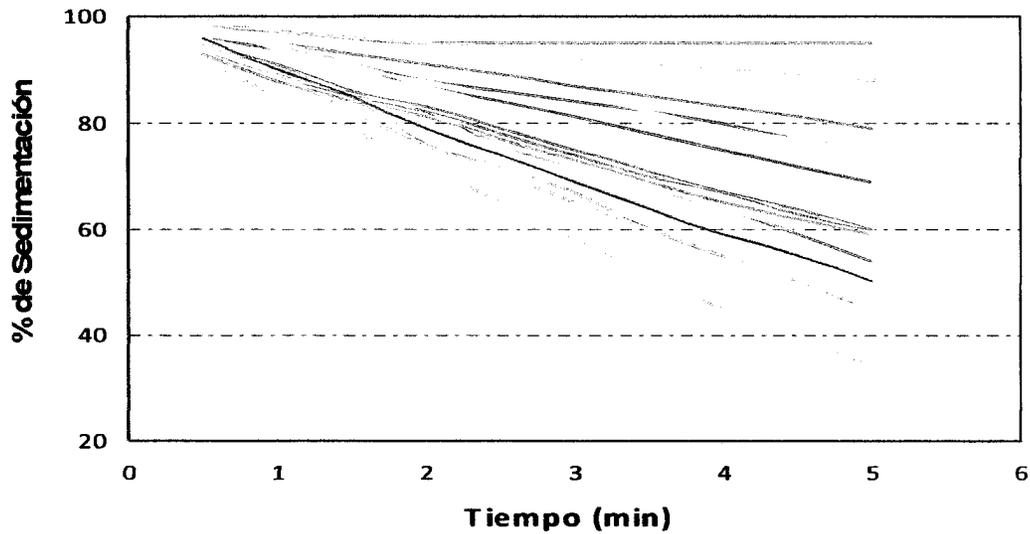


Figura 34. Comportamiento de la velocidad de sedimentación para una serie de muestras de TCA tomadas con la planta en continuo.

6.1.8 Relación Volumétrica entre el LTR y SLC Presente en el Tanque de Reacción del TCA.

En la figura 35 se presenta el comportamiento de la concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK) con respecto a los flujos de alimentación de los reactivos para producir aluminato tricálcico (TCA), el muestreo realizado indica que el rango más apropiado de la relación LTR/SLC para controlar la reacción del coadyuvante se encuentra entre 2 y 4 $\text{m}^3\text{LTR}/\text{m}^3\text{SLC}$, ya que como se aprecia en la gráfica en ese intervalo es donde existe la menor cantidad de desviaciones de la concentración del calcio con respecto al valor de referencia (0.020 g/l).

De acuerdo a los resultados obtenidos de la revisión de esta variable, se puede señalar que al mantener el número de la relación LTR/SLC, la calidad y cantidad del TCA es suficiente para lograr una remoción de impurezas en el LFK adecuada, por supuesto cabe destacar que al igual que los demás parámetros deben ir de la mano para lograr incrementar la eficiencia en el área.

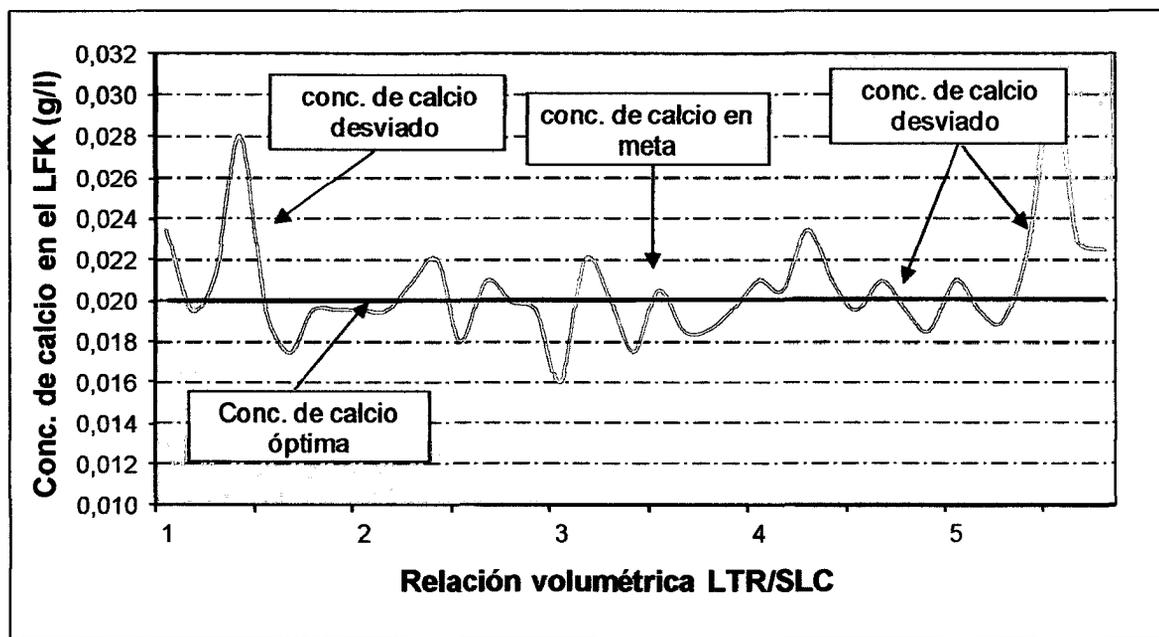


Figura 35. Efecto de la relación volumétrica LTR/SLC en la concentración de calcio del LFK.

6.1.9 Tiempo de Residencia en el Tanque Reactor del TCA.

El tiempo de residencia (Ver apartado 3.5.5) en el tanque reactor para producir TCA, se revisó diariamente para observar su efecto en la variable de salida, es decir la concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK); su comportamiento se muestra en la figura 36 donde se aprecia que no es significativa la influencia de este parámetro sobre la concentración de calcio en el LFK, ya que tiende a oscilar cerca del valor de referencia que es 0.020 g/l, indicando de esta manera que el valor establecido para llevar a cabo la reacción es acertado y se encuentra alrededor de **1 a 2 horas**, tiempo suficiente para formar el TCA.

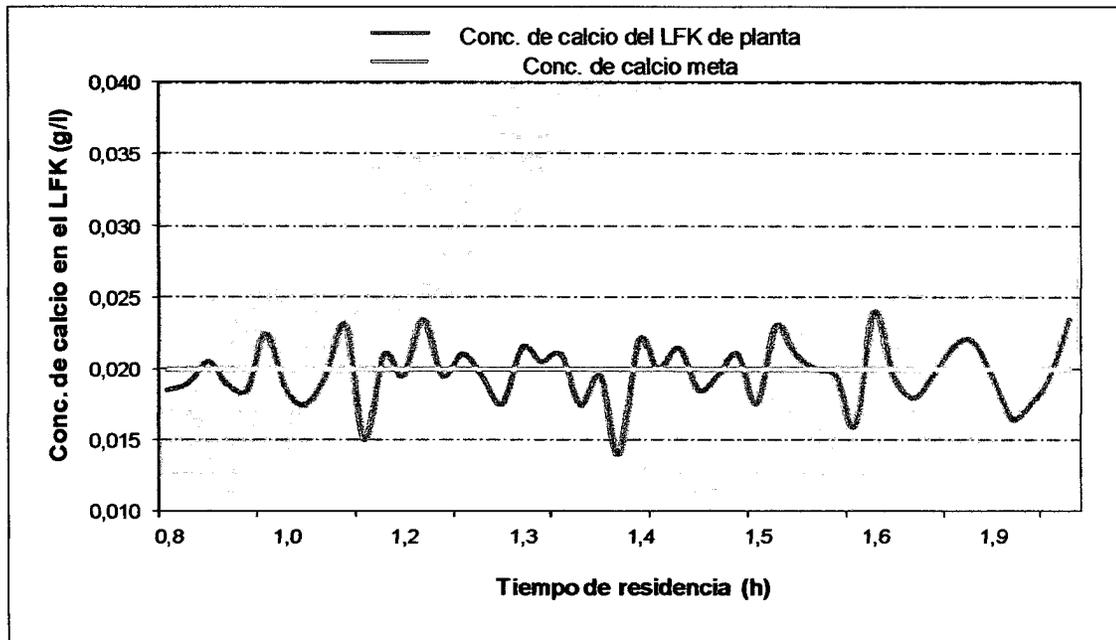


Figura 36. Efecto del tiempo de residencia del tanque reactor de TCA en la concentración de calcio del LFK.

6.1.10 Relación Química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en el TCA.

En el TCA una de las principales características posterior a su formación es su composición química, en la cual los componentes que se encuentran en mayor proporción son el calcio y la alúmina, también existen otros componentes en menor cantidad incluso a nivel de trazas (SiO_2 , Fe_2O_3 , Na_2O , TiO_2).

A diferencia de los demás parámetros revisados diariamente, esta variable (relación química) no se mide, porque al igual que la concentración de sólidos en el TCA no se toma en cuenta para corregir alguna acción de control en el área de filtración, lo cual no es correcto porque existe fundamento teórico (Ver apartado 3.5.4) acerca del valor de la relación química entre el $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$, que por supuesto no es un parámetro definitivo que indica la calidad del coadyuvante ya que pueden estar presentes otros componentes que afectan su formación, pero por lo menos da un indicio sobre la eficiencia de la reacción para producir el TCA.

Sin embargo a pesar de no llevar una data diaria, la información disponible de análisis realizados en años anteriores es amplia y permite realizar un estudio detallado que ayuda a establecer un rango de trabajo para el control del área de filtración. Es importante aclarar que tal conclusión se reforzará con los respectivos ensayos realizados en el laboratorio.

Como se muestra en la figura 37 (datos de planta), el intervalo de la relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ que favorece a una menor concentración de calcio en el LFK se encuentra $1 \leq \text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 < 1.5$; al incrementarse el número de esta relación aumenta también la concentración de calcio como se aprecia en la gráfica.

Si al realizar los estudios de laboratorio se comprueba lo observado en planta, esta sería una manera sencilla y rápida de evaluar la eficiencia de la reacción y a su vez obtener si se controlaron correctamente todas las variables de operación involucradas en la producción del TCA.

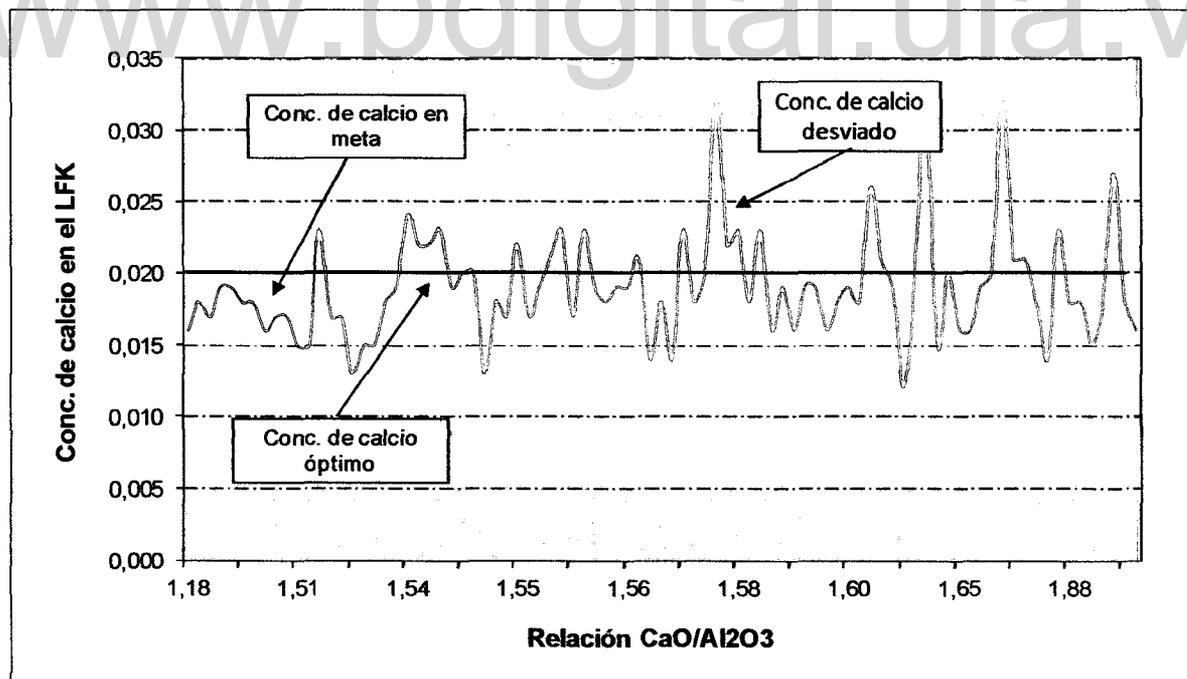


Figura 37. Efecto de la relación $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK.

6.1.11 Mineralogía del TCA y su Efecto en el Licor Filtrado Kelly (LFK).

Se observa en la figura 38, que la cantidad de hidrogrosularia (**hGr**) (Ver apartado 3.3.1) formada de la reacción entre la SLC y el LTR, tiene un gran efecto en la concentración de calcio del LFK.

En la gráfica se ve claramente que el valor donde comienza el descenso en la concentración del calcio es a partir de 97 %, por debajo de este porcentaje se evidencia gran cantidad de desviaciones en la variable de interés, lo que ratifica una vez más que cuando la reacción ocurre eficientemente se obtiene la cantidad de TCA necesaria para eliminar el mayor número de impurezas presentes en el licor.

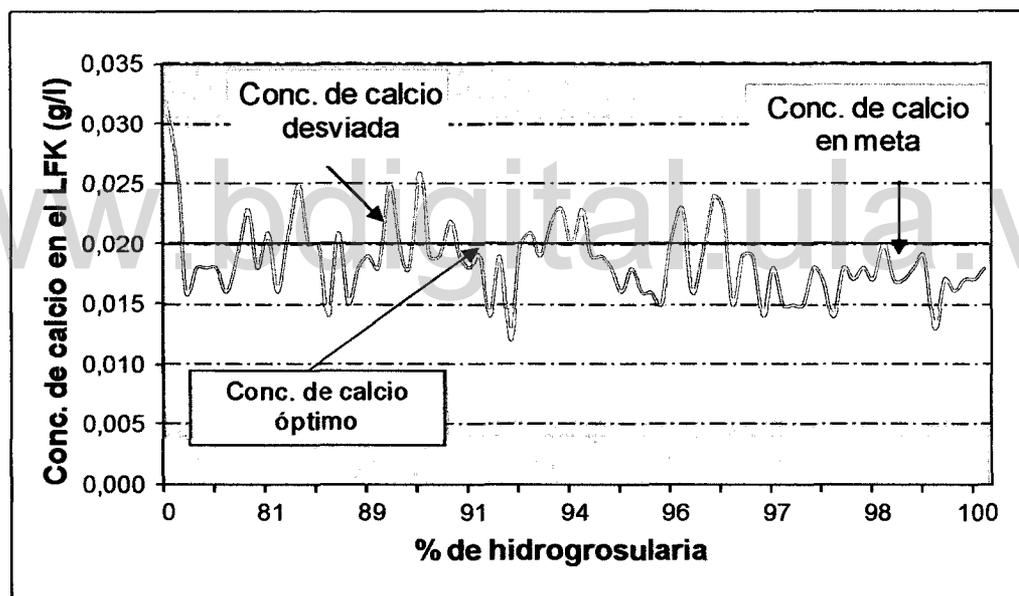


Figura 38. Porcentaje de hidrogrosularia formado y su efecto en la concentración de calcio en el LFK.

Considerando que la hidrogrosularia es producto de un alto porcentaje de conversión, se necesita que factores como: concentración de sólidos de la SLC, temperatura de la SLC y del tanque de reacción del TCA, tiempo de residencia, flujos de alimentación (LTR y SLC) y relación estequiométrica, funcionen correctamente para que contribuyan a la formación de un TCA de características adecuadas para la etapa de filtración.

Otro punto importante de destacar es que no todo tipo de hidrogrosularia que procede de la reacción entre el LTR y la SLC, favorece la filtración en el proceso BAYER de C.V.G-BAUXILUM, debido a que el comportamiento del sistema SLC-LTR-TCA, es característico de cada planta por el tipo de materia prima empleada.

En la figura 39 se muestra el efecto del tipo de hidrogrosularia en la concentración de calcio del LFK. Al ver el comportamiento en la gráfica se puede indicar que cuando aparecen hidrogrosularias del tipo **hGrb** y **hGrl** (Ver apartado 3.3.1) el TCA es más eficiente en la etapa de filtración (valores de calcio por debajo de **0.020 g/l**), existen otras hidrogrosularias que también ofrecen resultados aceptables, pero las **hGr** que presentan menor desviación de la concentración de calcio en el LFK de C.V.G-BAUXILUM planta son las ya mencionadas.

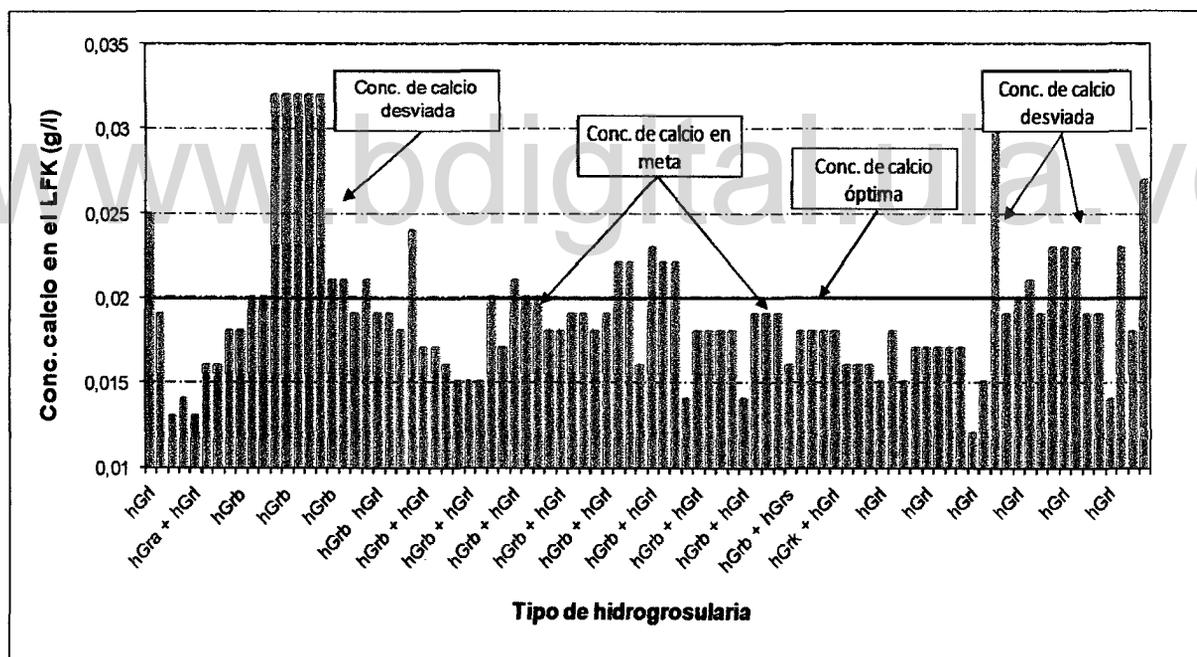


Figura 39. Efecto del tipo de hidrogrosularia en la concentración de calcio en el LFK.

Las figuras 40 y 41 muestran la formación adecuada del TCA, en donde se observa un difractograma definido, así como los picos característicos de la hidrogrosularia existente, facilitando la evaluación e interpretación de los resultados; para el caso contrario

(figuras 42 y 43) cuando ocurren reacciones colaterales que solapan la hidrogrosularia, el difractograma es una figura poco definida que no permite visualizar si hubo o no formación de TCA, dificultando de esta manera la interpretación del análisis y desfavoreciendo el proceso (calcio desviado > 0.020 g/l); en general este comportamiento se presenta cuando hay presencia de carbonatos en el sistema.

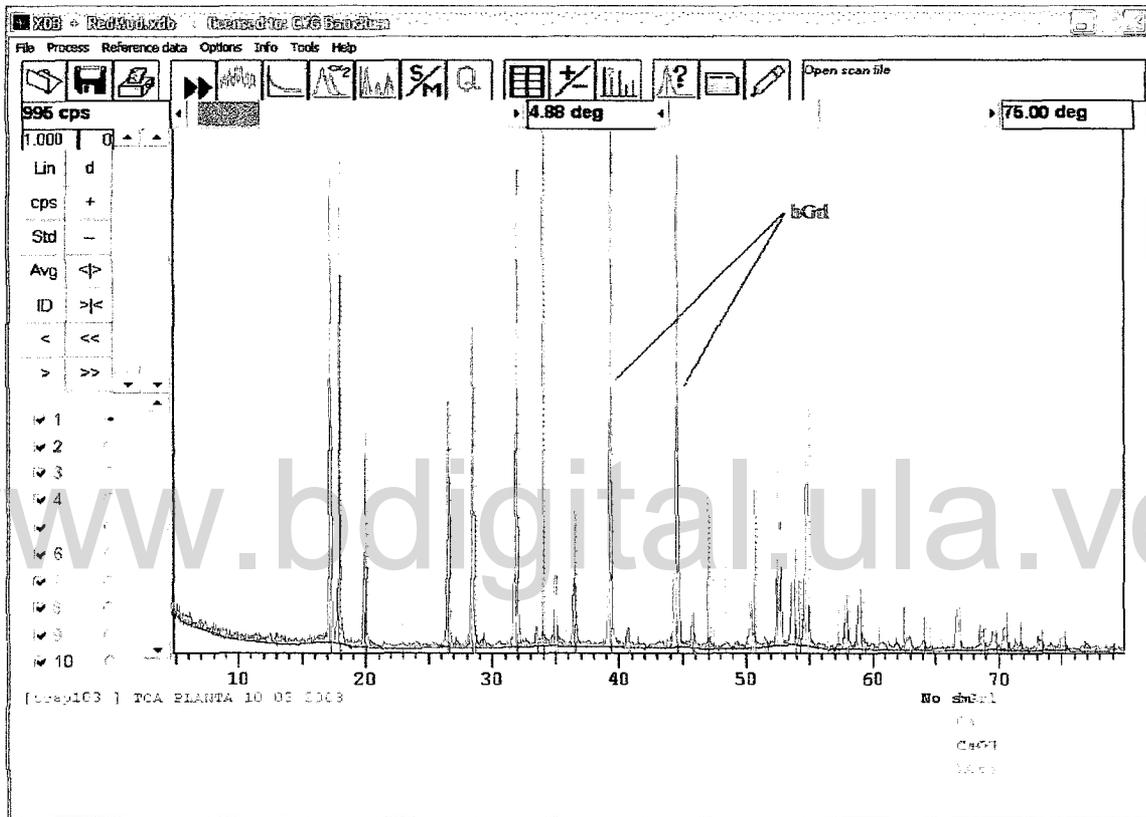


Figura 40. TCA constituido en su mayoría por hGrl.

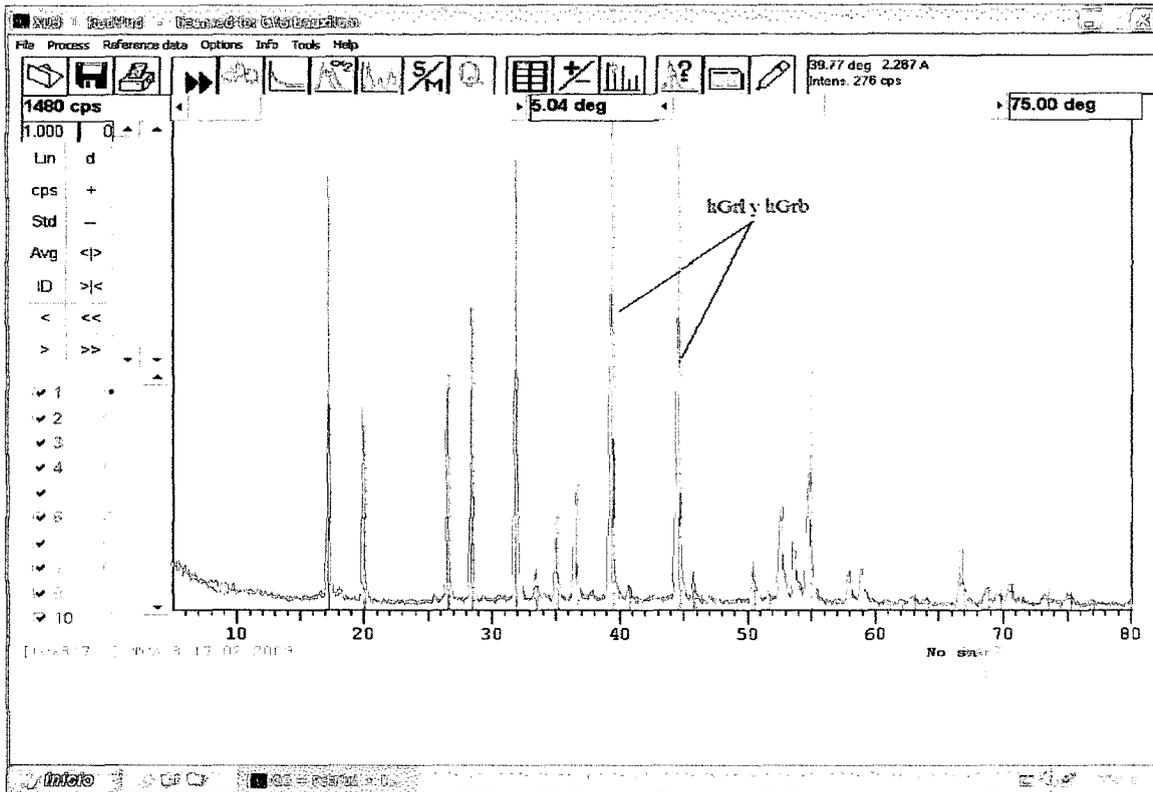


Figura 41. TCA constituido en su mayoría por hGrb + hGrI.

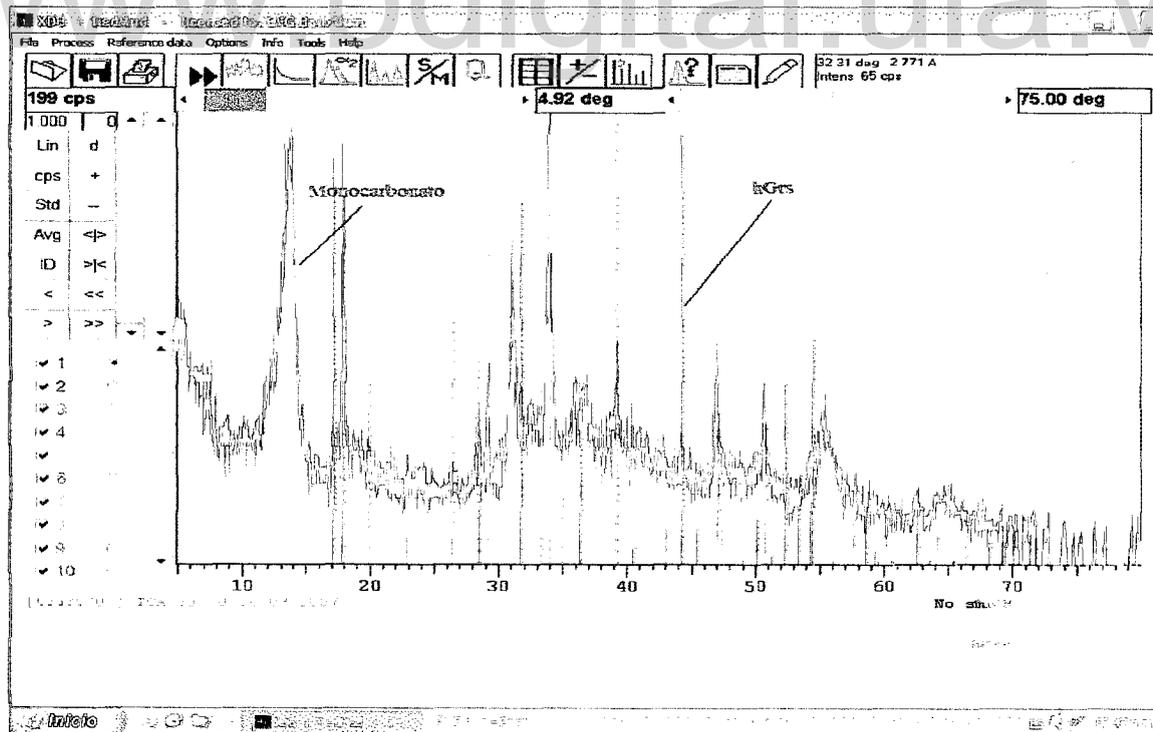


Figura 42. Formación de la hidrogrosularita hGrs y presencia de monocarbonatos.

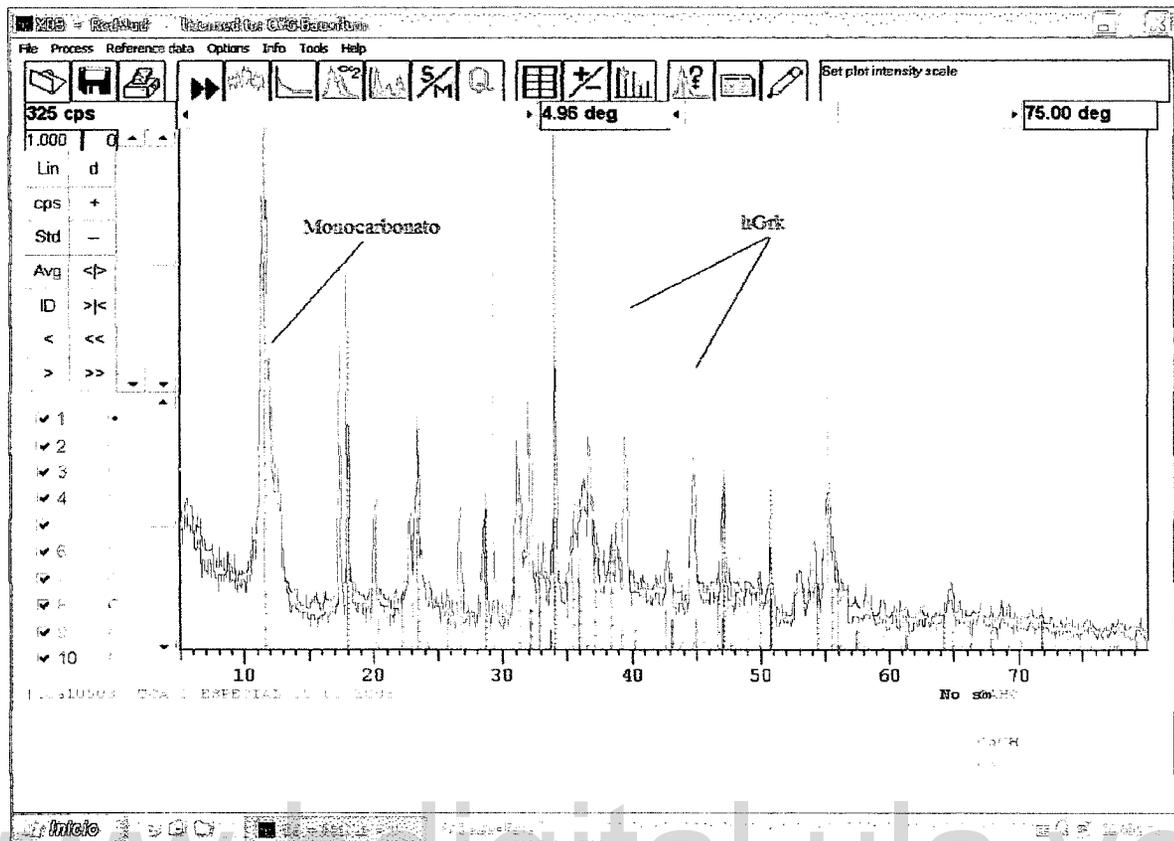


Figura 43. Formación de la hidrogrosularita hGrk y presencia de monocarbonatos.

6.1.12 Relación de Filtración (LTR/TCA).

En la figura 44 se observa que la relación LTR/TCA, no tiene un efecto significativo en la concentración de calcio del licor filtrado Kelly (LFK), en líneas generales su valor no afecta la calidad del LFK, pero es importante señalar que a pesar de ser un parámetro que no provoca un gran cambio en la variable de interés, está sujeta al tipo de materia prima (cal) que se emplea para preparar el aluminato tricálcico (TCA). Por esta razón será evaluada en el laboratorio para estudiar con mayor detalle su efecto en el producto de salida.

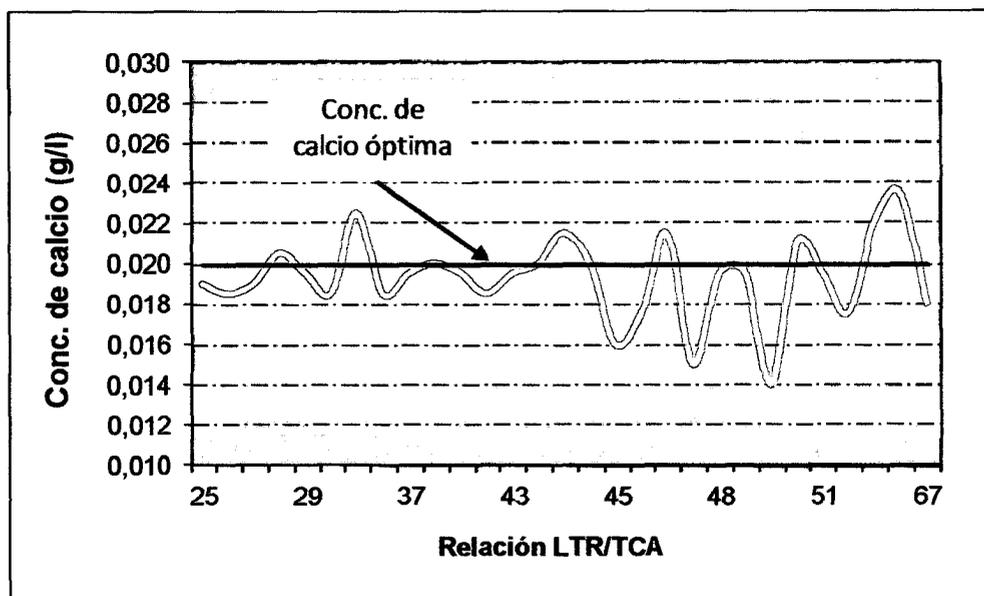


Figura 44. Efecto de la relación LTR/TCA en la concentración de calcio del LFK.

6.1.13 Velocidad de Filtración.

La velocidad de filtración es una variable que no está involucrada con la calidad del licor filtrado Kelly (LFK), sino con la condición hidráulica del sistema; por supuesto su análisis no deja de ser importante, a pesar de que el mayor interés en esta investigación es el efecto de todos los parámetros en la producción del TCA y por ende sobre la concentración de calcio en el LFK.

Lo ideal en planta es lograr mantener una velocidad de filtración $\geq 15 \text{ l/m}^2 \cdot \text{min}$, lo cual no es sencillo porque este parámetro depende de la producción y está sujeto a sufrir cambios, siendo esta situación de preocupación en el área de producción para cumplir con los dos requerimientos más importantes de la etapa de filtración de seguridad como lo son: la calidad del LFK y la condición hidráulica del sistema.

En la figura 45 se presenta el comportamiento de la velocidad de filtración en función del flujo de alimentación (LTR+TCA) por número de filtros en operación, se observa en esta gráfica que a flujos menores de $260 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{Filtro}$ la condición hidráulica no

es la requerida ($< 15 \text{ l/m}^2 \cdot \text{min}$), en cambio con flujos a partir de $300 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{Filtro}$ se ve una mejoría en la velocidad acercándose al valor óptimo. Se debe acotar que no hay data con flujos $> 300 \text{ m}^3/\text{h} \cdot \text{Filtro}$ porque durante los meses de la investigación la productividad se mantuvo baja.

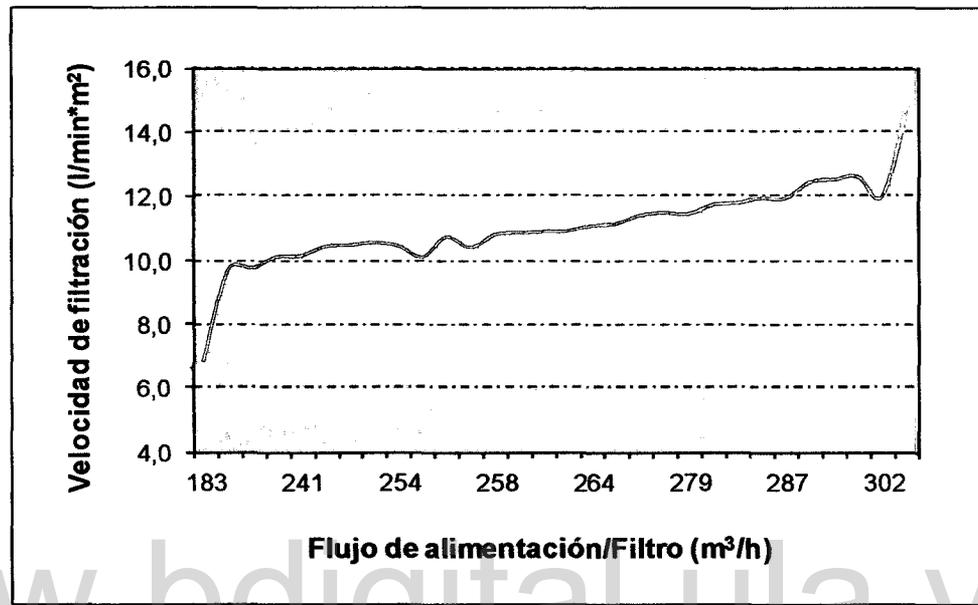


Figura 45. Comportamiento de la velocidad de filtración con respecto al flujo de alimentación.

La velocidad de filtración no sólo depende del flujo que circula por los filtros sino también de la cantidad de filtros y la calidad del TCA, ya que si la calidad del licor turbio de rebose (LTR) o la cal (SLC) varían, el coadyuvante no va tener las mismas características pudiendo generar problemas que también afectan la condición hidráulica del sistema.

6.2 Evaluación del Sistema SLC-LTR-TCA, Mediante la Realización de Pruebas de Laboratorio.

Antes de comenzar con los análisis, es importante aclarar que las pruebas realizadas en el laboratorio consisten en variar la cantidad de agua añadida al sistema SLC-LTR, con la finalidad de simular la dilución de la suspensión de lechada de cal (SLC) en planta. Las condiciones de alimentación y filtración LTR/SLC y LTR/TCA escogidas son las utilizadas comúnmente en planta, por supuesto los detalles de cada prueba se especificaron en la metodología de investigación (Ver apartado 5).

Los Parámetros Estudiados fueron los Siguietes:

6.2.1 Temperatura.

La temperatura de reacción para todos los casos analizados se estableció en un valor cercano a 95 °C, valor recomendado en la literatura [1], se quiere verificar con esto si en los tres tipos de cal este parámetro favorece la reacción para formar el aluminato tricálcico (TCA), efecto que será observado en el estudio mineralógico que se describe más adelante.

6.2.2 Tiempo de Reacción.

Es otro parámetro que se mantuvo fijo en todas las pruebas, ya que al realizar el estudio de la planta en continuo se pudo verificar que es una de las variables que no tiene mayor efecto en la concentración de calcio del LFK, estableciéndose un valor cercano al de planta para llevar a cabo la reacción el cual es 1 hora.

6.2.3 Características del LTR para Producir TCA.

Los parámetros que tienen influencia sobre la concentración del calcio en el LFK son: la concentración de sólidos en la SLC y TCA, estequiometría de la reacción, flujos de alimentación de LTR y SLC, relación de filtración LTR/TCA, sedimentación, mineralogía y relación química del TCA. Por tal motivo se prefirió dejar constante todos los parámetros que involucran al licor (LTR) los cuales son: causticidad, fracción molar, contenido de

carbonatos, calcio y sílice a la entrada del tanque de reacción, porque son propiedades que se conservan relativamente constantes en el proceso Bayer de C.V.G-BAUXILUM planta (Ver Tabla 6).

Tabla 6. Caracterización del licor turbio de rebose (LTR).

Na₂O_{II}/Na₂O_{TOTAL} (A/C)	0,74
SiO₂ (g/l)	0,95
CaO (g/l)	0,019
FMC (g/l)	1,36
Na₂CO₃ (g/l)	37,3
Sólidos del LTR (mg/l)	200

6.2.4 Efecto de la Concentración de Sólidos de la Suspensión de Lechada de cal (SLC) en la Concentración de Calcio del Licor Filtrado Kelly (LFK).

a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.

En la figura 46 se indica el efecto de la concentración de sólidos de la SLC ≤ 140 g/l a una relación de alimentación al filtro 50/1, observándose claramente desviaciones para los tres tipos de cal, por supuesto a medida que desciende la cantidad de sólidos en la lechada el incremento del calcio en el LFK es mayor, lo que tiene lógica ya que al añadir agua en exceso al sistema se rompe el equilibrio químico de la reacción (Ver Tabla 3, reacción 7), impidiendo de esta manera que ocurra una formación adecuada de TCA. Este comportamiento se presenta en la cal de Colombia y Guatemala 6 mm, en el caso de la cal de Guatemala 4 mm, el impacto de la concentración de sólidos de la SLC es leve.

La figura 47 donde se trabaja en un rango de SLC entre 113 – 170 g/l, a una relación de filtración LTR/TCA = 60/1; la cal Colombiana tiende a disminuir la concentración de calcio a medida que los sólidos de la SLC se incrementan y en 170g/l no se observan desviaciones de la variable en estudio (valores < 0.020 g/l de calcio en el LFK).

Mientras que el comportamiento en la cal de Guatemala 4 y 6 mm no es específico, lo que no permite realizar un análisis concreto acerca de la concentración de sólidos en la SLC al trabajar con esta materia prima, indicando en un primer análisis que no es adecuada para utilizarla en planta.

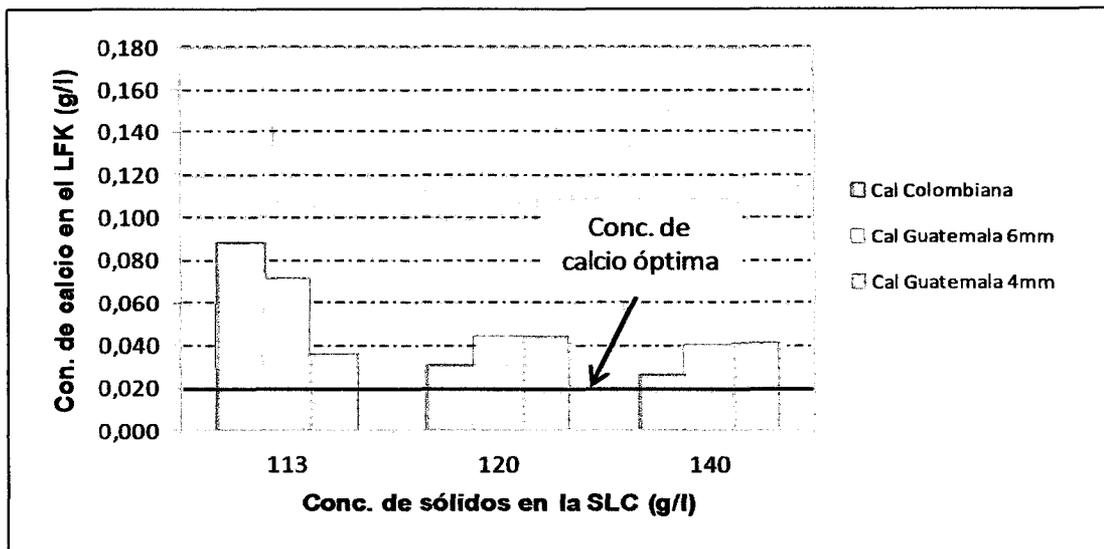


Figura 46. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1) en la concentración de calcio del LFK.

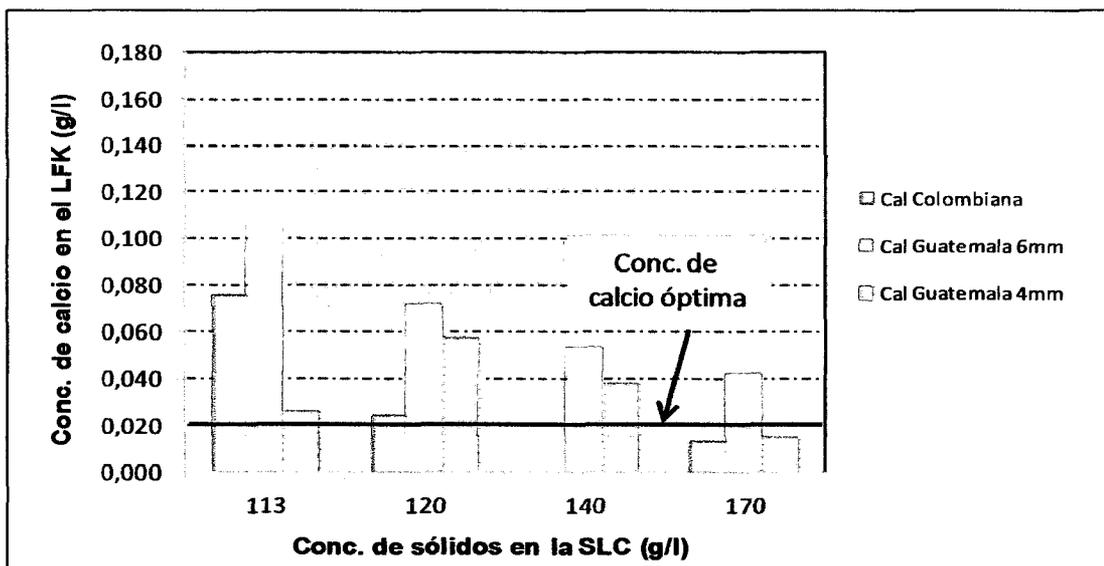


Figura 47. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 60/1) en la concentración de calcio del LFK.

b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.

En la figura 48 que se muestra a continuación, se observa mayor discrepancia en los resultados es decir, los tres tipos de cal muestran ciertos rangos donde no funcionan, por ejemplo la cal de Colombia tiende a incrementar los valores de la concentración de calcio cuando su concentración de sólidos en la SLC se encuentra entre 120-140 g/l, mientras que en los extremos tiende a disminuir (113 y 170 g/l), de igual manera sucede con la cal de Guatemala 4 y 6 mm.

De acuerdo a los resultados obtenidos anteriormente de este análisis se puede indicar que la relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, no favorece a ninguno de los tres tipos de cal (Colombiana, Guatemala 4 y 6 mm), en el sentido de que no se puede fijar un rango de trabajo específico de la concentración de sólidos en la SLC debido a la oscilación que se observa en el sistema.

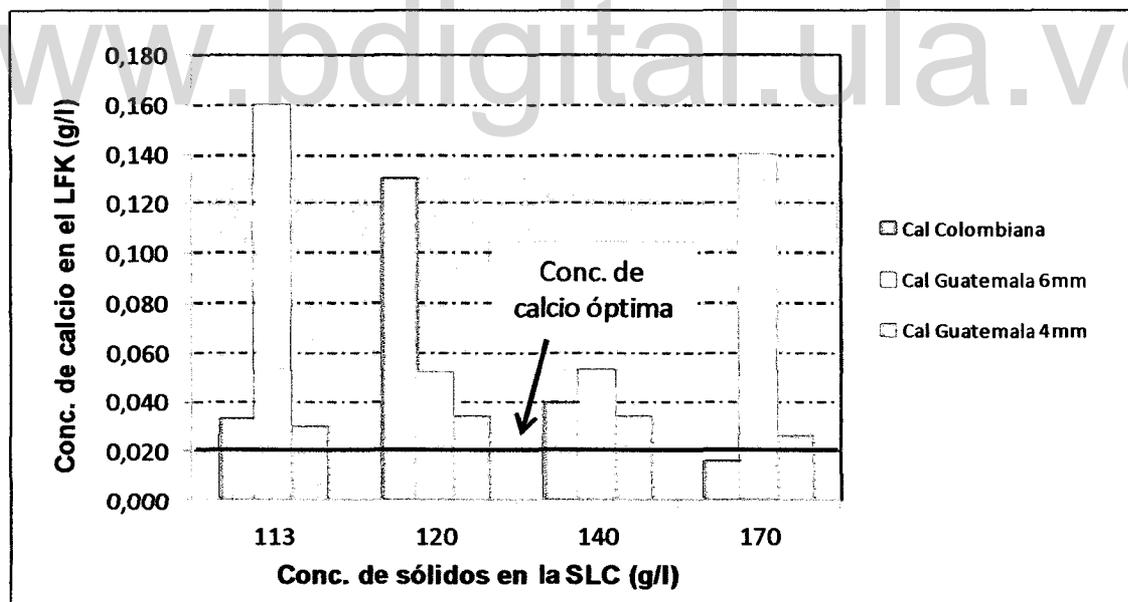


Figura 48. Efecto de la concentración de sólidos de la SLC (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1) en la concentración de calcio del LFK.

De los puntos a y b expuestos previamente:

La cal que ofrece mayor eficiencia para los casos presentados previamente, es la de Colombia porque muestra una tendencia marcada de mejorar la calidad del licor filtrado Kelly (LFK) al incrementar la concentración de sólidos en la SLC hasta a un valor de 170 g/l y una relación de alimentación $LTR/SLC = 2.5/1$. En cambio la cal de Guatemala 4 y 6 mm no tienen un comportamiento específico, lo que no permite concluir acerca de un valor en la concentración de sólidos de la SLC conveniente para su uso en la planta.

6.2.5 Efecto de la Concentración de Sólidos del Aluminato Tricálcico (TCA) en la Concentración de Calcio del LFK.

a) Relación de alimentación $LTR/SLC = 2.5/1$ y filtración $LTR/TCA = 50/1$ y $60/1$.

En la figura 49, donde se presenta la concentración de sólidos del TCA (puro) versus la cantidad de reactivo ($LTR+SLC$), se puede observar que la concentración de los sólidos del ayudante de filtración obtenidos a partir de la cal Colombiana, son los que presentan el comportamiento más cercano a los que inicialmente se calcularon en teoría (Ver **Anexo A**, Tabla 8).

Los otros dos casos pertenecientes a la cal de Guatemala 4 y 6 mm respectivamente presentan un comportamiento totalmente contrario, en la de 4 mm el contenido de sólidos disminuye mientras que en la de 6 mm supera los teóricos calculados.

Por supuesto para proponer un valor de la concentración de los sólidos del TCA que permita conseguir una eficiencia aceptable en la etapa de filtración; se graficó la concentración de calcio del licor filtrado Kelly (LFK) versus el contenido de sólidos del TCA.

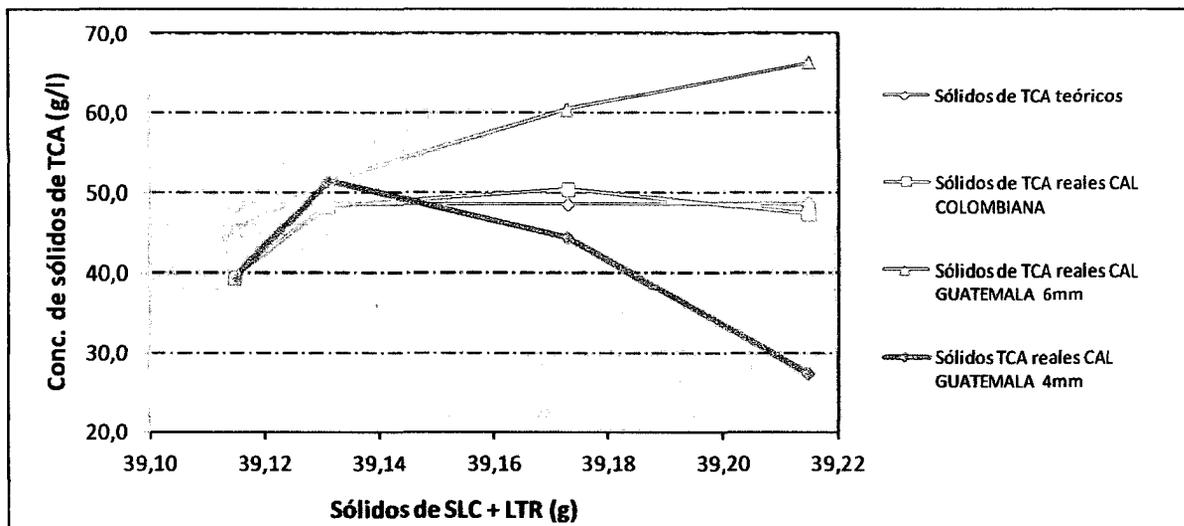
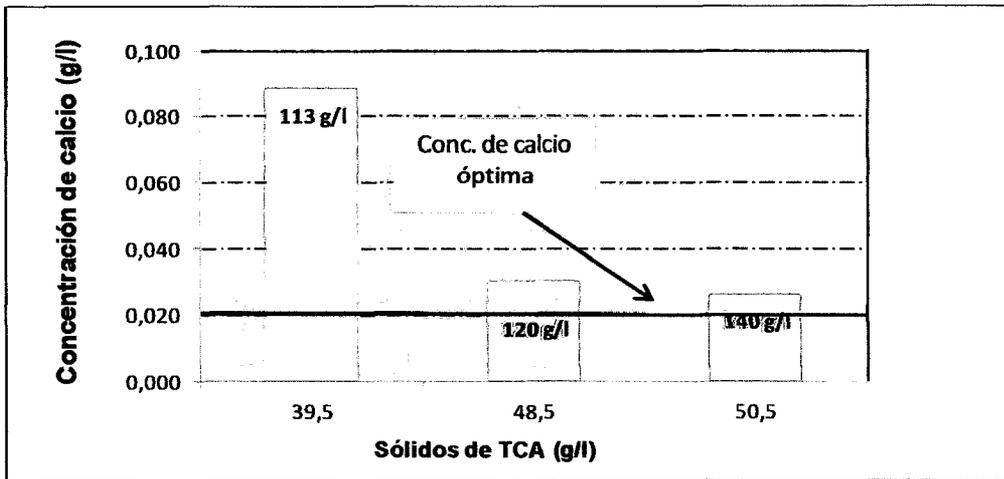


Figura 49. Efecto de la alimentación $LTR/SLC = 2.5/1$ en la concentración de sólidos del TCA.

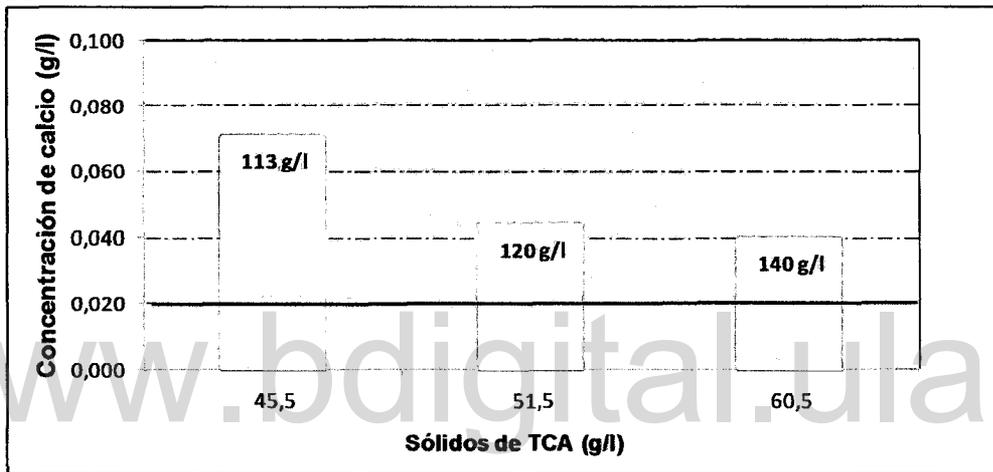
En las figuras 50 y 51 se muestra el efecto de la concentración de sólidos de TCA (al utilizar los diferentes tipos de cal) en la concentración de calcio del LFK.

Al analizar las dos gráficas se puede señalar que la cal Colombiana y Guatemala 6 mm presentan una tendencia similar al incrementar el contenido de sólidos en el TCA, pero sólo la cal Colombiana (figura 51) cumple con el calcio meta (≤ 0.020 g/l) al utilizar una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l. Al contrario la cal de Guatemala 4 mm (figura 50) incrementa la concentración de calcio (> 0.020 g/l) en el LFK cuando la cantidad de TCA es mayor.

Es importante señalar que dependiendo de la relación LTR/SLC , así como de la concentración de sólidos de la SLC que se utilice se obtiene la cantidad de TCA necesario para la etapa de filtración; en el caso de la cal Colombiana se requiere una concentración de sólidos de TCA alrededor de 48 g/l para mantener la concentración de calcio ≤ 0.020 g/l. La cal de Guatemala 4 y 6 mm no presentan una tendencia específica, por lo tanto no se puede conocer la cantidad de TCA conveniente para el sistema SLC-LTR-TCA al utilizar esta materia prima. a) Cal Colombiana



b) Cal Guatemala 6 mm



c) Cal Guatemala 4 mm

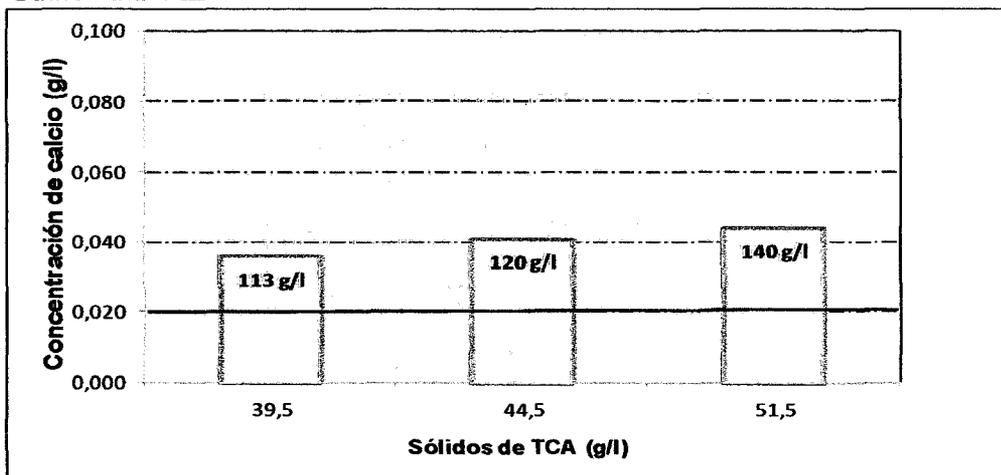
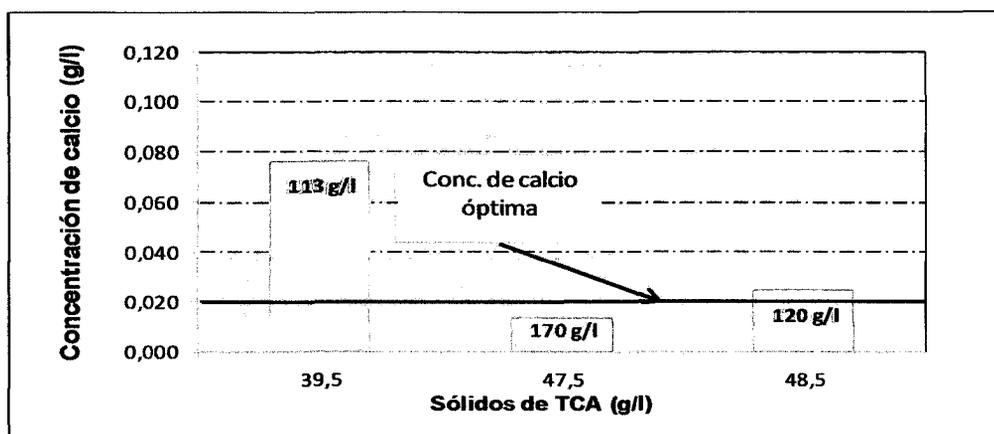
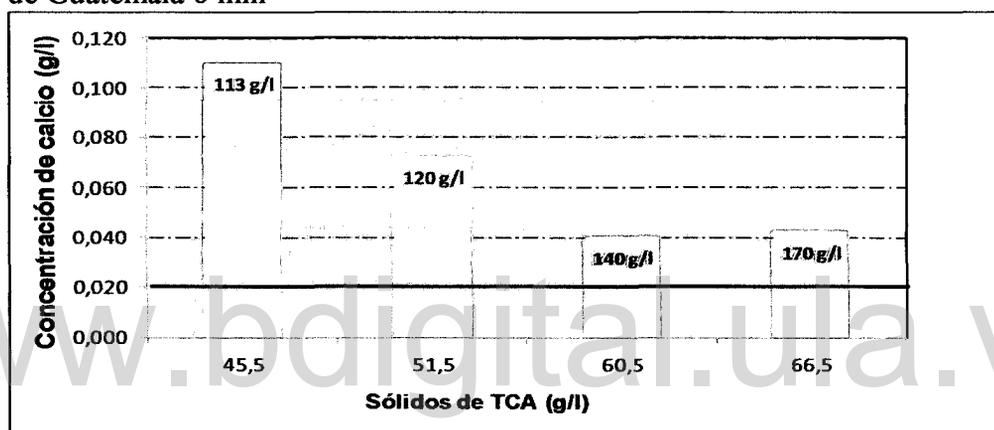


Figura 50. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, filtración LTR/TCA = 50/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.

a) Cal Colombiana



b) Cal de Guatemala 6 mm



c) Cal de Guatemala 4 mm

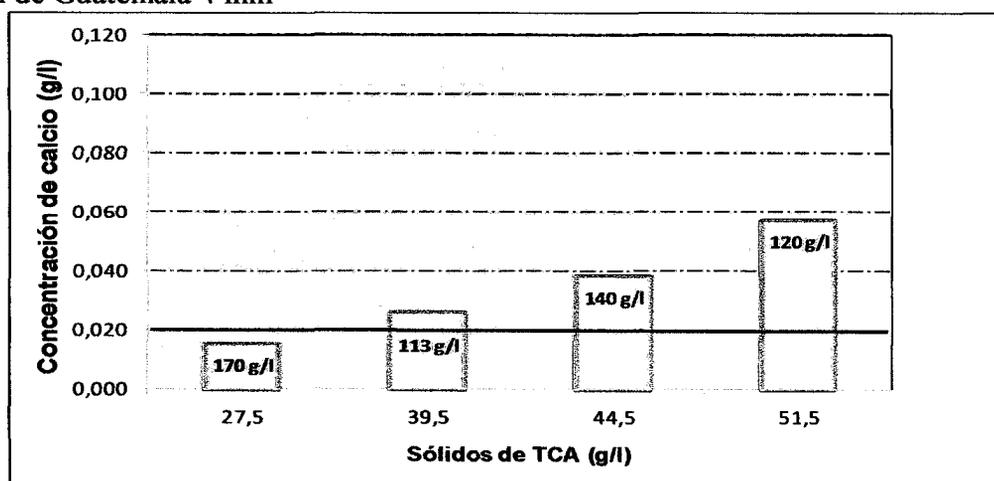


Figura 51. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, filtración LTR/TCA = 60/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.

b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.

En la figura 52, la concentración de sólidos del TCA obtenido con los tres tipos de cal se desvía del comportamiento teórico, por supuesto de nuevo la cal Colombiana es la que presenta mejor comportamiento.

Para indicar la concentración de sólidos de TCA más conveniente al utilizar la relación LTR/SLC = 3/1 y LTR/TCA = 60/1, se graficó la concentración de calcio del LFK versus la concentración de sólidos del TCA.

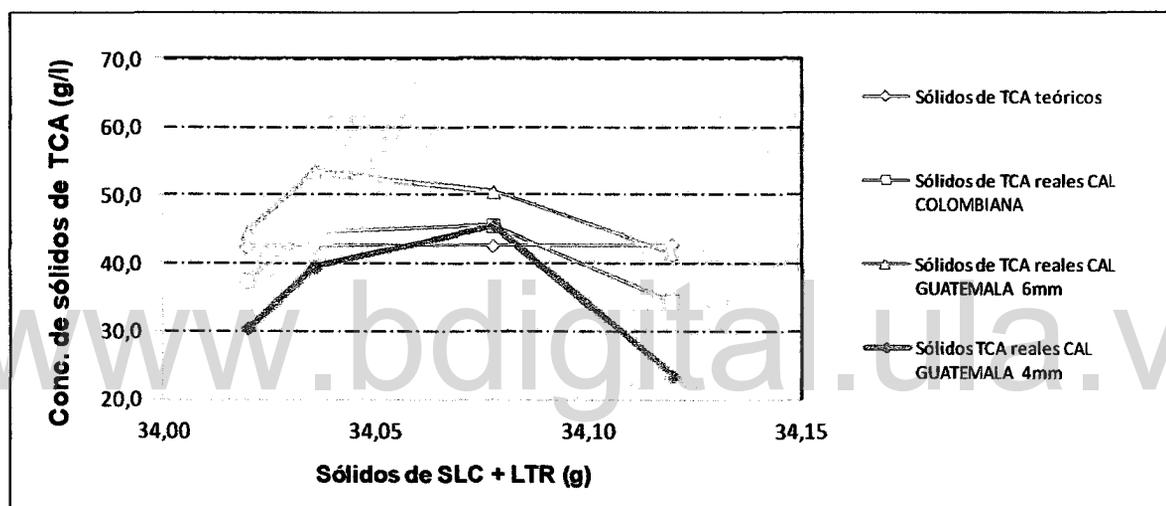
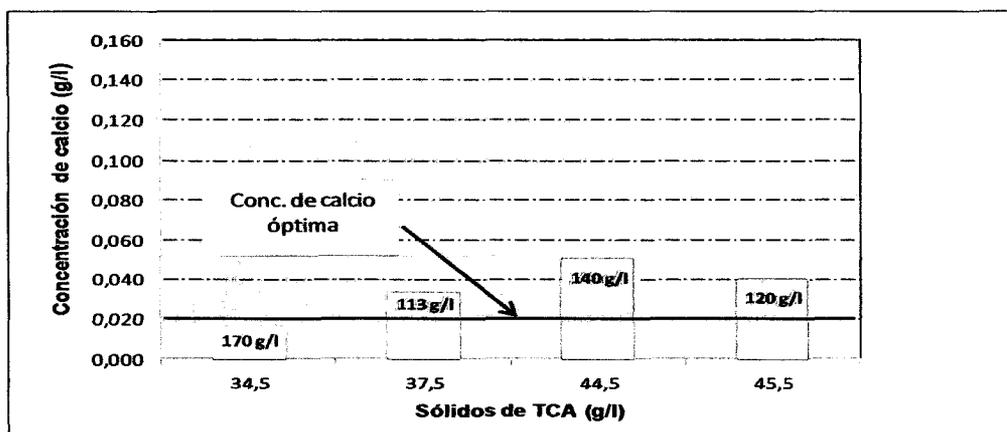


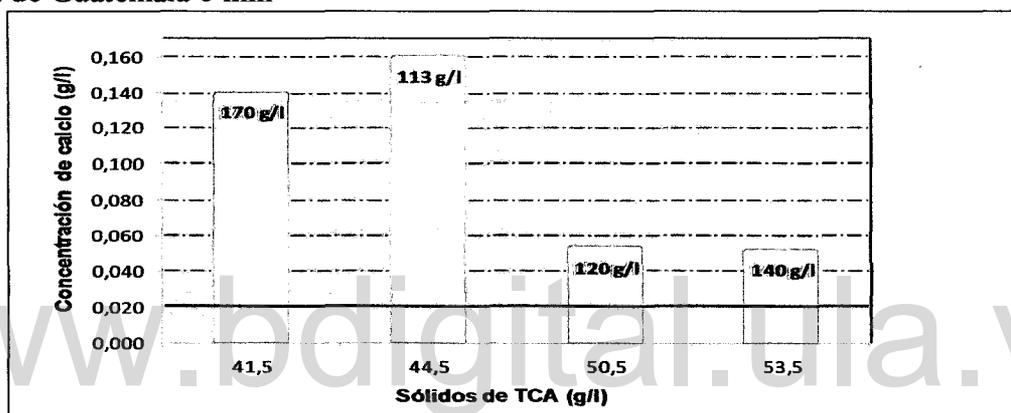
Figura 52. Efecto de la alimentación LTR/SLC = 3/1 en la concentración de sólidos del TCA.

La figura 53, muestra el efecto de la concentración de sólidos de TCA (al emplear los diferentes tipos de cal) en el calcio del LFK.

a) Cal Colombiana



b) Cal de Guatemala 6 mm



c) Cal de Guatemala 4mm

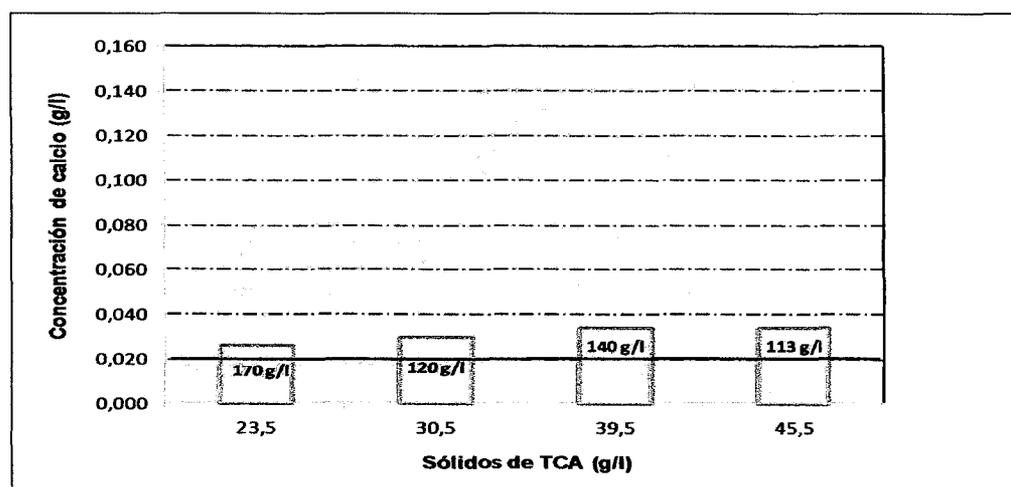


Figura 53. Efecto de la concentración de sólidos de TCA (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, filtración LTR/TCA = 60/1 y diferentes concentraciones de SLC) en la concentración de calcio en el LFK.

En este caso, la relación de alimentación no favorece al sistema en ninguno de los tres tipos de cal, ni siquiera en la cal Colombiana que es la materia prima que ha presentado una tendencia específica en los ensayos realizados en el laboratorio; por lo tanto se puede decir que la relación $LTR/SLC = 3/1$ no es la más conveniente.

De los análisis realizados anteriormente sobre la concentración de sólidos del TCA, se puede indicar en primer lugar que la cal de Colombia es la que mejor comportamiento presenta al utilizar diferentes relaciones de alimentación y filtración, a pesar de que en unos casos resulta menos favorecida que otros, pero al compararla con los dos tipos de cal de Guatemala, es indiscutiblemente la que ofrece mejor resultado para el proceso Bayer de C.V.G-BAUXILUM planta.

Otro aspecto importante de señalar de los análisis previos, es que la concentración de sólidos de la SLC al hacer uso de la cal de Colombia debe ser $\geq 170 \text{ g/l}$, ya que con valores menores a esta concentración, comienzan a presentarse desviaciones en el licor filtrado Kelly (LFK) porque no se consiguen los sólidos del TCA requeridos.

Cabe destacar también que los resultados obtenidos con la cal Colombiana al utilizar las dos relaciones de alimentación y filtración más frecuentes de planta, muestran resultados muy similares a los obtenidos con el proceso en continuo analizado anteriormente.

6.2.6 Estequiometría Presente en el Sistema SLC-LTR para la Producción de TCA.

a) Relación de alimentación $LTR/SLC = 2.5/1$ y filtración $LTR/TCA = 50/1$ y $60/1$.

El valor estequiométrico con el que se trabajó en las pruebas de laboratorio fue inicialmente **0.42**, se considera este valor porque el teórico que es **0.67** (Ver Anexo A, Tabla 9) se obtiene al trabajar con el aluminato libre de impurezas y en este caso se toma el aluminato libre de carbonato más no de otras impurezas presentes en el licor.

A partir del número establecido de la relación estequiométrica, se estudió el efecto de variar la cantidad de los reactivos (LTR+SLC) para formar el TCA sobre la concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK), los resultados se muestran en las figuras 54, 55 y 56.

Al observar las figuras se ve que la tendencia en los tres tipos de cal es la misma, es decir a medida que se acercan a **0.4**, la concentración de calcio en el LFK tiende a disminuir, lo que concuerda con el análisis realizado de la planta en continuo.

Se puede decir entonces que cerca del valor estequiométrico se consigue un TCA de características aceptables que cumple con su función en el área de filtración. Por supuesto es importante señalar que el efecto fue estudiado por debajo de **0.67**, ya que con valores superiores a este número se observó con el monitoreo de la planta en continuo, que son mayores las desviaciones de la concentración del calcio presente en el LFK.

Otro de los puntos importantes de resaltar, es que a pesar que el comportamiento es igual para los tres tipos de cal, la que mejor resultado ofrece con respecto al contenido de calcio en el LFK es la cal Colombiana, la cual al acercarse al valor estequiométrico de la reacción, consigue concentraciones de calcio por debajo de la referencia (**0.020 g/l**).

Mientras que los otros dos tipos de cal (Guatemala 4 y 6 mm), muestran desviación de la variable en estudio, lo que indica que a pesar de haber trabajado con la misma relación estequiométrica LTR-SLC, esta materia prima no ofrece una reacción completa de las partículas de hidróxido de calcio presente en la suspensión de lechada de cal (SLC) con el aluminato de sodio presente en el licor turbio de rebose (LTR), afectando la producción del aluminato tricálcico (TCA) y por supuesto su eficiencia como ayudante en la filtración.

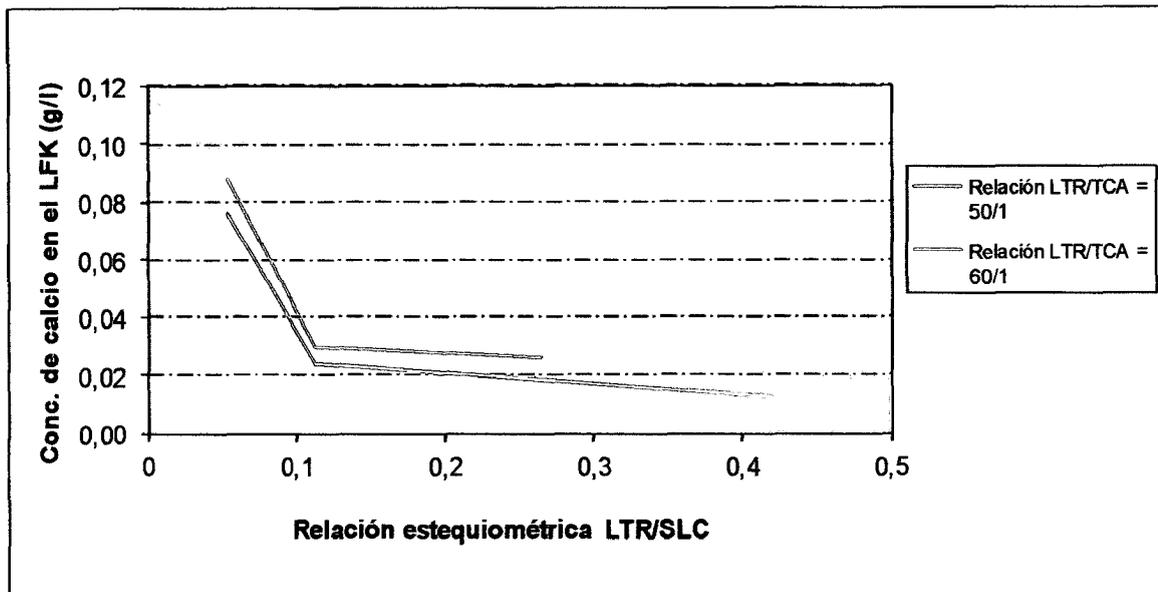


Figura 54. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Colombiana.

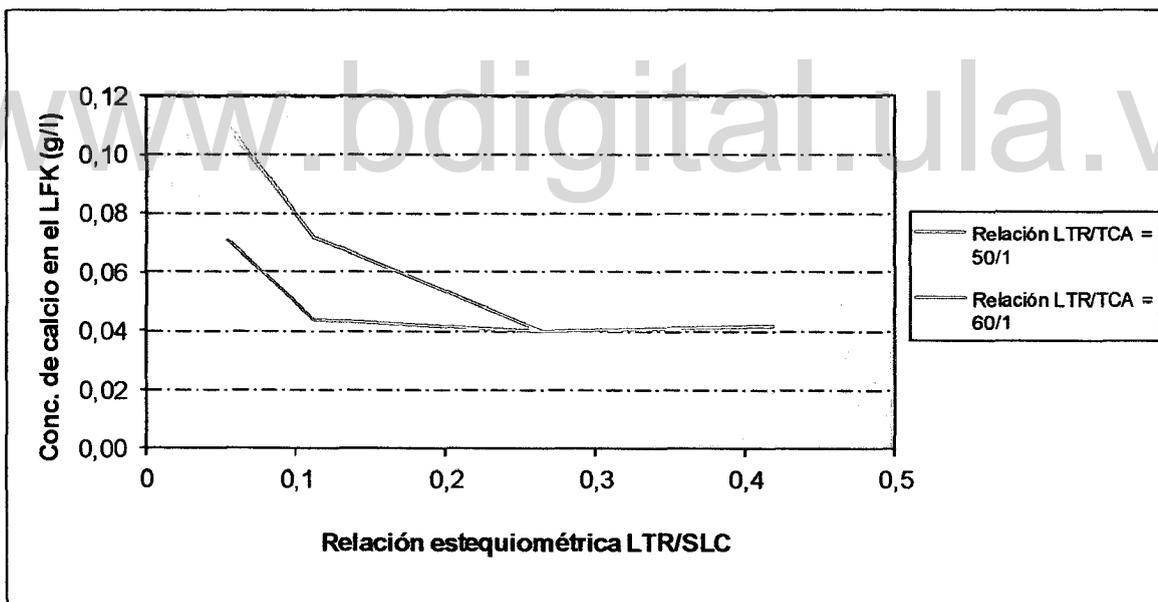


Figura 55. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Guatemala 6 mm.

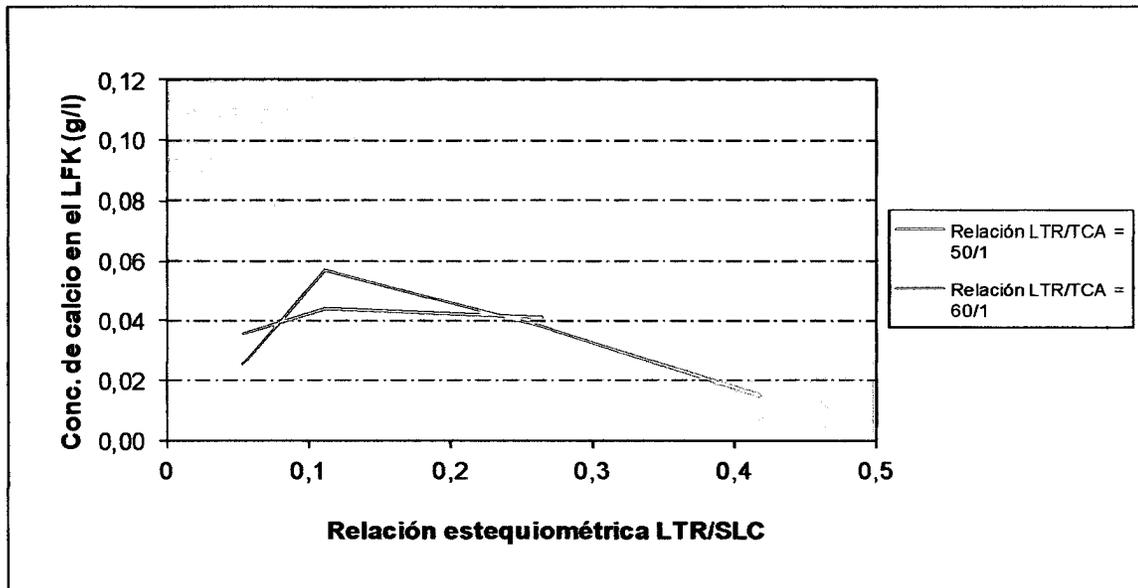


Figura 56. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Guatemala 4 mm.

b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.

Al contrario de la relación LTR/SLC = 2.5/1, el comportamiento en este caso no es igual para los tres tipos de cal, por ejemplo en la cal Colombiana se presenta un cambio de pendiente en **0.1**, mostrando después de este valor una tendencia a disminuir la concentración de calcio en el LFK, tal como se muestra en la figura 57.

En la figura 58, perteneciente a la cal de Guatemala 4 y 6 mm respectivamente se observa que el comportamiento es totalmente contrario, es decir la cal de Guatemala 6 mm presenta valores menores para el calcio en un rango entre **0.1 < LTR/SLC < 0.3**, mientras que la Guatemala 4 mm comienza a mejorar su comportamiento para valores de **LTR/SLC > 0.4**.

De nuevo la cal de Colombia para este caso a pesar de que presenta un cambio de pendiente cuando se acerca al valor estequiométrico (0.42), ofrece una concentración de calcio por debajo del límite (**0.020g/l**). En cuanto a la cal de Guatemala no se puede

generalizar ya que no tiene una tendencia definida, lo cual no es práctico para efectos del proceso en continuo. Es importante destacar otra vez, que esta relación de alimentación no favorece al sistema SLC-LTR-TCA de C.V.G-BAUXILUM planta.

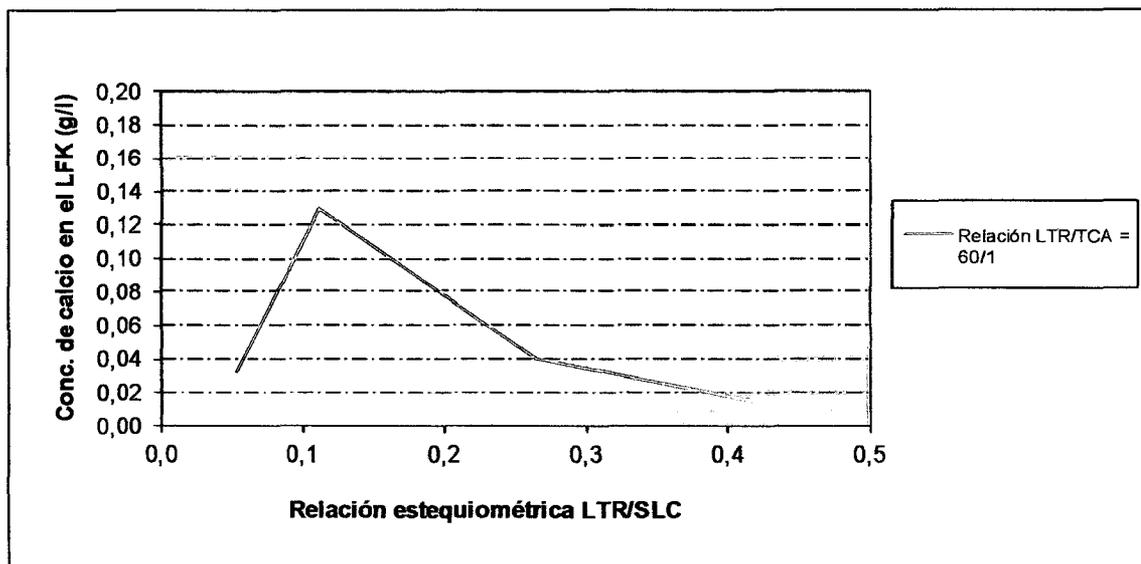


Figura 57. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal Colombiana.

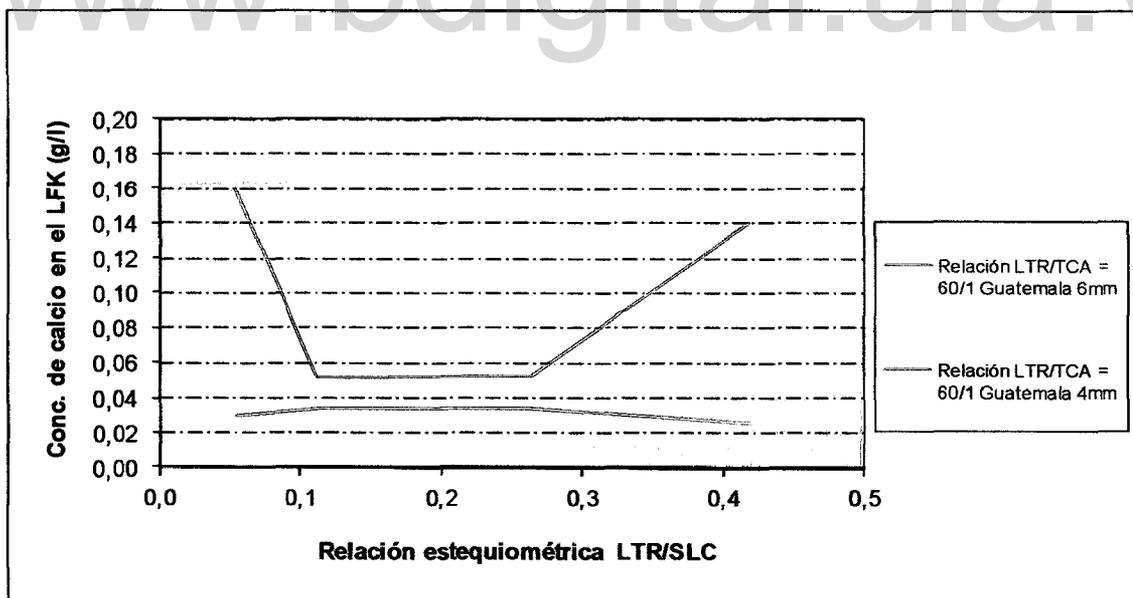


Figura 58. Efecto de la estequiometría (relación de alimentación LTR/SLC = 3/1) en la concentración de calcio del LFK, al utilizar cal de Guatemala 4 y 6 mm.

6.2.7 Relación Química CaO/Al₂O₃ en el TCA.

En C.V.G-BAUXILUM planta no se tomaba en cuenta la relación química CaO/Al₂O₃ en el aluminato tricálcico (TCA), ya que disponían de un equipo de difracción de rayos X que les ofrecía una descripción detallada de la mineralogía del ayudante de filtración que se producía; desde hace unos meses este equipo presentó fallas técnicas quedando inactivo y el laboratorio de control de calidad no tenía una alternativa para evaluar el coadyuvante. Por tal motivo se hizo necesario buscar una herramienta opcional para determinar la calidad del TCA, el primer paso fue revisar los datos mineralógicos y la composición química de años anteriores para ver si había alguna relación y se pudo constatar que si existe, lo cual se comprobó con la actual investigación.

Como se expuso en el apartado 3.5.4, la relación química (CaO/Al₂O₃) del TCA que se produce de la reacción entre la suspensión de lechada de cal (SLC) y licor turbio de rebose (LTR) debe estar entre **0.37-1.7**, para que el coadyuvante ofrezca un resultado satisfactorio en la remoción de impurezas del licor filtrado Kelly (LFK).

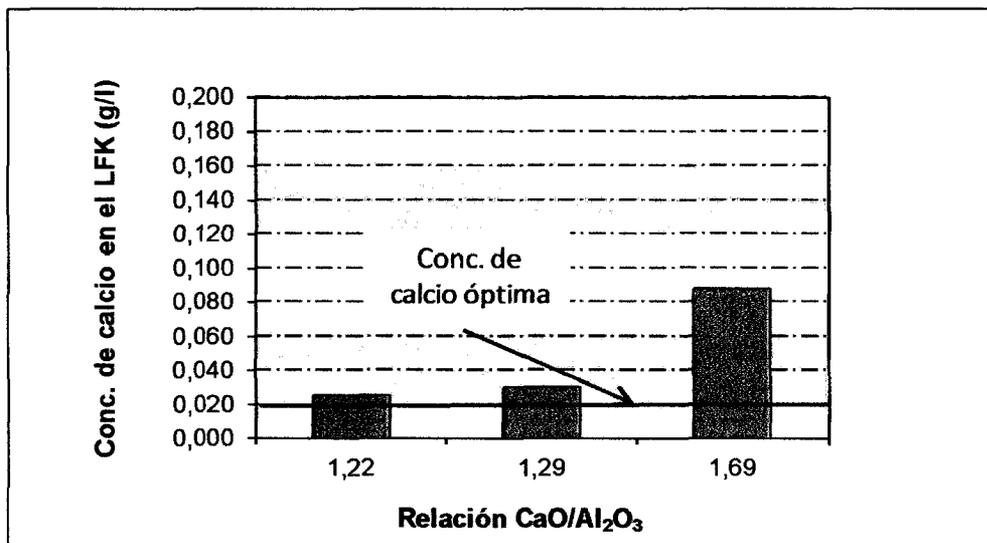
A continuación se presentan los resultados de este análisis realizado bajo las condiciones establecidas en la metodología experimental.

a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.

En las figuras 59 y 60 se indica el efecto de la relación química CaO/Al₂O₃ sobre la concentración de calcio en el LFK; en el primer caso donde se filtró a una relación LTR/TCA = 50/1, se puede observar que tanto la cal Colombiana como la de Guatemala 6 mm tienen un comportamiento similar, el cual es que a medida que la relación química se incrementa también aumentan los valores de la concentración de calcio en el LFK. En cambio en la cal de Guatemala 4 mm no es mayor el efecto de este parámetro sobre el contenido de calcio, ya que al variar la relación química el valor se conserva prácticamente igual.

En el segundo caso donde la relación LTR/TCA = 60/1 la cal Colombiana mantiene su comportamiento y es que a medida que la relación química aumenta la concentración de calcio también lo hace, esta tendencia no se presenta en la cal de Guatemala 4 y 6 mm.

a) Cal Colombiana



b) Cal de Guatemala 6 mm

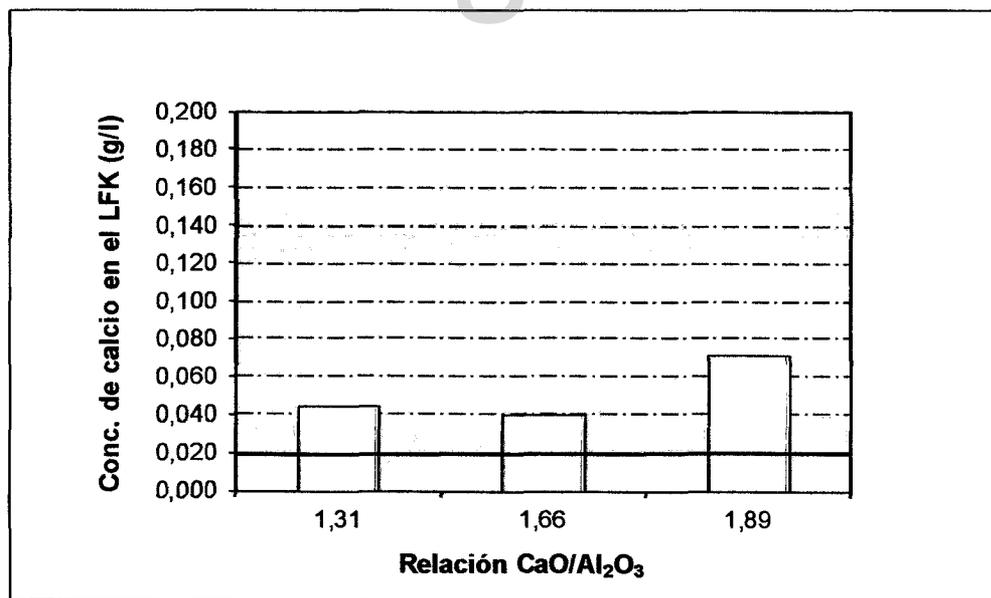


Figura 59. Efecto de la relación química CaO/Al₂O₃ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 50/1.

c) Cal de Guatemala 4 mm

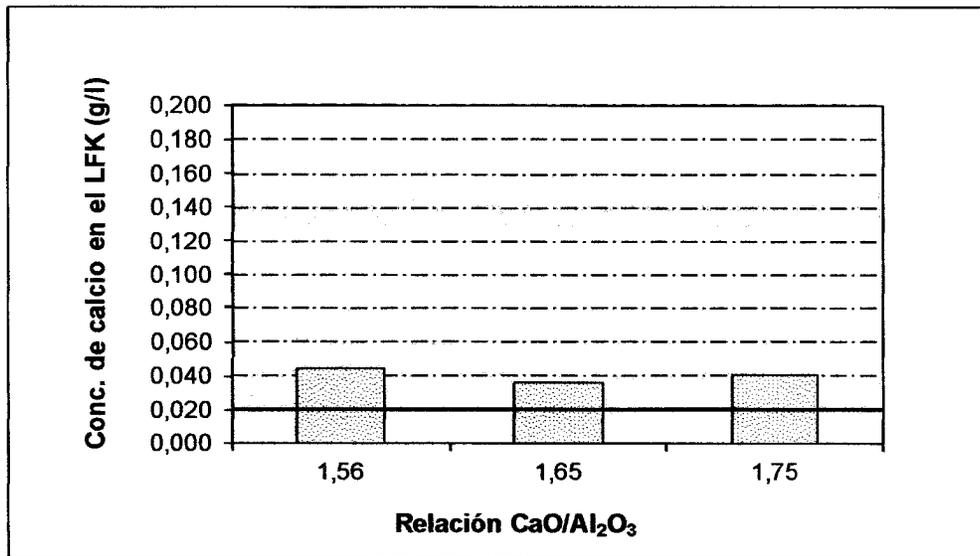


Figura 59. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 50/1 (continuación).

a) Cal Colombiana

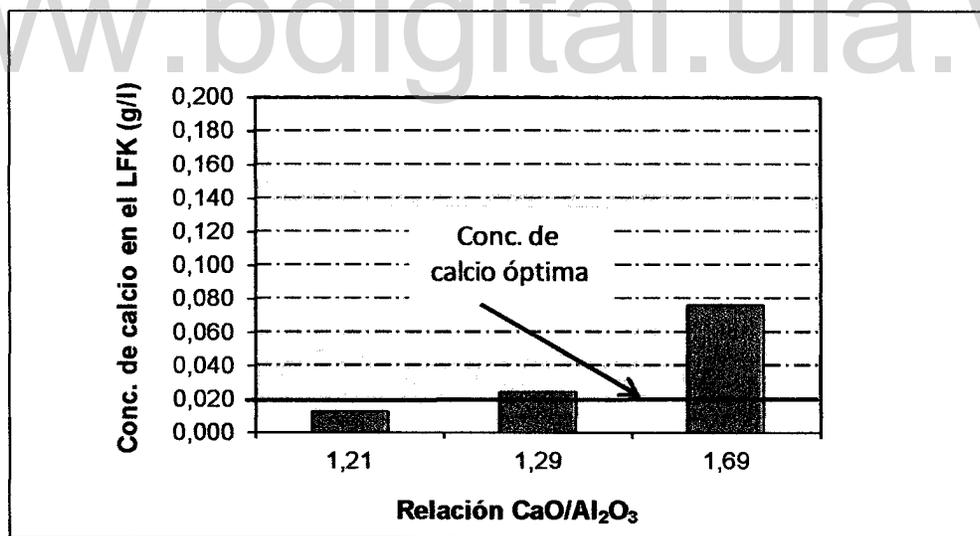
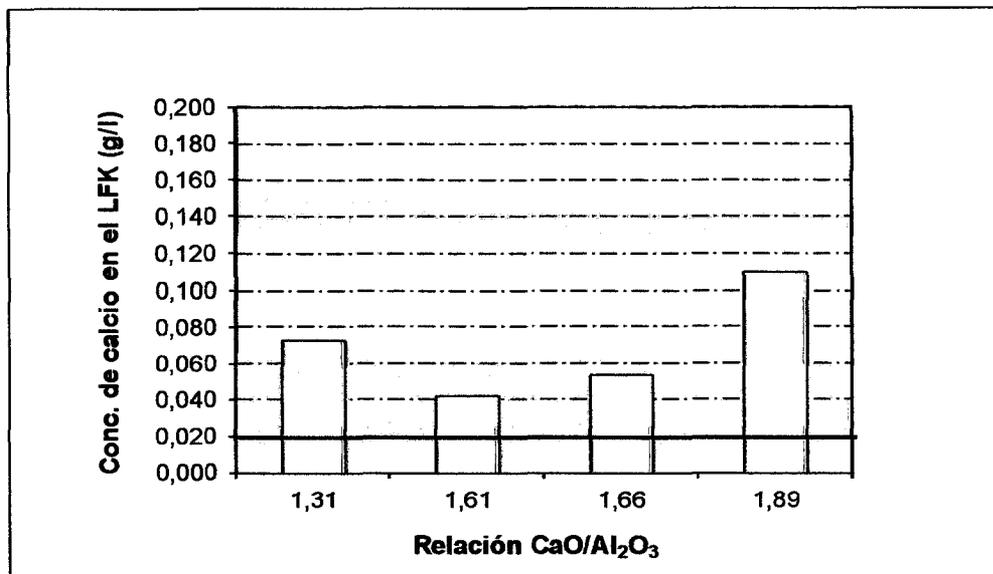


Figura 60. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 60/1.

b) Cal de Guatemala 6 mm



c) Cal de Guatemala 4 mm

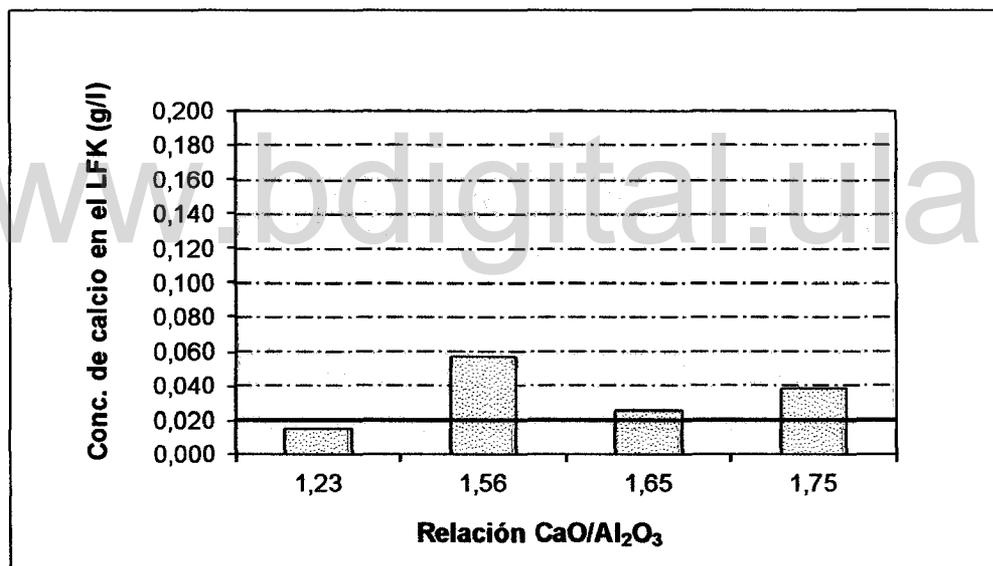


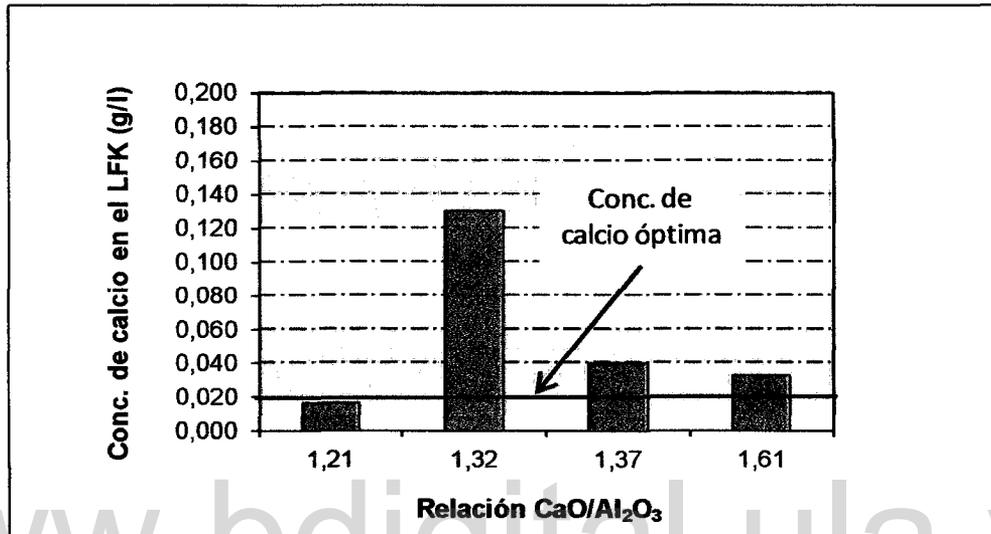
Figura 60. Efecto de la relación química CaO/Al₂O₃ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 2.5/1 y LTR/TCA = 60/1 (continuación).

b) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1 y filtración LTR/TCA = 60/1.

Al variar la relación de alimentación LTR/SLC y filtrar a un LTR/TCA = 60/1, se observa (figura 61) que el comportamiento es diferente. En esta ocasión las tres tipos de cal

presentan variaciones que por supuesto no muestran una tendencia específica, sin embargo para la cal Colombiana en valores de $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 < 1.2$, la concentración del calcio se encuentra por debajo de 0.020 g/l, mientras que en los otros tipos de cal (Guatemala 4 y 6 mm) ofrecen desviaciones del calcio en el LFK en todo el rango de valores.

a) Cal Colombiana



b) Cal de Guatemala 6 mm

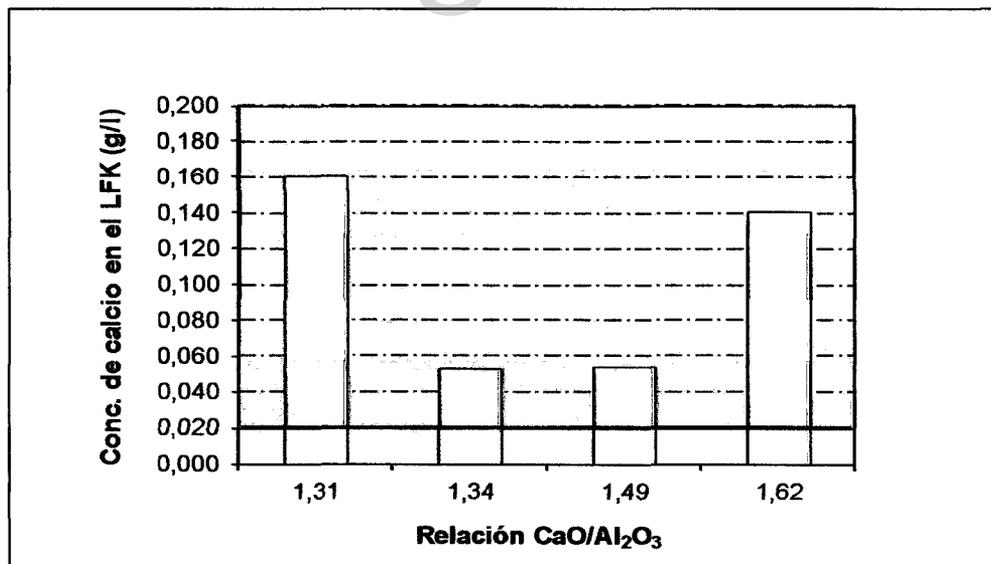


Figura 61. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 3/1 y LTR/TCA = 60/1.

c) Cal de Guatemala 4 mm

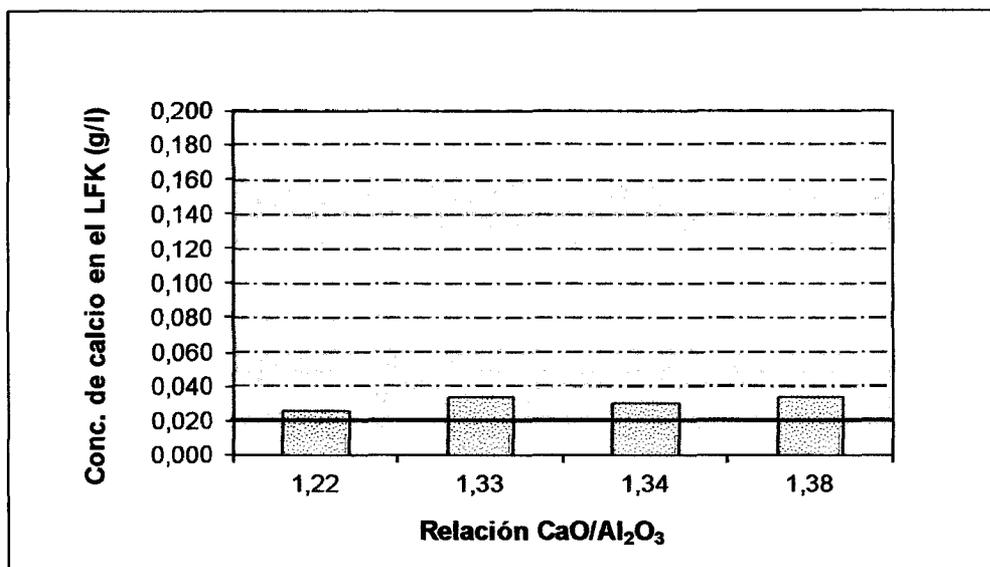


Figura 61. Efecto de la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la concentración de calcio del LFK a una relación LTR/SLC = 3/1 y LTR/TCA = 60/1 (continuación).

De este análisis se puede decir que la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$, puede emplearse como herramienta alternativa al análisis por difracción de rayos X (Ver apartado 5.4.10), para obtener un resultado rápido de la calidad del TCA una vez formado, sin embargo es importante aclarar que no es tan preciso como la composición mineralógica pero por lo menos da un indicio acerca de las características del ayudante de filtración obtenido, por ser una manera de relacionar el grado de conversión de la reacción.

También es importante indicar que el valor de la relación química que mejor se adapta al proceso Bayer de C.V.G-BAUXILUM planta es 1.2, porque ofrece concentraciones de calcio en el LFK ≤ 0.020 g/l.

6.2.8 Efecto del TCA en la Concentración de Impurezas (Carbonatos y Sílice) en el LFK.

Este análisis se realiza con la finalidad de conocer si el aluminato tricálcico (TCA) encargado de disminuir la concentración de calcio en el licor filtrado Kelly (LFK), también reduce la concentración de otras impurezas tales como carbonatos y sílice.

A continuación se presentan los resultados de este estudio realizado bajo las condiciones establecidas en la metodología experimental.

a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1 y 3/1 y filtración LTR/TCA = 50/1 y 60/1.

La concentración de carbonato y sílice en el LFK (figura 62) utilizando cal Colombiana en la preparación del coadyuvante, muestra un efecto positivo en ambos casos, pues logra eliminar tales impurezas en las diferentes relaciones de alimentación y filtración, pudiéndose decir que el TCA funciona para los carbonatos y la sílice. Por supuesto el que actúe de manera eficiente en la remoción de estas impurezas no significa que tenga características adecuadas para la etapa de filtración, ya que su función principal es disminuir la concentración de calcio en el LFK.

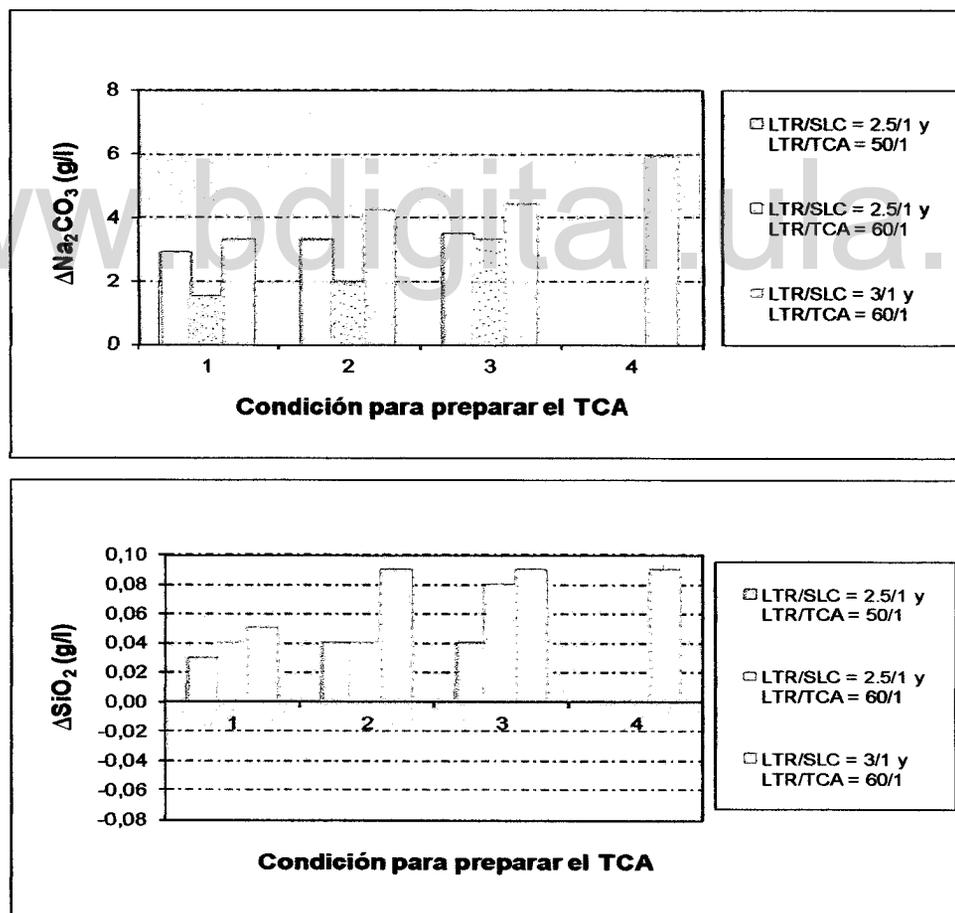


Figura 62. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal Colombiana.

El TCA formado por la cal de Guatemala 4 y 6 mm, disminuye la concentración de carbonatos en el LFK (figuras 63 y 64), en el caso de la sílice se presenta un punto desviado donde la cantidad de salida es mayor a la de la entrada. En líneas generales el comportamiento del TCA formado a partir de esta materia prima no presenta características apropiadas para el sistema SLC-LTR-TCA de C.V.G.BAUXILUM-planta.

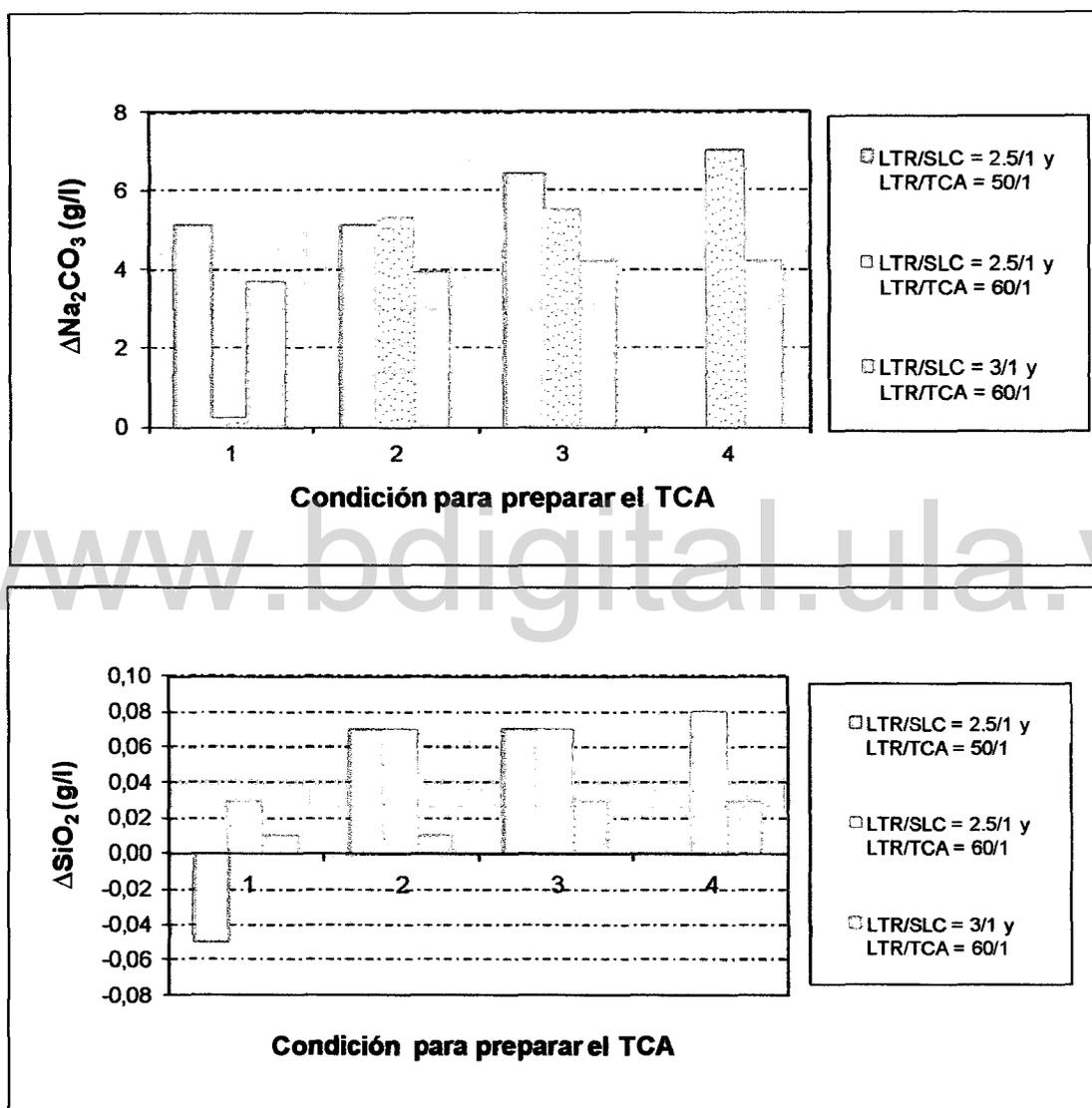


Figura 63. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal de Guatemala 6 mm.

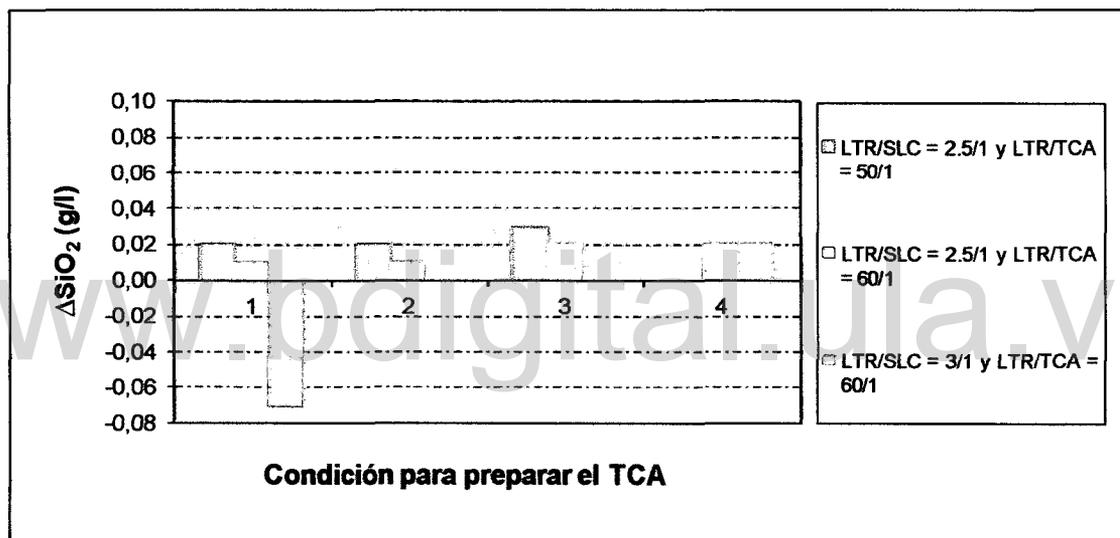
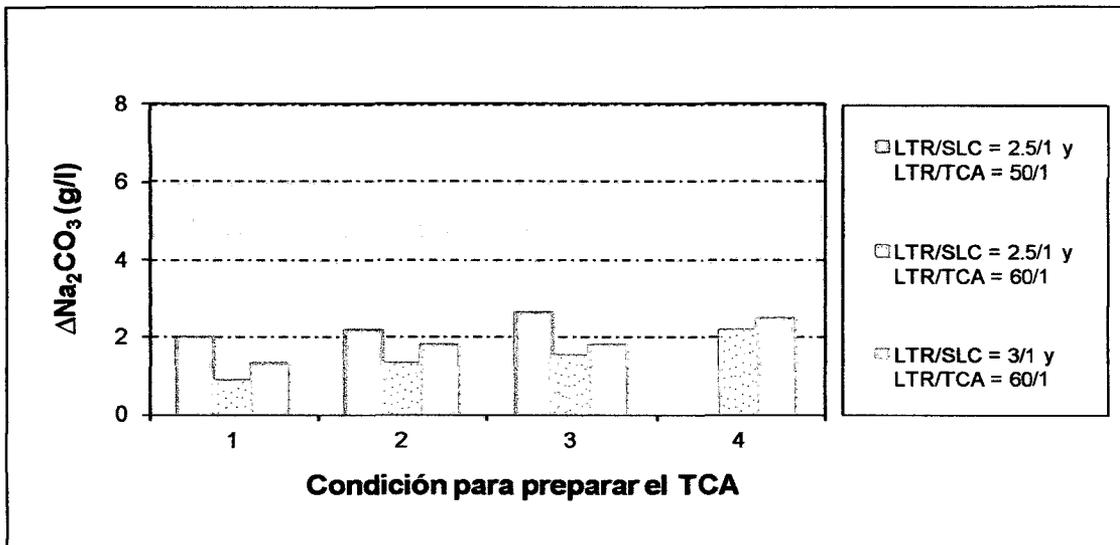


Figura 64. Efecto del TCA en la concentración de carbonatos y sílice del LFK al emplear cal de Guatemala 4 mm.

6.2.9 Comportamiento de la Velocidad de Sedimentación del TCA.

La velocidad de sedimentación es un parámetro que se mide en planta para conocer de manera indirecta la cantidad de sólidos disponibles en la suspensión de lechada de cal (SLC) que van a reaccionar para formar el aluminato tricálcico (TCA), pero cabe destacar que a pesar de ser una variable que ofrece resultados rápidos a la hora de control en el área de filtración, debe tenerse cuidado al manipularla porque como se ha comprobado en todos

los parámetros descritos previamente, no todos los tipos de cal se comportan ni funcionan en un mismo rango, es decir cada cal posee características particulares.

La velocidad de sedimentación no ofrece mayor información para el control del área de filtración, porque no se dispone de un valor específico que permita discernir acerca de la calidad de un TCA adecuado o no para el sistema SLC-LTR-TCA, pero por supuesto de acuerdo a los resultados obtenidos en las pruebas, si permite conocer a groso modo el tipo de cal que se esté alimentando en planta por la tendencia de cada materia prima (figura 65).

En la **figura 65** se observa que la cal Colombiana presenta el mismo comportamiento pero no se inclina hacia un valor específico, sin embargo el número se mantiene superior a **80%** en la mayoría de los casos. En cambio la cal de Guatemala 6 mm, tiende a un valor aproximado de **95 %** encontrándose muy cerca las líneas unas entre otras, y por último la cal de Guatemala 4 mm no muestra una tendencia homogénea, es decir en unos casos presenta valores superiores a **80 %** y en otros inferiores a **60 %**.

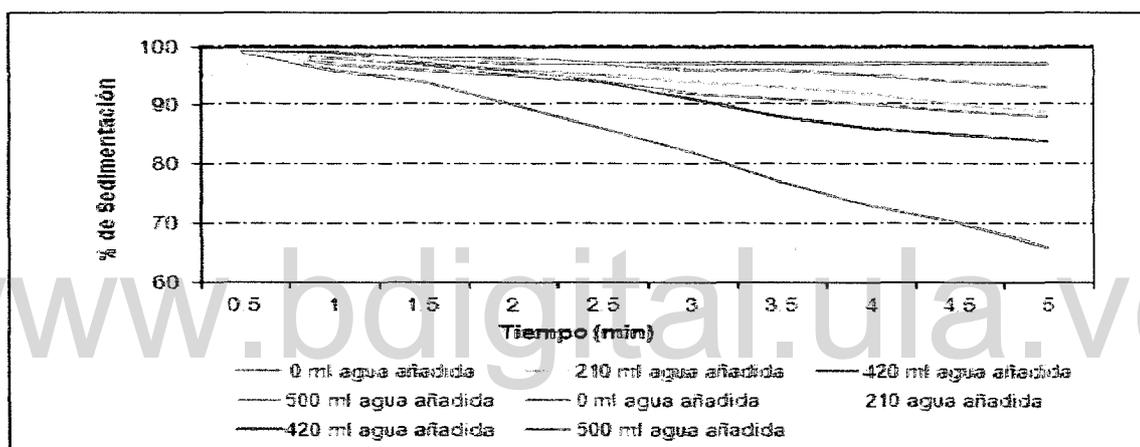
El comportamiento de la velocidad de sedimentación del TCA en este sistema, se puede comprender mejor a través de la **Ley de Stokes**, ya que se trata de un fluido continuo, en flujo laminar y que cumple la **Ley de Newton**, bajo estas condiciones la resistencia que el medio opone al deslizamiento, se debe a las fuerzas de rozamiento, a su tamaño, así como también a la diferencia de densidad entre la partícula y el fluido.

Al realizar el estudio con los tres tipos de cal y observar la tendencia que presenta cada materia prima, se pudo constatar que más que el tamaño de partícula el cual es físicamente igual en los tres casos, la velocidad de sedimentación se debe a la diferencia de densidad que existe entre las partículas de una cal u otra; en la cal Colombiana y Guatemala 6 mm (figura 65) la densidad de la partícula con respecto a la del fluido es semejante, porque opone resistencia a la caída, es decir domina la fuerza de flotación debido a la inmersión de la partícula en el fluido, impidiendo de esta manera el movimiento del sólido.

Al contrario, la cal de Guatemala 4 mm tiene un comportamiento muy particular y es que en algunos casos sedimenta muy rápido y en otros presenta características similares a la cal Colombiana y Guatemala 6 mm, lo que permite indicar en esta ocasión que esta materia prima posee partículas de tamaños y densidades diferentes, no pudiéndose definir correctamente como actúa la Ley de Stokes en este caso.

Por último se debe acotar que es importante comprender el mecanismo que impulsa el movimiento de las partículas dentro del fluido, ya de este modo se conoce cómo puede distribuirse el TCA en las telas una vez alimentado a los filtros Kelly.

a) Cal Colombiana



b) Cal de Guatemala 6 mm

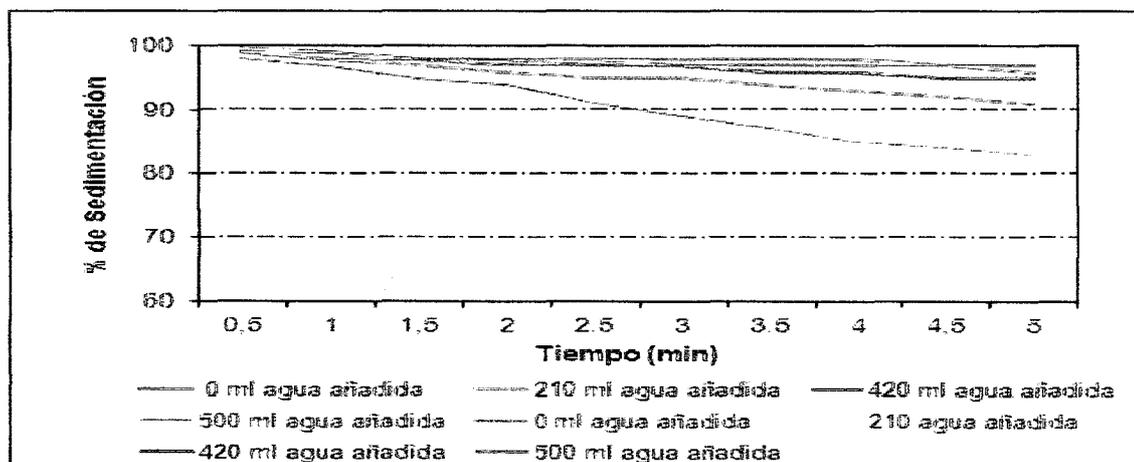


Figura 65. Comportamiento de la velocidad de sedimentación para los tres tipos de cal utilizadas en el laboratorio.

c) Cal de Guatemala 4 mm

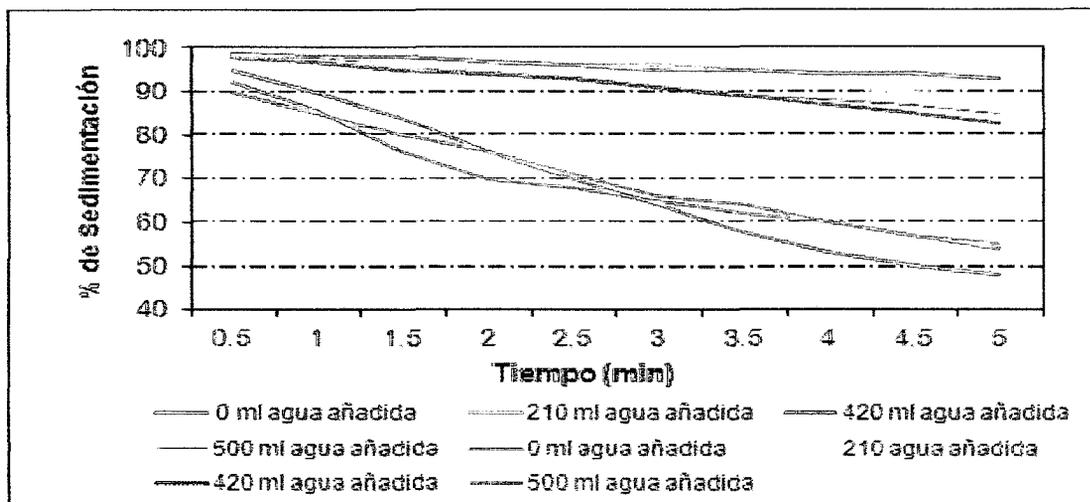


Figura 65. Comportamiento de la velocidad de sedimentación para los tres tipos de cal utilizadas en el laboratorio (continuación).

6.2.10 Mineralogía del TCA y su Efecto en el Licor Filtrado Kelly (LFK).

Las características mineralógicas de los TCA preparados con los tres tipos de cal, indican de una manera detallada que otros componentes fuera de los principales (CaO y Al₂O₃) se encuentran en el coadyuvante, los cuales pueden incidir directamente en su calidad por favorecer reacciones colaterales que impiden la conversión hacia el producto de interés y como consecuencia afectan su eficiencia en la etapa de filtración.

En las figuras 66 y 67 que corresponden a la cal Colombiana se presentan los dos efectos contrarios al trabajar con una concentración de sólidos en la suspensión de lechada de cal (SLC) de 170 g/l y 120 g/l, en el primer caso la cantidad de sólidos en la SLC es suficiente para producir un TCA de calidad, formándose hGrb y hGrl (Ver apartado 3.3.1), en un porcentaje aproximado de 98 %, poca portlandita y calcita y ningún tipo de carbonatos, la relación química CaO/Al₂O₃ = 1.21 (Ver Tabla 12) y la concentración de calcio en el LFK es igual a 0.013 g/l, lo cual indica que el ayudante de filtración se formó eficientemente en el tanque de reacción.

En el segundo caso donde se trabaja con una lechada más diluida o en otras palabras hay una mayor cantidad de agua en el sistema, el difractograma (Ver apartado 5.4.10) presenta un monocarbonato siendo ésta una señal de que el TCA no posee características adecuadas, lo que queda comprobado con el porcentaje de hGr el cual es 19.6 %, también existe la presencia de hidrogrosularitas que son compuestos intermedios que no deben aparecer en el producto final, otra característica es la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.69$ (Ver Tabla 12), valor que indica una conversión deficiente, señalando a su vez que hubo una cantidad apreciable de calcio que no reaccionó y por último la concentración de calcio en el LFK es igual a **0.080 g/l** lo que era de esperarse por la baja eficiencia de la reacción.

De lo expuesto anteriormente se puede decir que el TCA preparado con la cal Colombiana se ve afectado por la concentración de sólidos en la SLC.

La cal de Guatemala 6 mm en cambio, desde un principio donde se trabajó con una concentración de sólidos en la SLC igual a **170 g/l**, mostró la presencia de carbonatos en su difractograma (figuras 68 y 69), lo que permite señalar a primera vista que la reacción principal se encuentra solapada por reacciones colaterales y puede verse reflejado en la concentración de calcio del LFK.

En la figura 68 se aprecia que ni siquiera a **170 g/l** hubo formación de hidrogrosularia sino de hidrogrosularitas, también se observa en su composición mineralógica un porcentaje significativo de portlandita, la cual origina orientación preferencial que no favorece al cristal de TCA, así como los carbonatos que impiden la reacción. Por otra parte la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.6$ (Ver Tabla 12), lo que es indicativo de que existe un alto porcentaje de calcio sin reaccionar y para finalizar la concentración de calcio en el LFK es igual a **0.042 g/l**, valor que es superior a la referencia establecida (0.020 g/l).

La figura 69 cuya concentración de sólidos en la SLC es inferior (**120 g/l**) tampoco presenta formación de TCA, lo que era de esperarse porque hay carbonatos y en alta proporción además, en esta ocasión hay una relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.9$ (Ver Tabla

12) y una concentración de calcio en el LFK superior a **0.08 g/l**, el coadyuvante formado en este caso no es de calidad.

En cuanto a la cal de Guatemala 4 mm, se observa en primer lugar (figura 70) donde se trabajó a una concentración de sólidos en la SLC de **170 g/l**, que su comportamiento es similar al de la cal Colombiana porque no presenta carbonatos, mantiene el valor de la concentración de calcio **< 0.020 g/l** y presenta una relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.2$ (Ver Tabla 12), sin embargo el porcentaje de hGr fue menor, alrededor de 50 %.

En segundo lugar (figura 71) donde la condición de la SLC es **120 g/l**, se observa que la calidad del TCA disminuye presentándose valores en la concentración de calcio alrededor de **0.030 g/l**. En cuanto a su composición mineralógica existe un monocarbonato en alta proporción lo que indica una conversión deficiente de la reacción, quedando corroborado con su relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1.7$ (Ver Tabla 12) y el porcentaje de TCA formado que fue aún menor que el caso anterior alrededor de 29 %.

El análisis de difracción realizado a los TCA preparados utilizando diferentes tipos de cal, contribuye a reforzar lo que hasta ahora se ha comentado con el estudio de los otros parámetros y es que la cal que mejor comportamiento presenta es la de Colombia por tener la menor desviación de la concentración de calcio en el LFK, lo que indica que forma un TCA de calidad, que a su vez refleja una excelente reactividad, es importante acotar también que otra de sus cualidades es que concuerda muy bien con los resultados obtenidos de la planta en continuo, ratificando nuevamente que es la más apropiada para ser utilizada en C.V.G-BAUXILUM, siempre y cuando se trabaje con la concentración de sólidos en la SLC adecuada.

Por otro lado los dos tipos de cal de Guatemala 4 y 6 mm respectivamente, no muestran en línea general un buen resultado, en primer lugar por ofrecer una conversión del hidróxido de calcio menor que la cal Colombiana y por otro lado por generar carbonatos que solapan la reacción principal del ayudante de filtración favoreciendo la caustificación que trae como consecuencia calcio soluble que pasa a través de las telas del filtro.

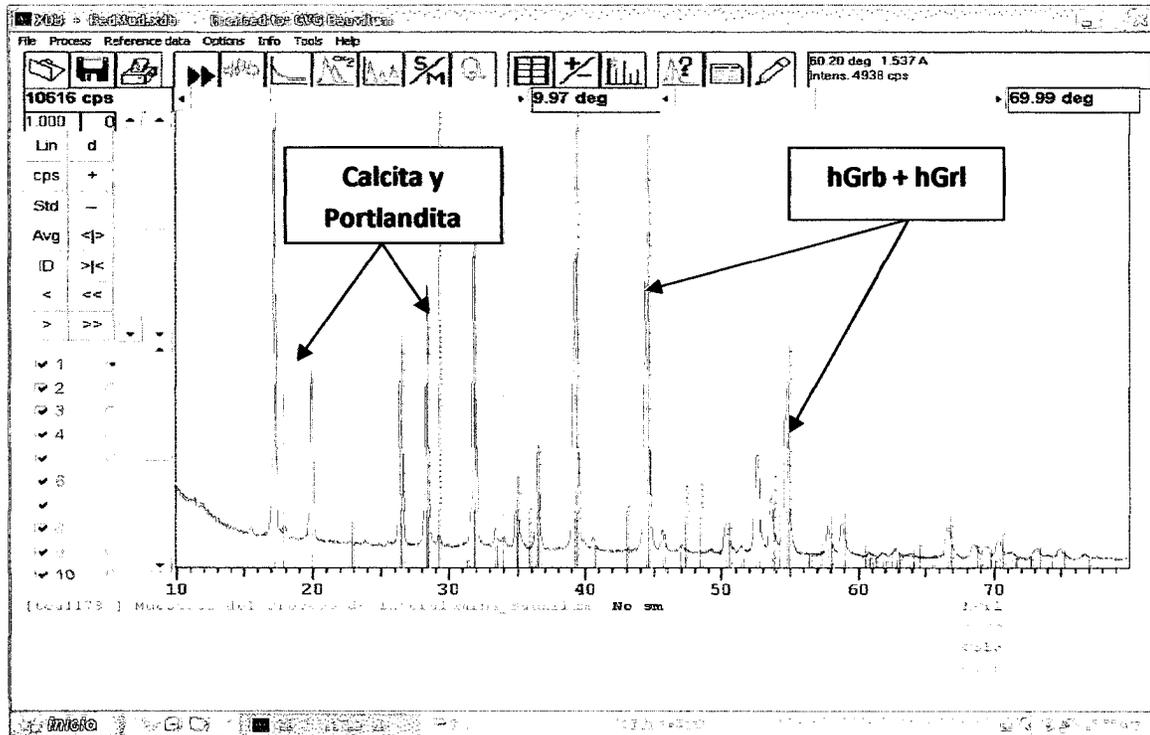


Figura 66. TCA formado a partir de la cal Colombiana, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.

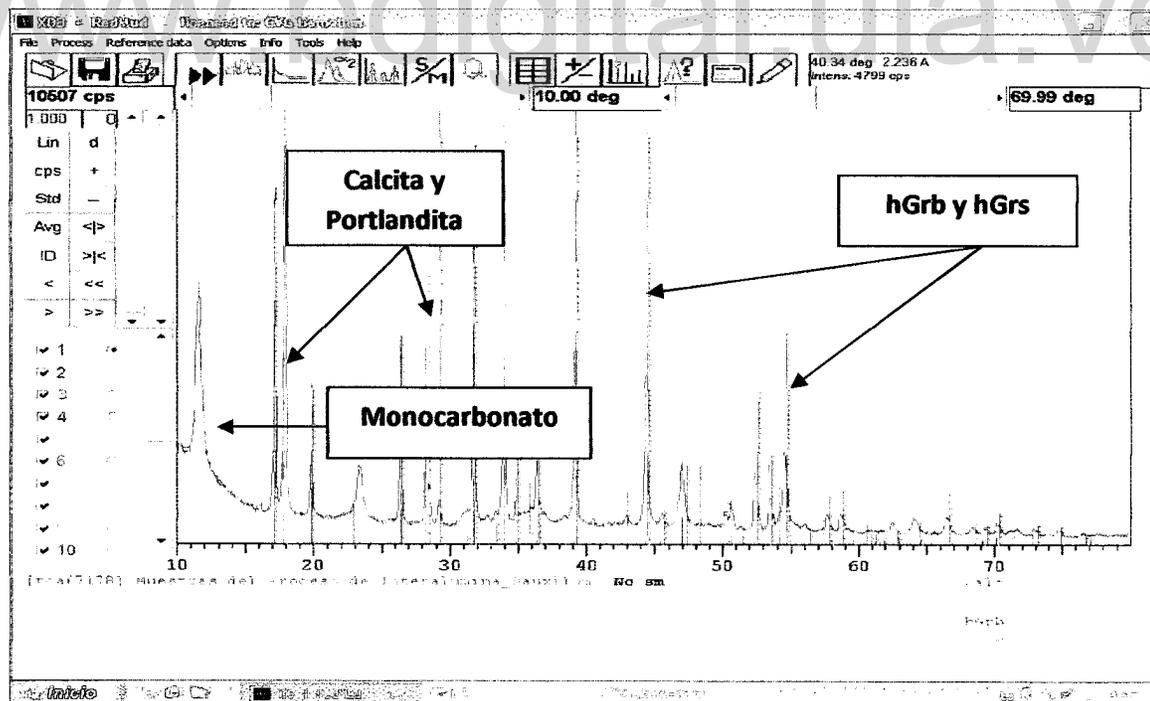


Figura 67. TCA formado a partir de la cal Colombiana, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.

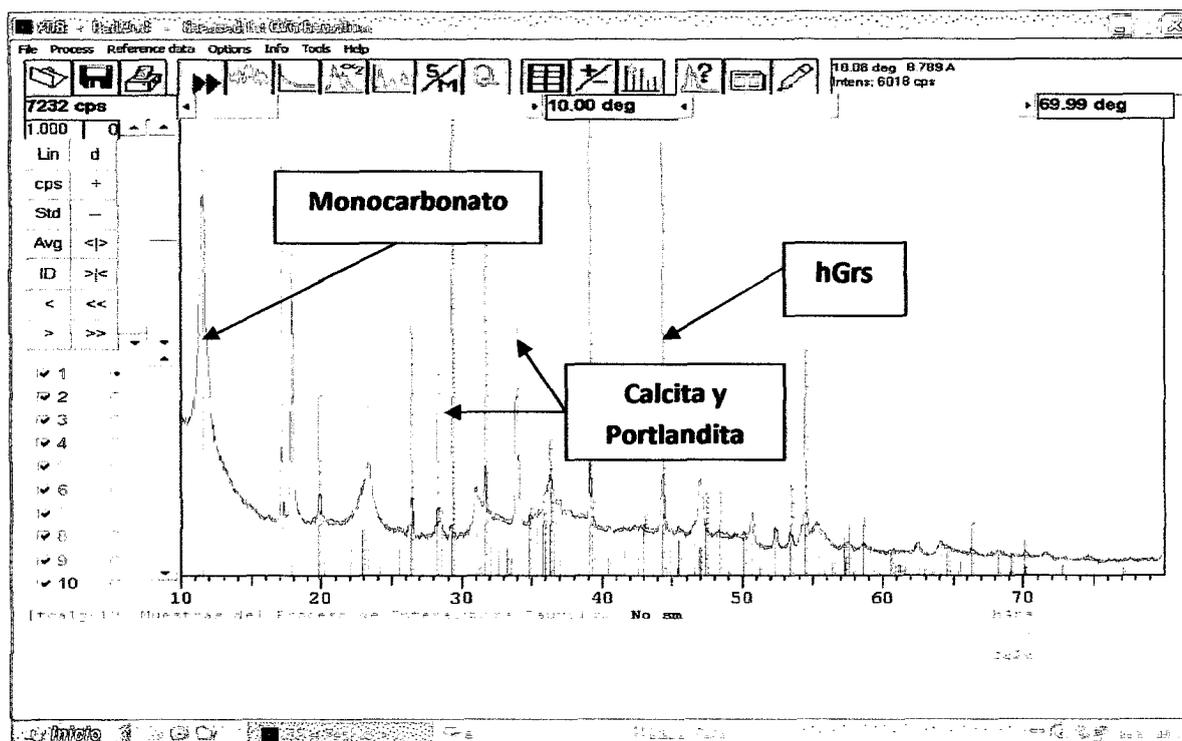


Figura 68. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 6 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.

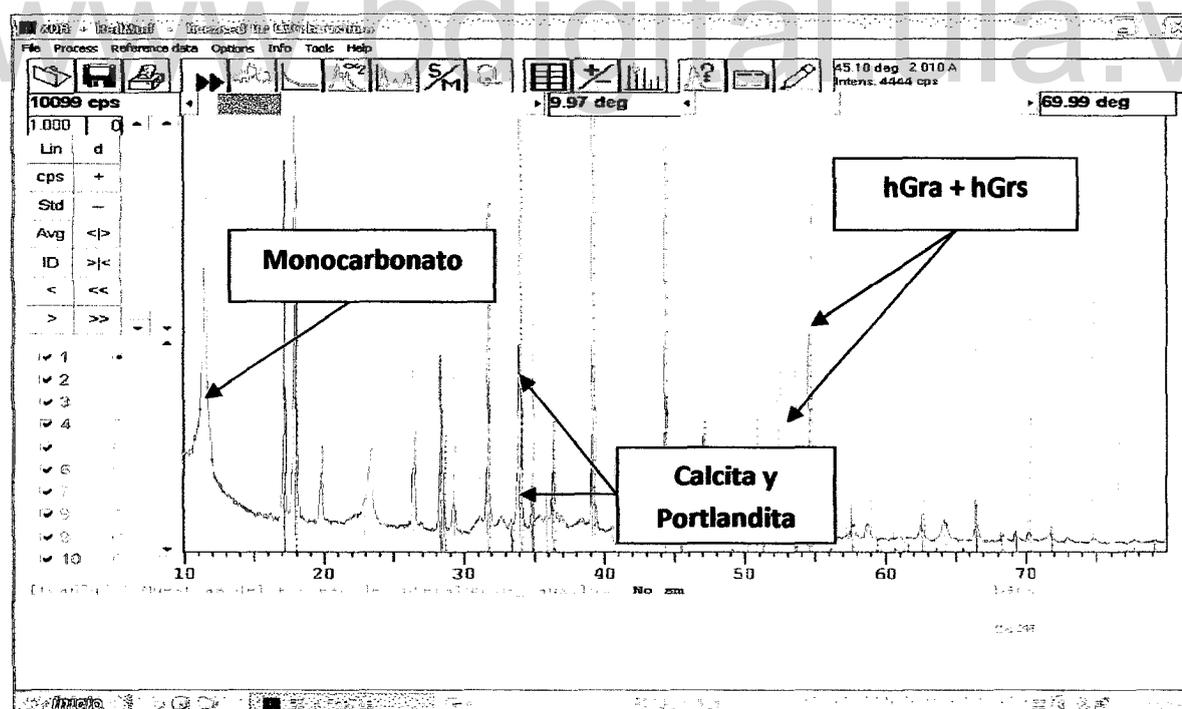


Figura 69. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 6 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.

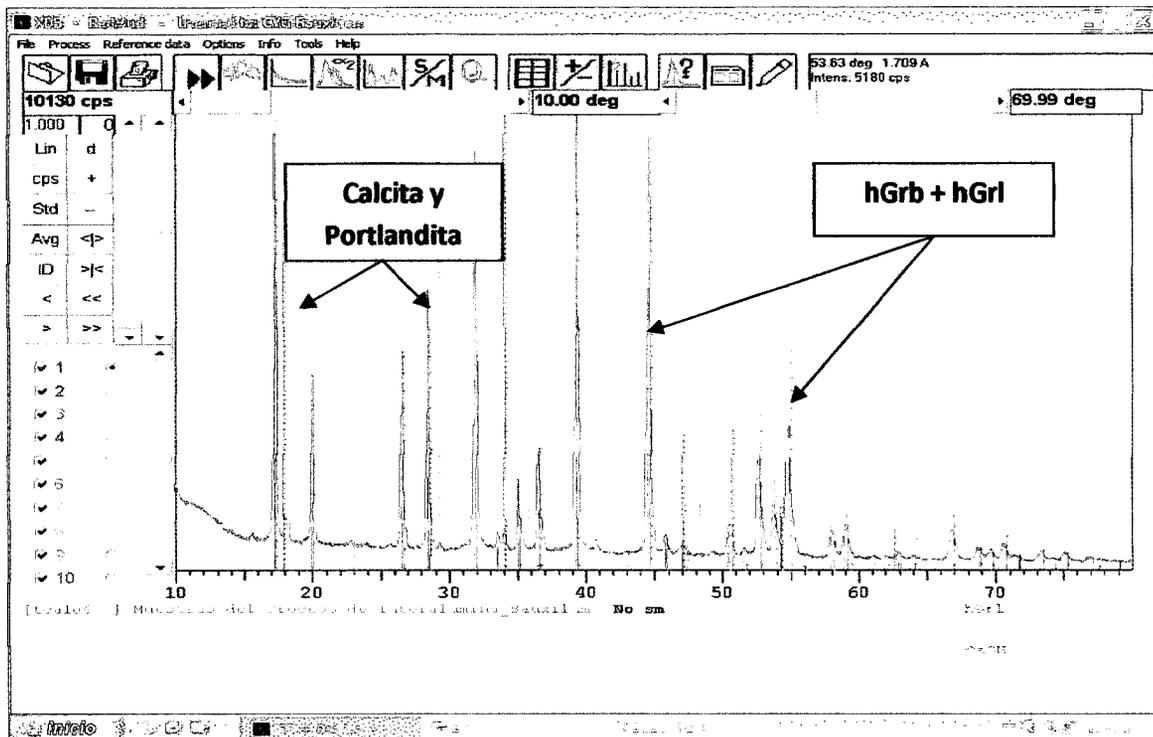


Figura 70. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 4 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l.

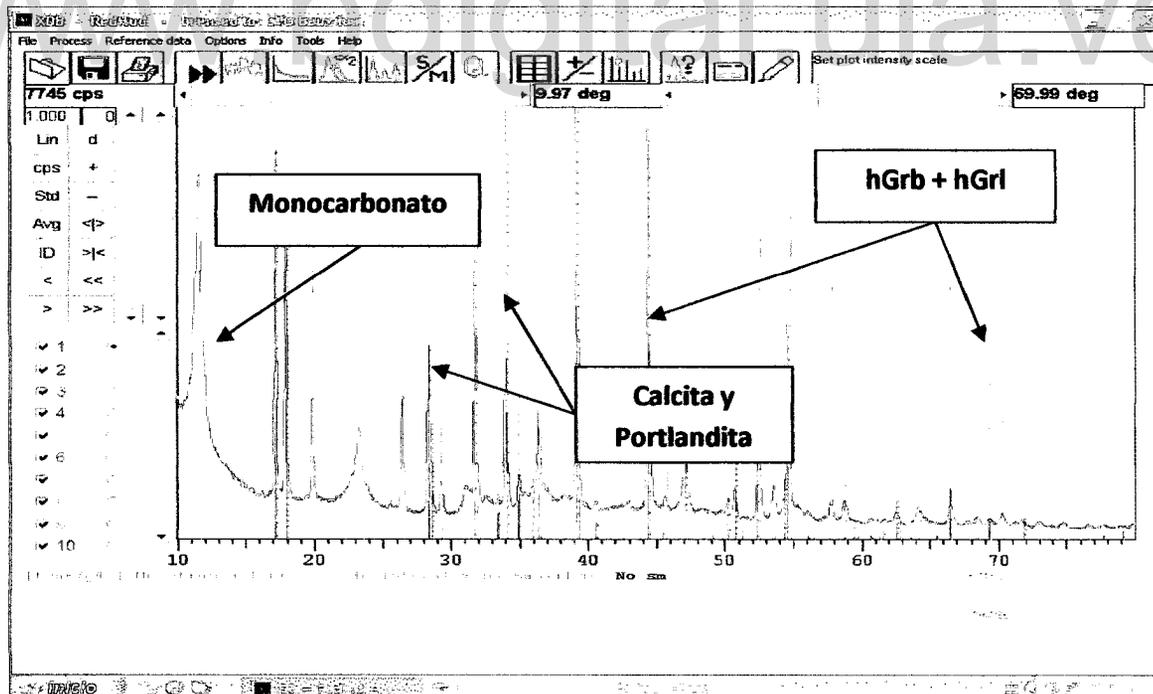


Figura 71. TCA formado a partir de la cal de Guatemala 4 mm, a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l.

Para observar con mayor detalle estos y otros difractogramas de los TCA de laboratorio y algunos TCA de planta, Ver Anexo D.

6.2.11 Resistencia de la Torta.

En las figuras 72, 73 y 74, se observa que los tres tipos de cal coinciden en su comportamiento, es decir a medida que la resistencia se incrementa disminuye la eficiencia del medio filtrante, lo cual es lógico ya que al disminuir esa diferencia de la resistencia entre el licor turbio de rebose (LTR) y la torta filtrante, indica que la capa del aluminato tricálcico (TCA) en el medio no es suficiente y por lo tanto su rendimiento en la remoción del calcio es bajo. Por ello se recomienda incluir este parámetro en la rutina del área de filtración y no tomarlo como una prueba especial, porque es una manera de conocer si la cantidad de TCA que se está formando en el tanque de reacción es la necesaria, así como también es un modo de evaluar los parámetros de control de la etapa de filtración.

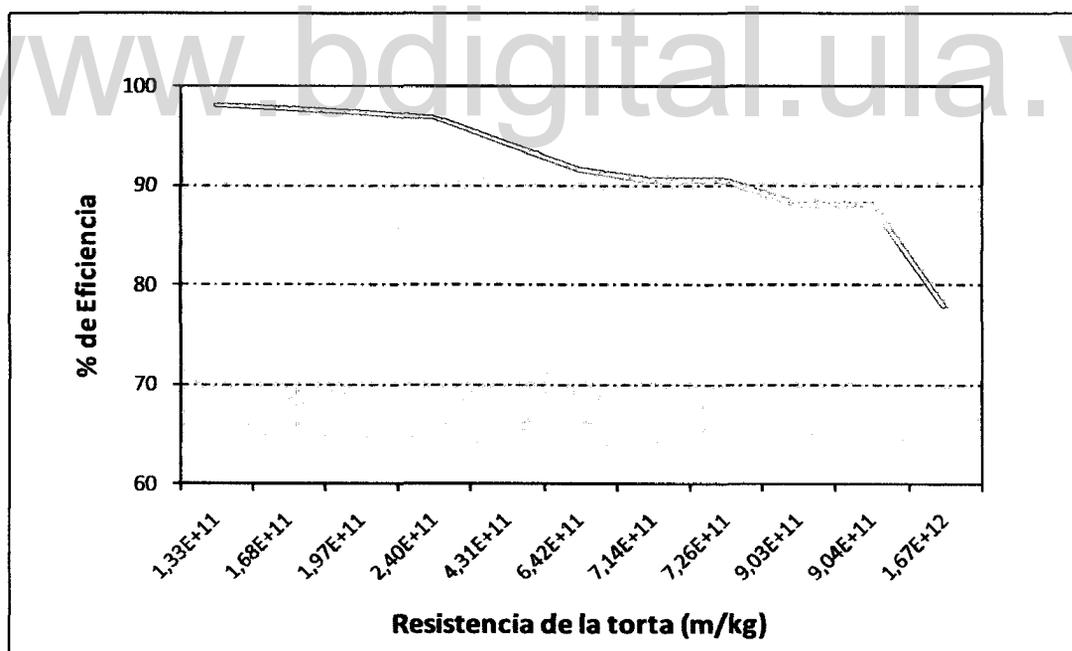


Figura 72. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Colombiana.

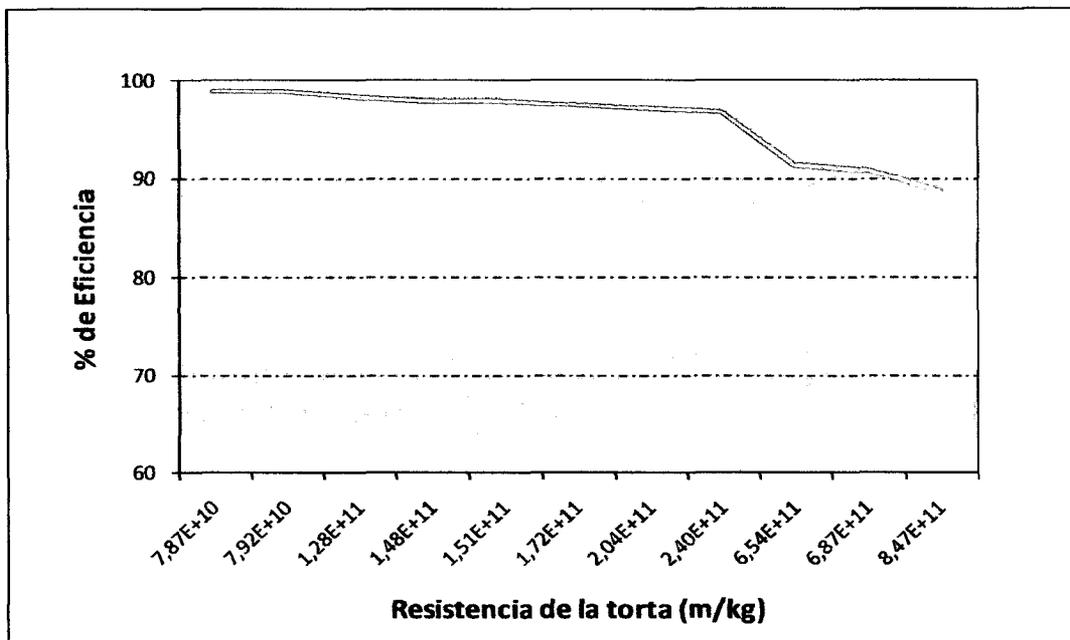


Figura 73. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Guatemala 6 mm.

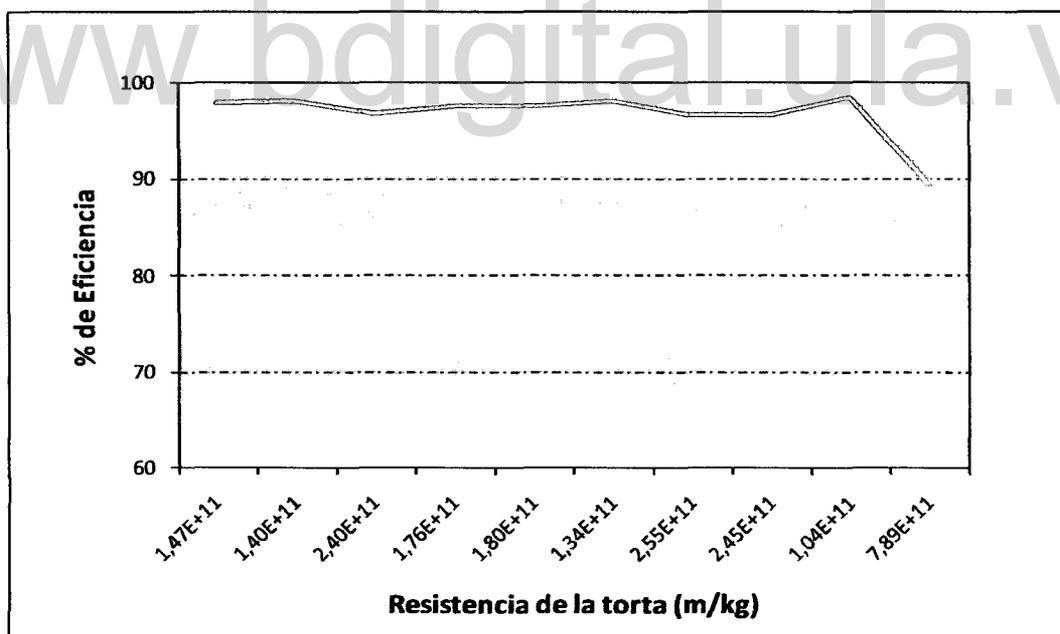


Figura 74. Relación de la resistencia de la torta con la eficiencia del medio filtrante al utilizar cal Guatemala 4 mm.

6.2.12 Velocidad de Filtración.

La velocidad de filtración es un factor consecuencia de la cantidad de licor turbio de rebose (LTR) que entra al filtro y el TCA producido, ya que dependiendo de estos dos parámetros se obtiene una condición hidráulica adecuada en la etapa de filtración. Se debe aclarar que cuando se habla de una velocidad de filtración apropiada o no para el sistema, se toma como referencia la de planta cuyo valor es $15 \text{ l/m}^2 \cdot \text{min}$ y a través de este valor mediante un escalado se conoce la velocidad óptima en el laboratorio la cual es $0.13 \text{ l/m}^2 \cdot \text{min}$.

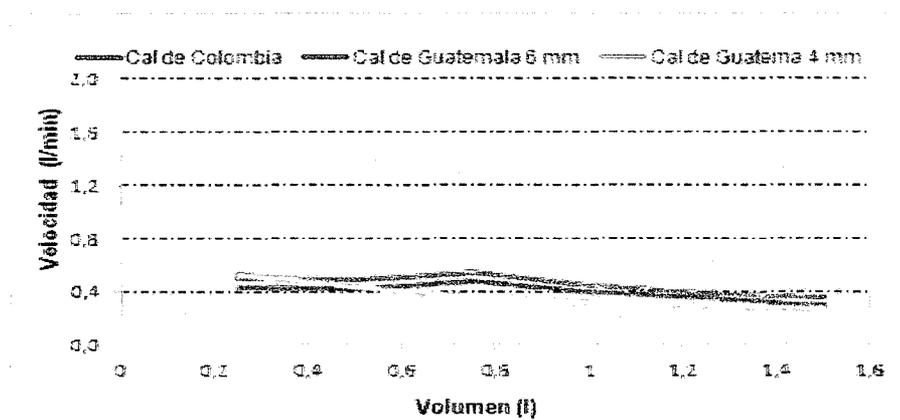
En la figura 75 se muestra el comportamiento de la velocidad de filtración con respecto al volumen filtrado para los tres tipos de cal (Colombiana, Guatemala 4 y 6 mm), la tendencia es que al añadir diferentes volúmenes de agua al sistema SLC-LTR-TCA, la velocidad de filtrado de la alimentación (LTR/TCA), en líneas generales desmejora a medida que se diluye el medio de reacción del coadyuvante.

Para la cal Colombiana la calidad del TCA no afecta en gran medida la condición hidráulica (figura 75) y se observa que la velocidad del licor filtrado se mantiene en la mayoría de los casos cerca del valor de referencia establecido en el laboratorio ($0.13 \text{ l/m}^2 \cdot \text{min}$); Por supuesto en el sistema SLC-LTR-TCA todos los parámetros van de la mano, ya que desde que se inicia el proceso de producción del TCA hasta el filtrado del licor, debe mantenerse un control apropiado para conseguir un resultado eficiente en cada etapa involucrada.

Con respecto a la cal de Guatemala 4 y 6 mm, el comportamiento es muy similar en todos los casos, esta materia prima a lo largo del estudio no ha tenido un comportamiento definido y por lo tanto no permite realizar un análisis específico, por esta razón no es una cal con características adecuadas para ser utilizada en el sistema SLC-LTR-TCA de CVG-BAUXILUM planta.

Es importante acotar también que para que exista un rendimiento óptimo en la etapa de filtración se necesitan de otros factores como: telas en buen estado, lavados ácidos y cáusticos en los filtros Kelly cuando corresponden, los cuales contribuyen junto al TCA y el LTR a una mejor eficiencia en el área.

a) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 0 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.



b) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.

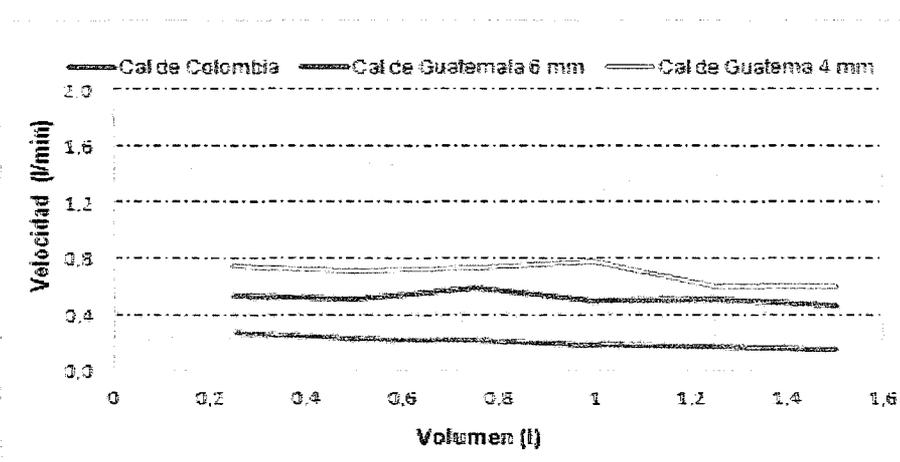
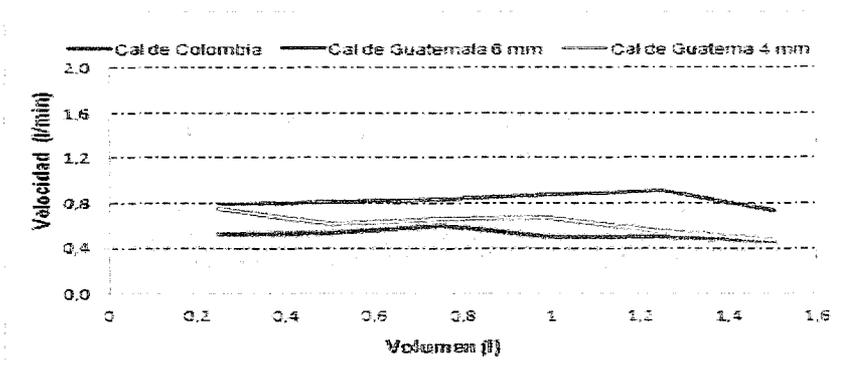
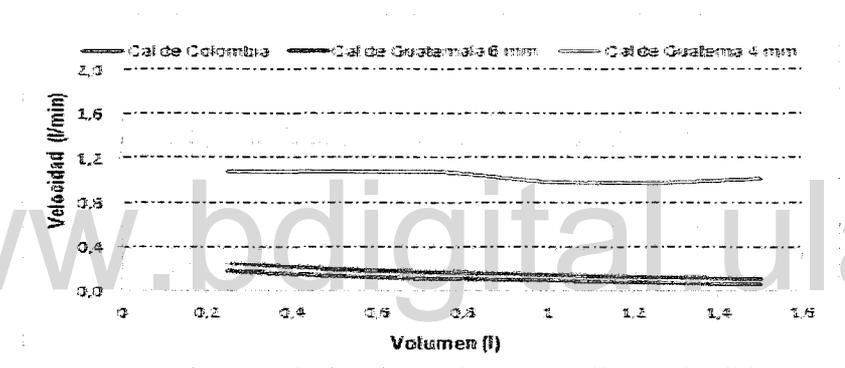


Figura 75. Velocidad de filtración vs volumen para los diferentes tipos de cal.

c) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.



d) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.



e) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.

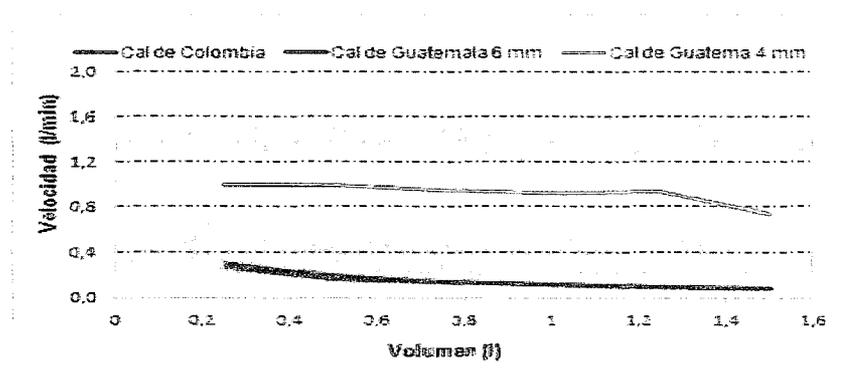
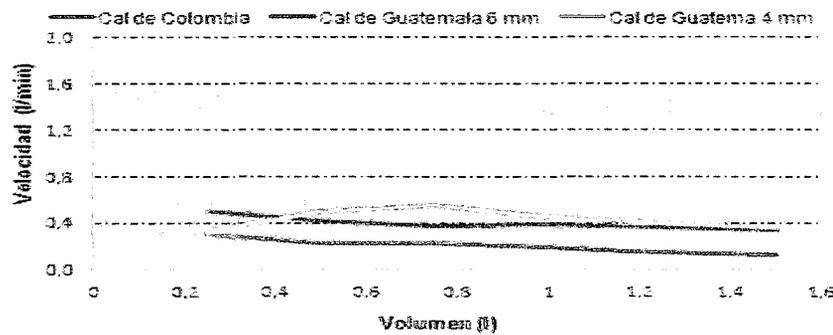
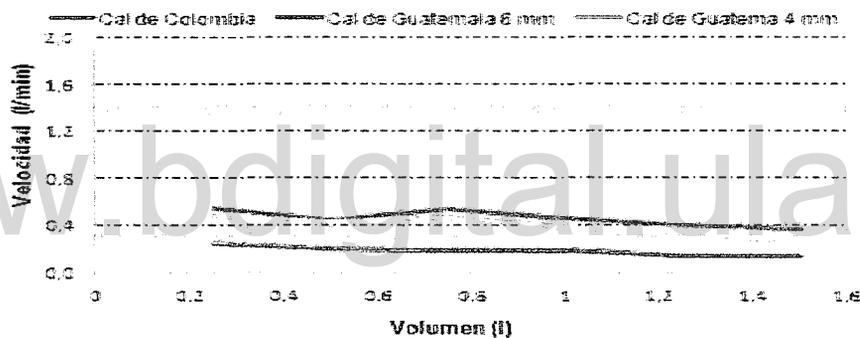


Figura 75. Velocidad de filtración vs volumen para los diferentes tipos de cal (continuación).

f) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 50/1.



g) Relación de alimentación LTR/SLC = 2.5/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.



h) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 0 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.

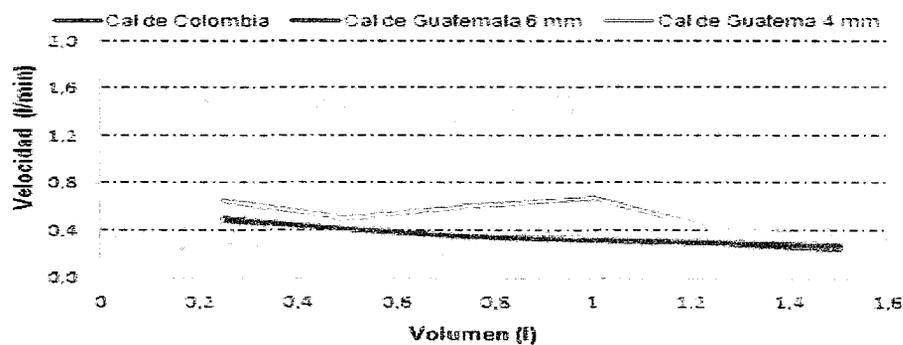
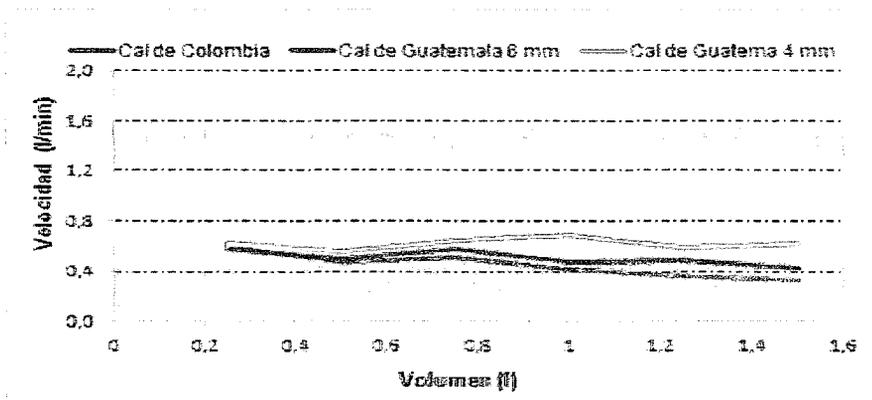
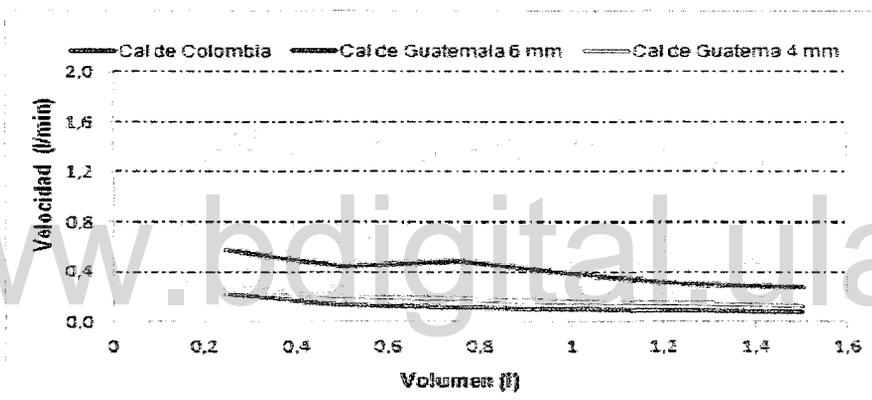


Figura 75. Velocidad de filtración vs volumen para los diferentes tipos de cal (continuación).

i) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 210 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.



j) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 420 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.



k) Relación de alimentación LTR/SLC = 3/1, volumen añadido al sistema = 500 ml y relación de filtración LTR/TCA = 60/1.

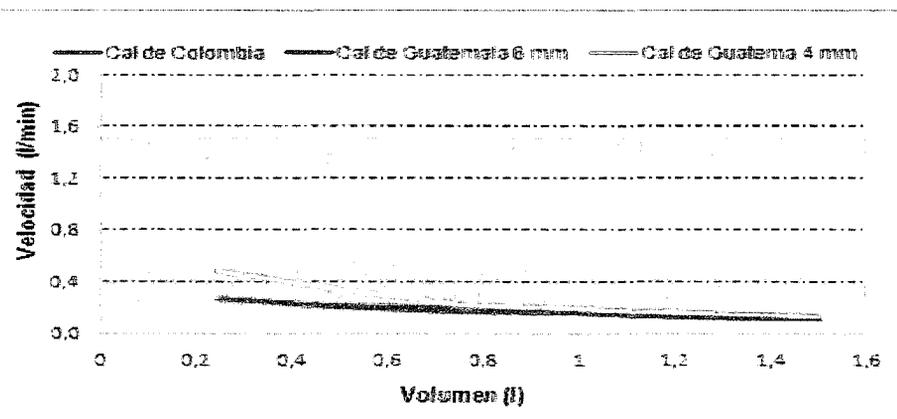


Figura 75. Velocidad de filtración vs volumen para los diferentes tipos de cal (continuación).

6.3 Optimización del Sistema SLC-LTR-TCA.

Con los resultados y análisis obtenidos anteriormente se elaboró la Tabla 7, la cual contiene valores recomendados de los parámetros más importantes para el control del sistema SLC-LTR-TCA, con la finalidad de obtener mejores resultados en la etapa de filtración.

Tabla 7. Valores de referencia para el control del sistema SLC-LTR-TCA.

Parámetro	Cal Colombiana	Cal guatemala 4 y 6 mm	
Concentración de Sólidos (g/l) [SLC]	≥ 170	No definido	
Concentración de Sólidos (g/l) [TCA]	≈ 48		
Relación LTR/SLC	2,5/1	No definido	
Relación LTR/TCA	60/1		
Temperatura de la Lechada de Cal (°C)	70	70	70
Temperatura del Licor (°C)	102	102	102
Temperatura del TCA (°C)	> 95	> 95	> 95
Causticidad	0,74	0,74	0,74
% de Sedimentación en 5min	> 80	> 95	No definido
Tiempo de Residencia (h)	1,0	1,0	1,0
% y Tipo de Hidrogrosularia	> 97	No definido	
	hGrb + hGrI		
Conc. de Calcio en el LFK (g/l)	≈ 0,020		
Relación Química CaO/Al ₂ O ₃	1,2		
Estequiometría (LTR/SLC)	0,4	0,4	0,4
Concentración de carbonatos del LFK (g/l)	≈35	≈32	≈36
Concentración de sílice del LFK (g/l)	≈0,91	≈0,90	≈0,93

7. CONCLUSIONES

1. La temperatura de los reactivos (LTR + SLC) en el tanque de reacción del TCA debe estar alrededor de los 95 °C, en BAUXILUM planta actualmente esta temperatura es inestable.
2. Se pudo comprobar que con un tiempo de reacción igual a 1 hora es posible obtener un coadyuvante con características adecuadas para evitar pases de calcio en el LFK, siempre y cuando las condiciones tales como concentración de sólidos en la SLC y las características del LTR sean las apropiadas para llevar a cabo la reacción.
3. Se estudió el efecto de la concentración de sólidos de la suspensión de lechada de cal para tres tipos de cal en la calidad del TCA y como consecuencia en la concentración de calcio del licor filtrado Kelly. De acuerdo a los resultados se estableció la concentración más conveniente para la cal Colombiana, en cuanto a la cal de Guatemala 4 y 6 mm no se definieron valores de concentración de SLC por no presentar una tendencia específica.
4. La concentración de sólidos en el TCA fue otra de las variables consideradas en la investigación y a través de su estudio se pudo comprobar que la cantidad que se obtiene de sólidos (libre de impurezas), se encuentra ligada directamente con la concentración de la SLC más que con cualquier otra variable presente en el sistema y la cantidad en el coadyuvante depende de cada tipo de cal.
5. Gracias a la revisión bibliográfica y a la serie de ensayos realizados en el laboratorio se obtuvo una herramienta para evaluar rápidamente el TCA, la cual es la relación química $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$, que no implica más que un análisis químico a través de un espectrofotómetro, que permite conocer la cantidad de alúmina y calcio presente en el ayudante de filtración.
6. La torta que se forma en la tela al filtrar permite evaluar la eficiencia del medio filtrante, ya que al no disponerse de la cantidad necesaria de TCA la eficiencia

disminuye; este parámetro también da la posibilidad de evaluar las demás variables involucradas en el proceso de filtración.

7. La relación de alimentación al tanque de reacción (LTR/SLC) y alimentación al filtro (LTR/TCA) juegan un papel importante en la respuesta que se obtiene de todos los parámetros involucrados en la producción del TCA, en la concentración de calcio del LFK, así como también en la condición hidráulica del sistema. A través de la experiencia de laboratorio se pudieron establecer estos valores para la cal Colombiana los cuales son: $LTR/SLC = 2.5/1$ y $LTR/TCA = 60/1$, mientras que la cal de Guatemala 4 y 6 mm no mostraron una respuesta definida.
8. Cuando ocurre una reacción eficiente el porcentaje de hidrogrosularia, la relación química (CaO/Al_2O_3) y la mineralogía del TCA, son tres parámetros que van de la mano; es decir al ocurrir una reacción eficiente se refleja en las dos variables posterior a su formación, como son la relación química y las propiedades mineralógicas del TCA y por ende en concentraciones de calcio en el LFK por debajo de la referencia.
9. A través de los ensayos del laboratorio se pudo constatar que el TCA obtenido a partir de la cal colombiana, remueve los carbonatos y la sílice del LFK, así sus características no sean las más adecuadas, mientras que en los otros dos tipos de cal la remoción de estas impurezas no son eficientes.
10. Se pudo demostrar a través de los análisis de laboratorio que en la cal Colombiana al producirse una reacción deficiente como consecuencia de una inadecuada concentración de sólidos en la SLC, se incrementa el contenido de carbonatos perjudicando así la calidad del coadyuvante por afectar la reacción principal.
11. En cuanto a la velocidad de sedimentación se puede decir que es una variable controlada por un operador y por esa razón no termina de ser un parámetro que permite tomar acciones definitivas en el sistema, pero a pesar de esto, con las pruebas de laboratorio se pudo verificar que cada materia prima presenta un comportamiento particular.

12. La velocidad de filtración depende del flujo de licor así como también del control de todos los parámetros involucrados en el sistema SLC-LTR-TCA.
13. La materia prima más conveniente para preparar el TCA en BAUXILUM, es la cal Colombiana por ofrecer una respuesta específica y muy cercana a la planta en continuo.

Finalmente se puede concluir al haber estudiado todas las variables involucradas durante y después de la producción del TCA, que en orden de influencia la que mayor efecto tiene en las características del producto final es la concentración de sólidos de la SLC, ya que afecta el rendimiento de la reacción y como consecuencia el contenido de sólidos del coadyuvante, que a su vez son claves para formar un medio filtrante óptimo en la etapa de filtración.

Otro de los parámetros que también influye en gran medida al sistema SLC-LTR-TCA son las relaciones de alimentación (LTR/SLC) y filtración (LTR/TCA), porque intervienen en la respuesta de todas las variables en estudio y por último la estequiometría también juega un gran papel en la producción del TCA, porque si no se maneja correctamente el equilibrio de la reacción no se consigue una conversión eficiente hacia el producto.

8. RECOMENDACIONES

1. Incluir dentro de la rutina del área de filtración el análisis químico del TCA a través del espectrofotómetro por lo menos dos veces a la semana, ya que era realizado ocasionalmente.

2. Mantener la temperatura de reacción por encima de los 95 °C, siendo una de las opciones colocar un intercambiador de calor en el tanque de TCA o incrementar la temperatura del LTR de entrada, porque la SLC no debe exceder los 70 °C máximo 75 °C al ser preparada. También debe mejorarse el sistema de medición de temperatura mediante algún software.

3. Verificar diariamente la estequiometría de la reacción entre el aluminato de sodio (NaAlO_2) y el hidróxido de calcio (Ca(OH)_2), mediante la revisión de los flujos, concentraciones y moles de los reactivos, para tener un buen control en la eficiencia de la reacción de TCA y de esta manera mantener una concentración de calcio del LFK por debajo de la referencia.

4. Realizar la prueba de sedimentación como se ha hecho hasta ahora, pero al momento de reportar el valor alcanzado por la interface revisar la data por lo menos tres días antes, para ver si la tendencia se mantiene y de este modo llevar un registro, con el fin de conocer si hubo o no cambio de cal.

5. Realizar el análisis por difracción del TCA mínimo dos veces a la semana ya que solo se hacía ocasionalmente, para verificar la composición mineralógica del coadyuvante y ver si la cantidad de impurezas y reactivo sin reaccionar están en pequeña proporción, sino para tomar las respectivas acciones de control en el sistema SLC-LTR-TCA según sea el caso.

6. Tratar de mantener la concentración de sólidos de la SLC por encima de los 170 g/l en el caso de utilizar cal Colombiana, para generar una cantidad de sólidos de TCA que sea suficiente y de esta manera disponer de un medio filtrante de características apropiadas para el sistema.

7. Diseñar un equipo de laboratorio que permita tener el sistema en continuo para evaluar todas las variables implicadas en la etapa de filtración.

8. Adquirir un microscopio electrónico de barrido para analizar la forma de los cristales de TCA, ya que no todas las configuraciones satisfacen los requerimientos del sistema SLC-LTR-TCA de C.V.G-BAUXILUM planta.

9. Estudiar el efecto de aditivos mejoradores de las características del TCA, con el fin de implementarlos en la elaboración del coadyuvante y de esta manera obtener una mayor eficiencia en la etapa de filtración disminuyendo los niveles de calcio en el LFK.

10. Evaluar cualquier cambio de materia prima a través de los análisis realizados en esta investigación y de esa forma conocer cómo se comporta el proceso para tomar a tiempo las acciones respectivas.

11. Por último tratar de seguir todas estas recomendaciones que por supuesto deben ir acompañadas de telas en buen estado, lavados ácidos y cáusticos cuando sean requeridos en la etapa de filtración.

www.bdigital.ula.ve

9. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Rosenberg, S. y Wilson, D. E.P. "Improved Process for Filter Aid Production in Alumina Refineries". Patent No. 1301260B1. London. European Patent Office, 2-11; 2009.
- [2] Barham, S., Khan, S., y Malito, J. "Optimization of Tricalcium Aluminate for Enhanced Bayer Liquor Filtration". NALCO, 1-7; 2000.
- [3] Sojo, A. "Algoritmo del Sistema de Automatización de la Dosificación de Lechada de Cal desde el Tanque T-38-10 hasta el Tanque T-38-11". Trabajo de Grado. Técnico de Procesos Químicos. Instituto Universitario de Tecnología "Dr. Federico Rivero Palacio", Puerto Ordaz. 2003.
- [4] Galarraga, A. Seminario Técnico Áreas, 37-38-49. Gerencia de Control de Calidad y Procesos - Superintendencia de Lado Rojo. C.V.G-BAUXILUM.1992.
- [5] Geankoplis, C. "Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias". (3^a. Ed.). México. Editorial Continental, 885, 891; 1998.
- [6] Bosman, J., Bosman, W., Hartmann, A., Hartmann, V., Ibarra, N., Lograzzo, J., Quintero, F., Trompiz, M., Suarez, C., Mok, L. "Proyecto Interálumina-Descripción del proceso BAYER". Manual de Proceso Lado Rojo C.V.G-BAUXILUM.1980.
- [7] Rincones, A. "Efecto de las Condiciones de Predesilicación y Digestión sobre el Nivel de Sílice Usando Bauxita los Pijiguaos Durante el Proceso BAYER en C.V.G-BAUXILUM". Trabajo de Grado. Licenciatura en Química. Universidad de Oriente, Cumaná. 2008.
- [8] Svarovsky, L. "Solid-Liquid Separation". (4^a. Ed.). England. Elsevier Group. 303-305, 307-309, 313-315, 318. 321-322; 2000.

- [9] Andersen, L., Clump, C., Foust, A., Maus, L., Wenzel, L. "Principios de Operaciones Unitarias". (2ª. Ed.). México. Editorial Continental, 654-655, 657, 661, 663-664; 2006.
- [10] Coulson, J. y Richardson, J. "Ingeniería Química. Operaciones Básicas". (2ª. Ed.). México. Editorial Reverté S.A, 415, 425; 1981.
- [11] Andermann, L. y Pollet, G. "The Manufacture of Tricalcium Aluminate". Light Metals, 11-17; 2003.
- [12] Cardile, C. y Whittington, B. "The Chemistry of Tricalcium Aluminate Hexahydrate Relating to the Bayer Industry". Int. Journal of Mineral Processing 48: 21-38; 1996.
- [13] Heath, C., Rosenberg, S. y Wilson, D. "Some Aspects of Calcium Chemistry in the BAYER Process". Light Metals, 19-25; 2001.
- [14] Buttery, J., Heath, C., Patrick, V., Rosenberg, C., Wilson, D. "Thermodynamics of Hydrocalumite Formation in Causticisation". Light Metals, 1-6; 2002.
- [15] Tarleton, E. y Wakeman, R. "Filtration Equipment Selection Modelling and Process Simulation". (1ª. Ed.). USA. Elsevier Advanced Technology, 9; 1999.
- [16] Silva, S. "Caracterización de Revoques Formados Utilizando Mezclas Monodales Amplias". Trabajo de Grado. Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela, Caracas. 2001.
- [17] Hassibi, M. "Factores que Afectan la Calidad de la Cal Viva (CaO) desde el Mineral hasta el Procesamiento para su Uso". Chemco Systems L.P. 2002.
- [18] Hassibi, M. "Una Perspectiva General del Apagado de la Cal y los Factores que Afectan el Proceso". "3er Simposio Internacional Sorbalit". 1999.
- [19] Bouglada, M. y Naceri, A. "Effect of the Setting Agent (Lime) on the Physico-Chemical Properties of Slag Cement and Mechanical Behavior of Mortar". Asian Journal of Civil Engineering 9: 423-432; 2008.

- [20] Potgieter, J., Potgieter, S. y Wall, D. "An Empirical Study of Factors Influencing Lime Slaking. Part II: Lime Constituents and Water Composition". ISSN Water S.A 29: 157-160; 2003.
- [21] Macek, J. y Kemperl, J. "Precipitation of Calcium Carbonate from Hydrated Lime of Variable Reactivity, Granulation and Optical Properties". Int. J. Miner. Process 93: 84-88; 2009.
- [22] Forté, G., Larocque, J. y Soucy, G. "Organic Control Technologies in BAYER Process". Light Metals, 109-114; 2004.
- [23] Alves, J., Araujo, A., Brito, R., Gontijo, G., Prasad, S., Vasconcelos, L. "Improving the Bayer Process Productivity an Industrial Case Study". Minerals Engineering, 30: 1-7; 2009.
- [24] Aldi, J., Borges, A., Braga, P., France, S., Moraes, J. "Some Aspects of Tricalcium Aluminate Hexahydrate Formation on the Bayer Process". Light Metals, 63-66; 2010.
- [25] Crowley, M. "Effect of Starting Material on Phase Relations in the System CaO-Al₂O₃-H₂O". Journal of the American Ceramic Society 47: 144-148; 1964.
- [26] Pepler, R. y Wells, L. "The System CaO-Al₂O₃-H₂O from 50 to 250 °C". Journal of Research of the National Bureau of Standards 52: 75-92; 1954.
- [27] Schultze-Rhonof, E. "On the Chemistry of Bauxite Extraction II. Studies in the System Na₂O-CaO-Al₂O₃-TiO₂-H₂O between 100 and 275 °C". Anorg Allgem. Chem 396: 303-307; 1973.
- [28] Fallows, T., Whittington, B. y Willing, M. "Tricalcium Aluminate Hexahydrate (TCA) Filter Aid in the BAYER Industry: Factors Affecting TCA Preparation and Morphology". Int. Journal of Mineral Processing 49, 1-29; 1997.
- [29] Montaser, A. y Golightly, D. "Inductively Coupled Plasmas in Analytical Atomic Spectrometry". New York. VCH Publishers. 1987.

ANEXOS

www.bdigital.ula.ve

www.bdigital.ula.ve

ANEXO A. Cálculo Teórico de la Concentración de Sólidos del TCA y Estequiometría del Sistema SLC-LTR-TCA para los Ensayos del Laboratorio.

Tabla 8. Concentración teórica de los sólidos del TCA al utilizar las dos relaciones de alimentación (LTR/SLC).

Relación de alimentación (LTR/SLC) 2,5/1										
[SLC] (g/l)	[LTR] (g/l)	V _{SLC} (l)	V _{LTR inicial} (l)	V _{H2O añadida} (l)	V _{LTR} (l)	SLC (g)	LTR (g)	SLC+LTR (g)	V _{TCA} (l)	[TCA] _{Teórico} (g/l)
170,0	0,2	0,23	0,58	0,00	0,58	39,1	0,115	39,22	0,81	48,71
170,0	0,2	0,23	0,58	0,21	0,37	39,1	0,073	39,17	0,81	48,66
170,0	0,2	0,23	0,58	0,42	0,16	39,1	0,031	39,13	0,81	48,61
170,0	0,2	0,23	0,58	0,50	0,08	39,1	0,015	39,12	0,81	48,59
Relación de alimentación (LTR/SLC) 3/1										
[SLC] (g/l)	[LTR] (g/l)	V _{SLC} (l)	V _{LTR inicial} (l)	Δ _{H2O añadida} (l)	V _{LTR} (l)	SLC (g)	LTR (g)	SLC+LTR (g)	V _{TCA} (l)	[TCA] _{Teórico} (g/l)
170,0	0,2	0,20	0,60	0,00	0,60	34,0	0,120	34,12	0,80	42,65
170,0	0,2	0,20	0,60	0,21	0,39	34,0	0,078	34,08	0,80	42,60
170,0	0,2	0,20	0,60	0,42	0,18	34,0	0,036	34,04	0,80	42,55
170,0	0,2	0,20	0,60	0,50	0,10	34,0	0,020	34,02	0,80	42,53

Tabla 9. Estequiometría del sistema SLC-LTR-TCA en el laboratorio.

LTR Na ₂ O tt (g/l)	V _{LTR} - V _{H2O} (l)	LTR Na ₂ O tt (g)	PM Na ₂ O (g/mol)	moles de Na ₂ O	SLC (g)	PM Ca(OH) ₂ (g/mol)	moles de Ca(OH) ₂	Relación molar LTR/SLC
47,4	0,575	27,26	81,98	0,332	39,1	74	0,528	0,419
47,4	0,365	17,30	81,98	0,211	39,1	74	0,528	0,266
47,4	0,155	7,35	81,98	0,090	39,1	74	0,528	0,113
47,4	0,075	3,56	81,98	0,043	39,1	74	0,528	0,055

ANEXO B. Composición Mineralógica del TCA.

Tabla 10. Propiedades mineralógicas del TCA obtenidas en los últimos cuatro años.

TCA	Componentes presentes en el TCA											Composición química principal		
	hGr	%(p/p)	Ca(OH)2	%(p/p)	Ca c	%(p/p)	CAHC o CACH	%(p/p)	otros	%(p/p)	Relación		Cálculo en el URK	
											CaO	A 2O3		CaO/A 2O3
TCA21020	hGr	83,0	s	7,0	s	1,4	no	-	MgOH	1,2	39,7	23,1	1,7	0,023
TCA23027	hGr	82,1	no	-	s	1,0	no	-	MgOH	3,0	34,1	25,0	1,5	0,025
TCA219	hGrb, hGr	43,3 48,3	s	2,0	no	-	no	-	no	-	40,2	26,1	1,5	0,024
TCA3070	hGrb	10,0	s	30,0	s	2,0	no	-	no	-	43,4	20,1	2,1	0,027
TCA1299	hGrb, hGr	45,0 45,0	s	2,4	s	0,5	no	-	no	-	41,2	26,7	1,5	0,025
TCA1510	hGrb	22,0	s	5,5	s	30,0	s	2,3	no	-	*	*	*	0,022
TCA31	hGr	41,8	s	2,0	s	0,4	no	-	no	-	39,3	33,4	1,1	0,026
TCA41	hGr	81,5	s	1,5	no	-	no	-	no	-	40,7	25,6	1,6	0,026
TCA51	hGr	95,9	s	1,6	s	2,4	no	-	no	-	39,9	25,1	1,6	0,026
TCAp109c	hGr	96,0	s	2,3	s	0,7	no	-	no	-	39,3	25,6	1,5	0,025
Tp103	hGrb, hGr	49,5 49,5	no	-	s	1,0	no	-	no	-	37,9	24,8	1,5	0,027
TCA717	hGrb, hGr	49,0 49,0	no	-	s	1,1	no	-	no	-	40,7	26,2	1,6	0,027
TCA10303	hGrk	27,4	s	8,1	s	0,5	s	30,2	COOH	13,7	40,8	18,9	2,1	0,028
TCA30503	hGrb, hGrk	21,6 13,2	s	8,1	s	1,1	s	52,2	COOH	13,9	41,0	18,9	2,1	0,028
TCA30503	hGrk	34,2	s	3,4	s	1,5	s	59,4	COOH	1,5	40,4	21,5	1,9	0,028
TCA40503	hGrk, hGr	40,5 40,5	s	7,4	s	2,4	s	9,1	no	-	41,2	21,8	1,9	0,028
TCA50503	hGr	97,9	s	1,1	s	1,0	no	-	no	-	39,3	24,9	1,6	0,028
TCA30m n	hGrb	11,5	s	13,8	s	0,7	s	64,0	no	-	41,6	16,6	2,6	0,026
TCA60503	hGrb	100,0	no	-	no	-	no	-	no	-	40,2	26,7	1,5	0,026
TCAp103	hGrb, hGr	47,8 47,8	s	2,3	s	1,0	no	-	no	-	41,7	26,1	1,6	0,026
TCAa1223	hGrb, hGr	48,9 48,9	s	0,7	s	0,5	no	-	no	-	38,9	25,7	1,5	0,025
TCAp1203	hGrb, hGr	48,4 48,4	s	1,5	s	0,7	no	-	no	-	40,4	24,5	1,6	0,025
TCAa5123	hGrb, hGr	48,9 48,9	s	0,6	s	0,5	no	-	no	-	38,9	25,8	1,5	0,025
TCAa6123	hGr	97,8	no	-	s	0,6	no	-	no	-	40,6	22,7	1,8	0,025
TCAp8	hGrb	89,6	s	9,4	s	0,9	no	-	no	-	40,7	25,4	1,6	0,028
TCA43	hGrb	99,7	s	2,4	s	0,8	no	-	no	-	40,1	25,7	1,6	0,028
TCA284	hGr	100,0	no	-	no	-	no	-	no	-	39,5	26,2	1,5	0,027
TCAp184	hGrb, hGr	49,1 49,4	s	1,1	s	0,5	no	-	no	-	40,6	26,2	1,5	0,026
TCA284	hGr	100,0	no	-	no	-	no	-	no	-	39,0	15,8	1,9	0,027
TCA584	hGrb, hGr	49,2 49,2	s	0,6	s	1,0	no	-	no	-	39,9	25,6	1,6	0,027
TCA637	hGr	97,9	no	-	s	2,0	no	-	no	-	40,1	25,9	1,6	0,027
TCA784	hGr	98,8	no	-	s	1,1	no	-	no	-	37,4	14,6	1,5	0,027
TCA884	hGr	99,1	no	-	s	0,7	no	-	no	-	35,9	14,5	1,5	0,027
TCA148	hGr	93	s	5,6	s	1,0	no	-	no	-	41,1	25,1	1,6	0,022
TCA22907	hGrb, hGr	40,0 40,0	s	4,2	s	0,5	no	-	no	-	40,4	23,9	1,6	0,023
TCA25108	hGrb, hGr	48,0 48,0	s	3,5	no	-	no	-	no	-	42,6	16,3	1,6	0,021
TCA2011	hGrb, hGr	43,0 43,0	s	1,5	s	0,5	no	-	no	-	42,0	23,6	1,6	0,020
TCA22011	hGrb	86,1	s	12,9	no	-	no	-	no	-	41,2	26,1	1,6	0,020

Tabla 10. Propiedades mineralógicas del TCA obtenidas en los últimos cuatro años (continuación).

TCA32011	hGrb	94.1	s	4.9	s	1.0	no	-	no	-	42.0	25.4	1.7	0.020
TCA4201	hGrb hGrI	45.0 45.0	s	8.0	s	0.9	no	-	no	-	42.9	25.6	1.7	0.020
TCAp2121	hGrb hGrI	50.8 59.9	si	9.2	no	-	no	-	no	-	40.6	25.4	1.6	0.028
Tlat2111	hGrb hGrI	49.5 49.5	no	-	si	0.8	no	-	no	-	41.9	26.5	1.6	0.018
TCA2511	hGrb hGrI	38.9 58.0	s	1.5	si	1.6	no	-	no	-	41.7	26.3	1.6	0.029
Tasp2711	hGrb hGrI	47.5 47.5	s	4.8	no	-	no	-	no	-	40.8	25.6	1.6	0.029
TCAes28r	hGrb hGrI	47.0 43.0	si	4.3	s	0.7	no	-	no	-	40.3	25.6	1.6	0.028
TCAcgr3	hGrI	88.0	s	11.0	si	0.9	no	-	no	-	41.4	27.0	1.5	0.015
TCAe812c	hGrb hGrI	48.2 48.2	s	2.3	si	0.8	no	-	no	-	40.8	26.2	1.6	0.019
TCA11012	hGrb	98.9	no	-	si	0.1	no	-	no	-	38.4	26.1	1.5	0.032
TCA11011	hGrb	98.1	no	-	si	0.9	no	-	no	-	40.7	26.7	1.5	0.032
TCA11011	hGrb	98.4	no	-	si	0.7	no	-	no	-	41.2	26.1	1.6	0.032
TCA11011	hGrb hGrI	48.7 48.7	s	1.6	no	-	no	-	no	-	41.6	27.0	1.5	0.031
TCA41012	hGrb hGrI	48.7 48.7	s	1.6	no	-	no	-	no	-	41.6	27.0	1.5	0.031
TCA51012	hGrb	98.4	s	0.6	no	-	no	-	no	-	41.1	27.3	1.5	0.032
TCA61012	hGrI	100	no	-	no	-	no	-	no	-	43.3	26.4	1.6	0.032
TCA81012	hGrb										44.0	26.1	1.7	0.032
TCA1138	hGrb hGrI	45.5 45.5	s	8.0	s	0.5	no	-	no	-	40.8	25.3	1.6	0.026
TCAesp	hGrb	81.0	s	10.5	s	0.7	s	7.0	no	-	41.3	24.4	1.7	0.021
TCAes15	hGrb	82.0	si	9.0	si	0.5	si	6.0	no	-	42.3	24.4	1.7	0.021
TCA71	hGrb	90.0	si	4.1	si	0.8	no	-	no	-	41.8	25.8	1.6	0.029
TCA81	hGrb hGrI	43.0 43.0	si	2.9	si	0.5	no	-	no	-	39.0	25.0	1.6	0.029
TCA91R	hGrI	91.0	s	2.0	s	0.7	no	-	no	-	37.8	23.7	1.6	0.029
TCA121	hGrb hGrI	47.0 47.0	s	2.6	s	1.0	no	-	no	-	41.2	26.7	1.5	0.022
TCA12010	hGrb hGrI	45.0 45.0	s	2.4	s	0.5	no	-	no	-	41.2	26.7	1.5	0.022
TCA131	hGrI	93.0	s	2.3	si	0.3	no	-	no	-	41.2	26.6	1.5	0.020
TCA151	hGrI	93.0	s	2.3	si	0.5	no	-	no	-	41.3	26.5	1.6	0.021
TCA26	hGrI	92.0	s	3.2	s	0.6	no	-	no	-	41.1	26.4	1.6	0.029
TCA32	hGrI	94.0	s	5.0	s	0.8	no	-	no	-	41.7	26.4	1.6	0.023
TCA52	hGrI	94.1	si	4.0	si	0.8	no	-	no	-	41.9	26.5	1.6	0.023
TCA11012	hGrI	96.0	si	2.0	s	0.6	no	-	no	-	40.9	27.2	1.5	0.023
TCA117	hGrI	95.2	s	1.3	si	1.5	no	-	no	-	39.9	24.9	1.6	0.029
TCA217	hGra hGrb	38.0 55.0	s	0.5	no	-	no	-	Ank	5	37.4	25.4	1.5	0.029
TCA3170P	hGrb hGrs	50.5 32.3	no	-	s	0.7	s	55.5	no	-	34.2	23.0	1.5	0.029
TCA417	hGrb hGrI	49.8 48.2	no	-	si	1.0	no	-	no	-	40.9	26.2	1.6	0.029
TCA517	hGrb hGrs	45.2 45.2	no	-	si	3.0	si	5.6	no	-	40.5	26.2	1.5	0.029
TCA817	hGrb hGrs	47.0 49.8	no	-	si	2.2	no	-	no	-	40.7	26.5	1.5	0.029
TCAm125	hGrI	89.0	s	3.2	s	0.9	no	-	no	-	41.9	25.1	1.7	0.029
TCA2320	hGrb hGrs	47.9 47.9	si	2.8	si	1.0	no	-	no	-	42.6	25.7	1.7	0.026
TCA233E	hGrb hGrI	48.1 48.1	si	2.1	si	0.8	no	-	no	-	42.6	25.7	1.7	0.026
TCA2320	hGrI	91.5	s	4.0	si	1.0	no	-	no	-	41.3	26.2	1.6	0.024
TCAbco23	hGra hGrb	5.0 94.0	no	-	s	1.0	no	-	no	-	41.4	26.7	1.6	0.023
TCApmp23	hGra hGrI	32.0 32.0	no	-	s	0.9	no	-	no	-	41.1	26.9	1.5	0.023
TCAhmt26	hGrb hGrI	47.0 52.0	no	-	no	-	no	-	no	-	40.6	26.8	1.5	0.023
TCApja26	hGrb hGrI	48.0 49.0	si	2.3	no	-	no	-	no	-	42.1	26.6	1.6	0.023
TCApja26	hGrb hGrI	49.0 48.9	no	-	si	0.6	no	-	no	-	41.2	26.7	1.5	0.023
TCApja02	hGrI	96.6	s	2.5	s	0.8	no	-	no	-	41.3	26.5	1.6	0.023
TCA189	hGrb hGrI	49.2 48.1	no	-	s	1.3	no	-	no	-	41.3	26.2	1.6	0.022
TCA239	hGrb hGrI	48.5 48.5	no	-	si	0.8	no	-	Ank	0.54	41.2	26.6	1.6	0.022
TCA89	hGrb hGrI	48.5 48.5	si	1.3	si	0.7	no	-	no	-	40.1	25.6	1.6	0.024
TCA127	hGrb hGrI	47.2 48.3	si	1.6	si	1.9	no	-	no	-	41.2	26.8	1.5	0.028
TCA227	hGrI	98.0	no	-	si	1.1	no	-	no	-	41.1	26.5	1.6	0.028
TCA327	hGrk	88.4	no	-	s	8.7	no	-	MgOH	-	40.0	23.6	1.7	0.028
TCA427	hGrb hGrI	48.5 48.5	no	-	si	2.2	no	-	no	-	43.0	26.6	1.5	0.028
TCA617	hGrb hGrI	49.1 49.1	no	-	si	0.9	no	-	no	-	39.2	26.2	1.5	0.028
TCA817	hGrb hGrI	50.0 50.0	no	-	no	-	no	-	no	-	36.3	25.4	1.4	0.028
TCAes38	hGrb	86.5	si	8.9	si	0.8	s	3.3	no	-	38.9	24.9	1.6	0.021
TCApja10	hGra hGrb	25.8 60.3	s	0.8	si	0.3	si	11.4	no	-	61.4	2.9	22.2	0.024
TCAab10	hGrb hGrI	54.4 43.5	s	1.0	s	0.2	no	-	no	-	42.6	24.8	1.7	0.024

Tabla 11. Formula química y nomenclatura de los diferentes componentes presentes en el análisis mineralógico del TCA.

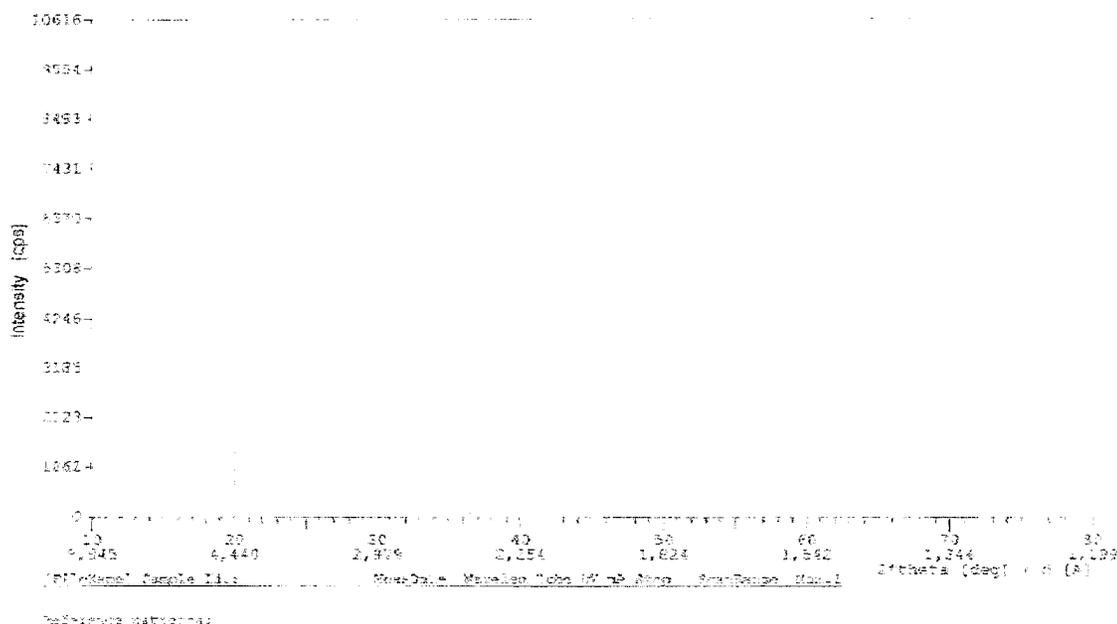
Componente	Fórmula Química	Nomenclatura
Hidrogrosularia a	$\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{OH})_{12}$	hGra
Hidrogrosularia b	$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,2}^*[(\text{OH})_4]_{2,8}$	hGrb
Hidrogrosularia l	$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,3}^*[(\text{OH})_4]_{2,7}$	hGrl
Hidrogrosularia k	$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*(\text{SiO}_4)_{0,5}^*[(\text{OH})_4]_{2,5}$	hGrk
Hidrogrosularia s	$\text{Ca}_3\text{Al}_2^*[(\text{OH})_4]_3$	hGrs
Portlandita	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	$\text{Ca}(\text{OH})_2$
Calcita	CaCO_3	Calc
Ankerita	$\text{Ca}(\text{Mg,Fe})(\text{CO}_3)_2$	Ank
Periclasa	MgO	MgO
Monocarbonato	$\text{Ca}_3(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_2$	CCOH
	$\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{O}_6^*\text{CO}_3^*_{11}\text{H}_2\text{O}$	CAHC
	$\text{Ca}_4\text{Al}_2^*\text{CO}_3^*(\text{OH})_{12}$	CACH

Anexo C. Componentes Principales del TCA (CaO y Al_2O_3).

Tabla 12. Análisis químico de los diferentes TCA preparados en el laboratorio.

TCA	CAL COLOMBIANA			CAL GUATEMALA 4mm			CAL GUATEMALA 6mm		
	CaO	Al_2O_3	CaO/ Al_2O_3	CaO	Al_2O_3	CaO/ Al_2O_3	CaO	Al_2O_3	CaO/ Al_2O_3
1	29,9	24,7	1,2	29,9	24,4	1,2	28,1	17,4	1,6
2	27,9	22,9	1,2	29,9	17,1	1,7	29,0	17,5	1,7
3	22,0	14,2	1,5	29,9	17,1	1,7	29,0	17,5	1,7
4 y 5	28,6	22,2	1,3	27,8	17,8	1,6	29,0	22,2	1,3
6 y 7	32,2	19,1	1,7	30,2	18,3	1,7	33,1	17,5	1,9
8	30,4	25,1	1,2	26,5	21,8	1,2	28,7	17,7	1,6
9	28,3	20,7	1,4	26,5	19,9	1,3	27,7	18,6	1,5
10	28,7	21,7	1,3	27,9	20,2	1,4	25,9	19,3	1,3
11	31,8	19,8	1,6	29,8	22,2	1,3	27,9	21,3	1,3

ANEXO D. Difractogramas del TCA Preparado en el Laboratorio con los Diferentes Tipos de Cal y Algunos TCA de Planta.



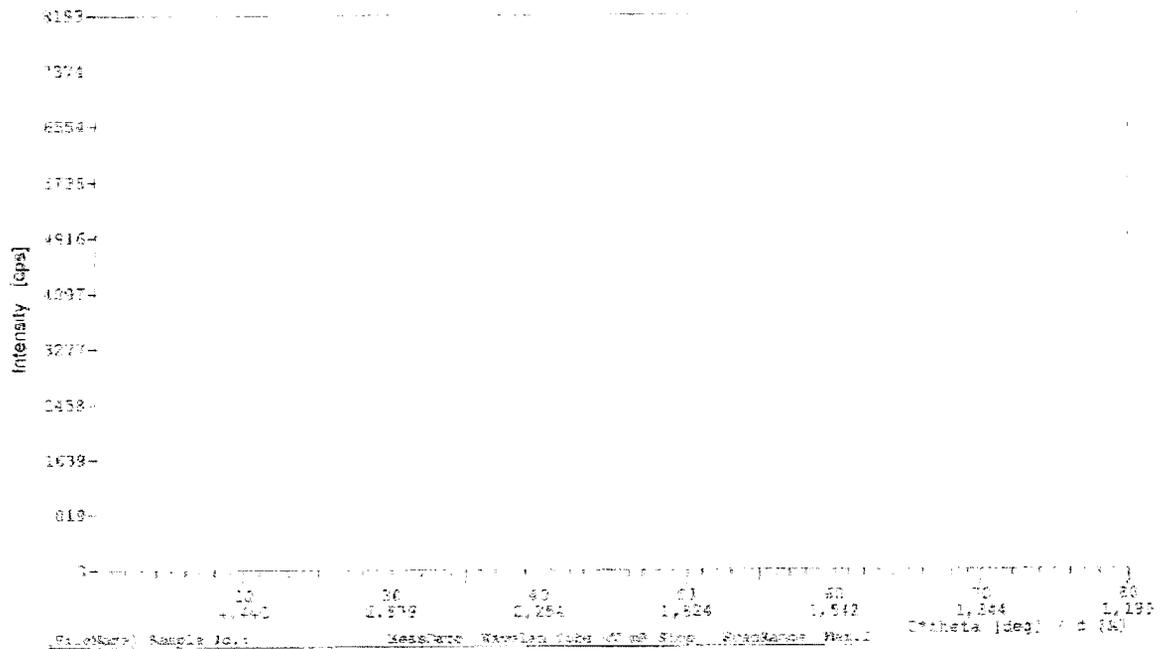
[TCA1178] Muestras del Proceso de Interconversión_Basáltico

Phase%	SUM	hGel	hGrb	Calc-CuOH	Chem	Anal	Diff
CaO%	43.94	21.38	21.59	0.36	0.61	29.90	-14.04
SiO ₂ %	3.83	2.29	1.54			1.30	-2.53
Al ₂ O ₃ %	26.04	12.96	13.08			24.70	-1.34
CO ₂ %	0.29			0.29			
H ₂ O%	24.12	12.37	11.56		0.19		
LOI%	25.63	12.56	12.79	0.29	0.19		
Orient.	[r]			1.00	1.00		
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50		
FWHM:	[0.12]	0.12	0.12	0.13	0.18		
xSize	[um]	>1000	>1000	987	165		
pSize	[um]	3.0	3.0	3.0	3.0		
MAC	(CuKa)	64.4	64.6	70.9	92.6		
Flc		1.05	1.05	3.23	2.90		

Profile R = 0.12
 Chi square = 4.38
 Full Scale (obs) = 10616 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2-theta offset = 0.03 deg

Muestra TCA 1 preparada con Cal Argas. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1/21. La portlandita no presenta orientación preferencial. El porcentaje de TCA es de 98%.

Figura 76a. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



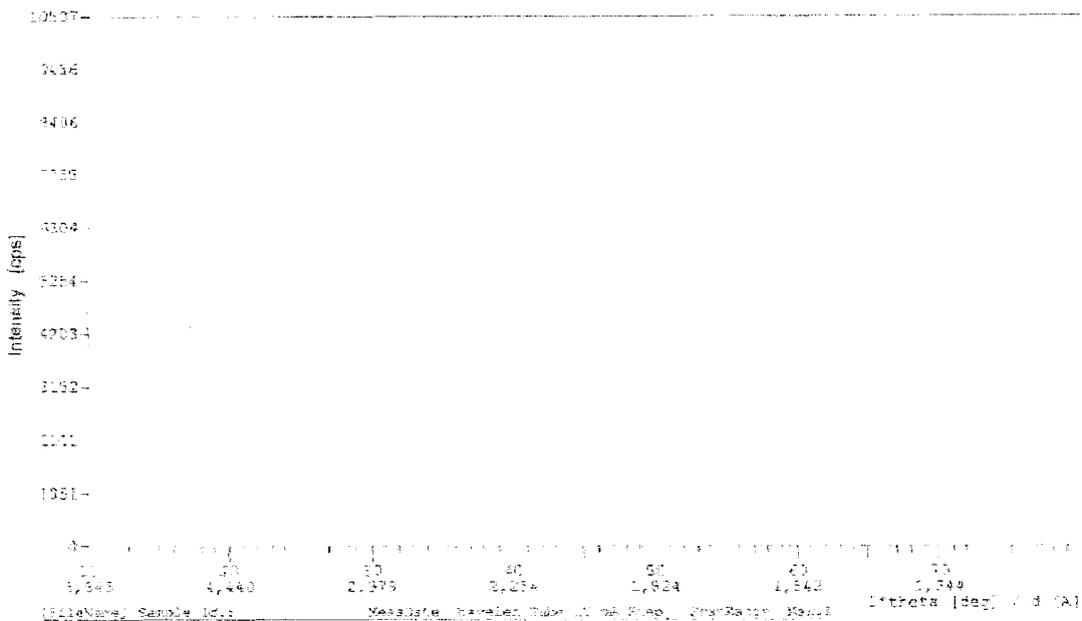
[TCA21708] Muestras del Proceso de Inter-alumina Bauxilum

Phase%	SUM	Calc	CaOH	hGrb	hGrb	CACH	Chem	Anal	Diff
CaO%	33,39	0,67	0,38	16,74	5,34	10,26	27,90	-5,49	
SiO ₂ %	1,20			1,20			1,00	-0,20	
Al ₂ O ₃ %	18,04			10,15	3,23	4,66	22,90	4,86	
CO ₂ %	2,54	0,53				2,01			
H ₂ O%	21,58		0,12	8,96	3,43	9,06			
LOI%	25,07	0,53	0,12	9,92	3,43	11,08			
Orient.	[r]	1,00	1,00			1,00			
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50			
FWHM:	[0,12]	0,12	0,12	0,14	0,12	0,20			
xSize	[nm]	>1000	>1000	494	>1000	55			
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	3,0	1,0			
MAC	(CuKa)	70,9	92,6	64,6	64,3	56,9			
D/c		3,23	2,90	1,05	1,00				

Profile R = 0,14
 Chi square = 5,57
 Full Scale (obs) = 8193 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0,06 deg

TCA preparada con cal Argos. La relación CaO/Al₂O₃ es 1,22. Presenta 26% del monocarbonato Ca₄Al₂(CO₃)₂(OH)₂·2,5H₂O. El porcentaje de TCA es 50%.

Figura 76b. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana a una concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



Nombre de muestra:

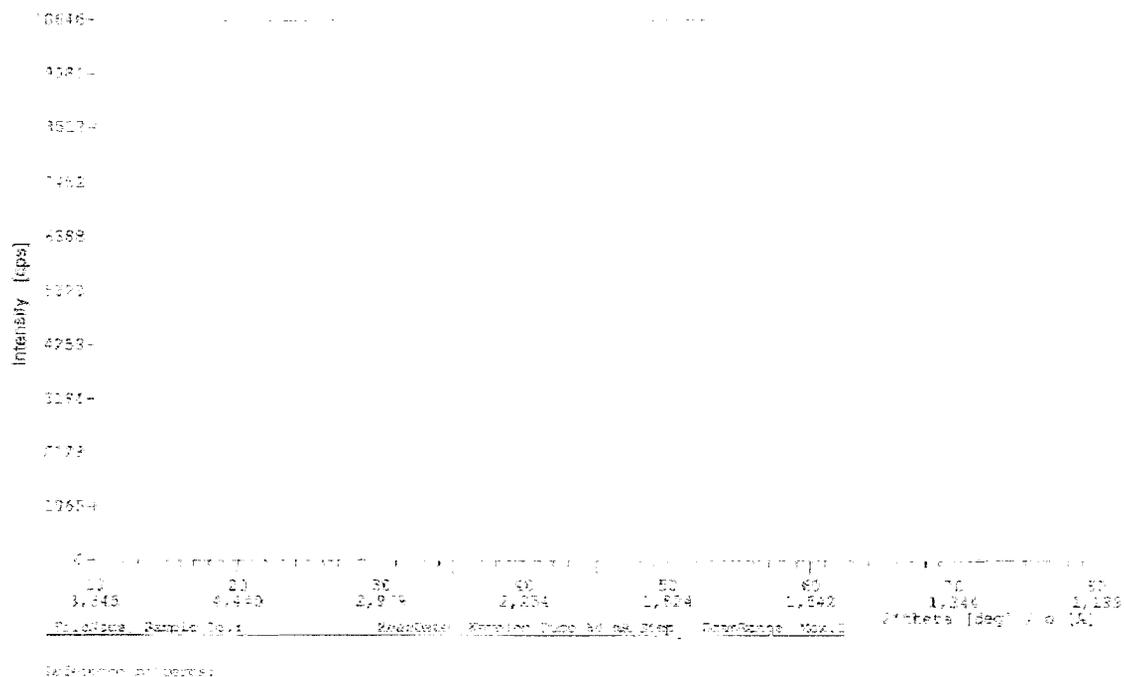
[TCA67178] Muestras del Proceso de Interalumina_Bauxilum

Phase%	SUM	Calc	hGrs	hGrb	CaOH	CACH	Chem	Anal	Diff
CaO%	27.78	0.32	4.36	4.52	3.78	15.00	32.20	4.42	
SiO ₂ %	0.31		0.31				1.00	0.69	
Al ₂ O ₃ %	12.07		2.64	2.62		6.82	19.10	7.03	
CO ₂ %	5.30	0.26					2.94		
H ₂ O%	19.88		2.80	2.31	1.22	13.25			
LOI%	22.02	0.26	2.80	2.56	1.22	16.19			
Orient.	[r]	1.00			0.45	1.00			
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50			
FWHM:	[0.12]	0.12	0.12	0.12	0.13	0.40			
sSize	[nm]	>1000	>1000	>1000	987	35			
pSize	[um]	3.0	3.0	3.0	3.0	1.0			
MAC (CuKa)		70.9	64.3	64.6	92.6	56.9			
Mc		3.23	1.00	1.05	2.90				

Profile R = 0.14
 Chi square = 5.21
 Full Scale (obs) = 10507 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 Diffract offset = 0.0 deg

TCA preparada con cal Argos. Presenta una relación 1.69. Contiene 38% del monocarbonato Ca4Al2(CO3)(OH)12.5H2O. El porcentaje de TCA es de 19.6%. La portlandita presenta orientación preferencial hacia la cara cristalina (001).

Figura 76c. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana a una concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



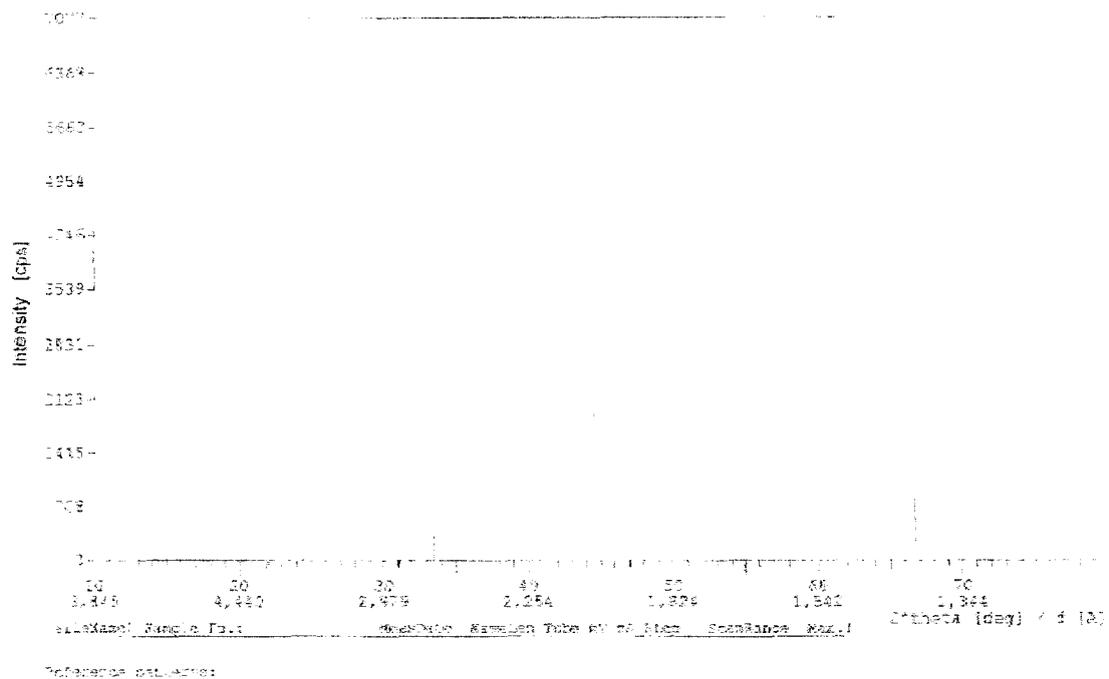
[TCA81708] Muestras del Proceso de Interalumina_Bauxilum

Phase%	SUM	hGrb	CaOH	hGra	Chem	Anal	Diff
CaO%	38.05	35.24	0.34	2.47		30.40	-7.65
SiO ₂ %	2.52	2.52				1.60	-0.92
Al ₂ O ₃ %	22.86	21.36		1.50		25.10	2.24
H ₂ O%	20.57	18.87	0.11	1.59			
LOI%	21.58	20.88	0.11	1.59			
Orient.	[r]		0.90				
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50			
FWHM:	[0.12]	0.13	0.16	0.13			
xSize	[µm]	987	247	987			
pSize	[µm]	3.0	3.0	3.0			
MAC	(CuKa)	64.6	92.6	64.3			
Itc		1.05	2.90	0.25			

Profile R = 0.15
 Chi square = 5.48
 Full Scale (obs) = 10646 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.0 deg

TCA preparada con cal Argos. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1.21. No contiene carbonatos y presenta un contenido de TCA de 85,6%.

Figura 76d. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1.



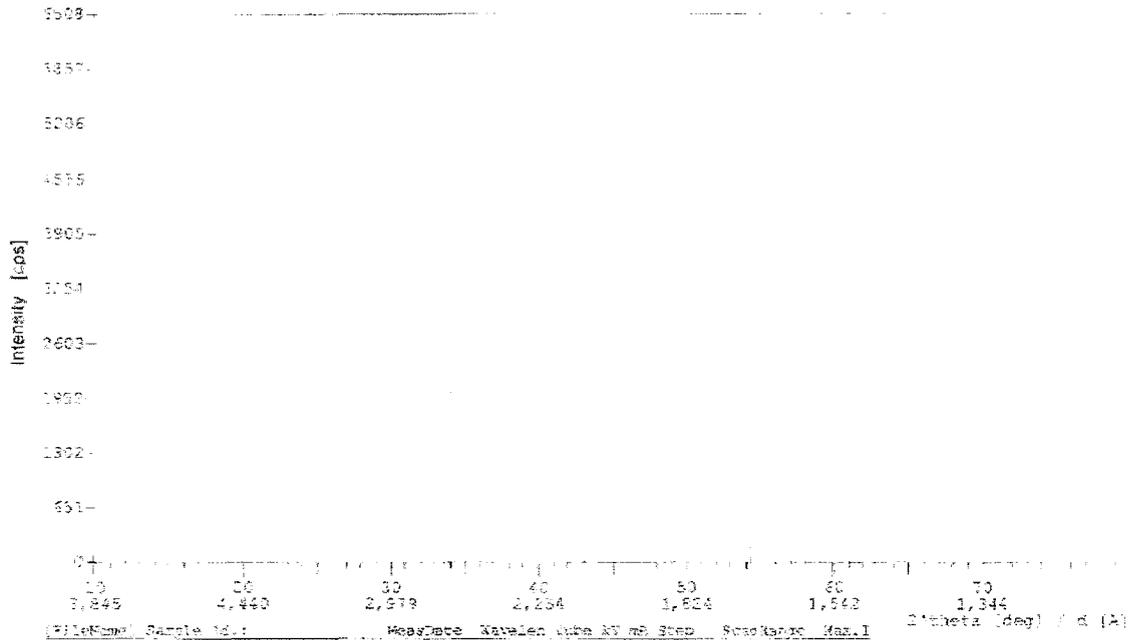
{TCA10178} Muestras del Proceso de Interaccións_Bauxitas

Phase%	SUM	Calc	hGrb	CaOH	CACH	Chem	Anal	Diff
CaO%	31.06	0.39	0.81	0.15	21.70	28.70	-2.36	
SiO ₂ %	0.63		0.63			0.80	0.17	
Al ₂ O ₃ %	15.21		5.34		9.87	19.80	4.59	
CO ₂ %	4.57	0.31			4.26			
H ₂ O%	23.94		4.72	0.05	19.17			
LOI %	29.01	0.51	5.22	0.05	23.43			
Orient.	[r]	1.00		0.40	1.00			
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50			
FWHM:	[0,12]	0.15	0.13	0.13	0.42			
xSize	[nm]	329	987	987	33			
pSize	[um]	3.0	3.0	3.0	1.0			
MAC	(CuKa)	70.9	64.6	92.6	56.9			
l/c		3.23	1.05	2.90				

Profile R = 0.14
 Chi square = 5.24
 Full Scale (obs) = 7077 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.0 deg

TCA preparado con cal Argos. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1,31.
 Contiene 55% de monocarbonato Ca₄Al₂(CO₃)(OH)12.5H₂O. El porcentaje de TCA es de 20%.

Figura 76e. TCA obtenido a partir de la Cal Colombiana a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l y LTR/SLC = 3/1.



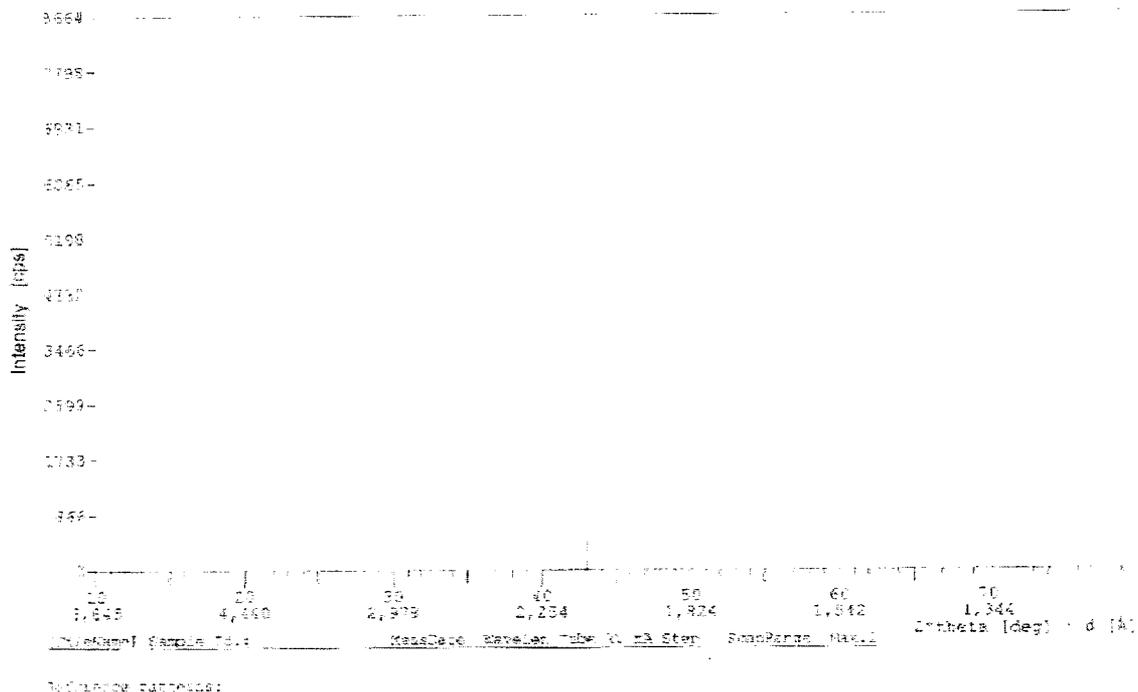
(TCA1G619) Muestras del Proceso de Interalumina_Bauxilum

Phase%	SUM	hGrsc	CaOH	Calc	CAHC	Chem	Anat	Diff
CaO%	29,85	2,22	3,78	0,17	23,68	28,10	-1,75	
Al ₂ O ₃ %	12,11	1,35			10,76	17,40	5,29	
CO ₂ %	4,78			0,13	4,65			
H ₂ O%	23,56	1,43	1,22		20,92			
LOI %	28,34	1,43	1,22	0,13	25,56			
Orient.	[r]		0,63	1,00				
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50			
FWHM:	[θ,12]	0,12	0,14	0,13	0,50			
xSize	[nm]	>1000	494	987	26			
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	1,0			
MAC	(CuKa)	64,3	92,6	70,9	56,9			
U/c		1,00	2,90	3,23				

Profile R = 0,16
 Chi square = 6,88
 Full Scale (obs) = 6082 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2-theta offset = 0,0 deg

TCA preparada con Cal de Guatemala de 6 mm. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1,61. Contiene 60% del monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)11H₂O. El porcentaje de TCA es de 5%.

Figura 77a. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 6 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



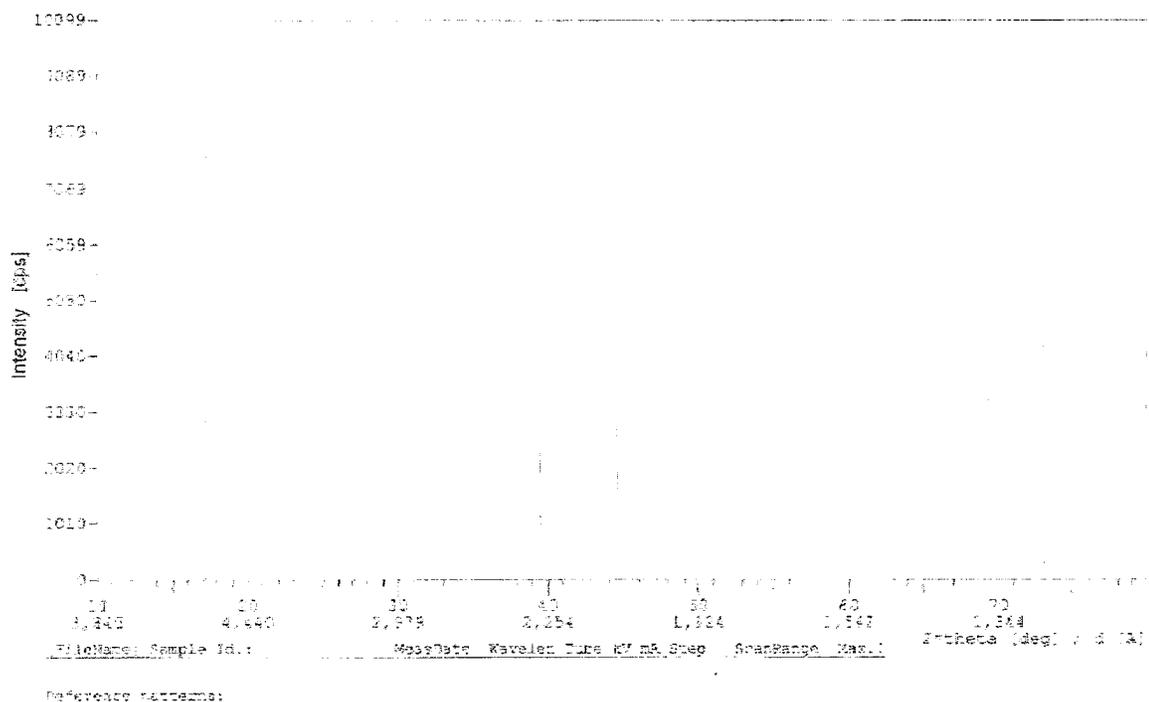
[TCA2G619] Muestras del Proceso de Internuminación_Bauxilum

Phase%	SUM	CaOH	Calc	CAHC	lsGr	Chem	Anal	Diff
CaO%	27,75	1,51	0,36	25,65	0,22	29,00	1,25	
Al ₂ O ₃ %	11,79		11,66	0,13		17,50	5,71	
CO ₂ %	5,52		0,29	5,03				
H ₂ O%	23,29	0,49		22,66	0,14			
LOI%	28,61	0,49	0,29	27,69	0,14			
Orient.	[η]	0,58	1,00					
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50			
FWHM:	{0,12}	0,14	0,13	0,52	0,12			
xSize	[nm]	494	987	25	>1000			
pSize	[μ m]	3,0	3,0	1,0	3,0			
MAC	(CuKa)	92,6	70,9	56,9	64,3			
l/c		2,90	3,23		1,00			

Profile R = 0.28
 Chi square = 11.38
 Full Scale (obs) = 8097 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.03 deg

TCA preparado con Cal de Guatemala de 6 mm. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1,66. Contiene 65% del monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)·11H₂O. El porcentaje de TCA es 0,5%.

Figura 77b. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 6 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



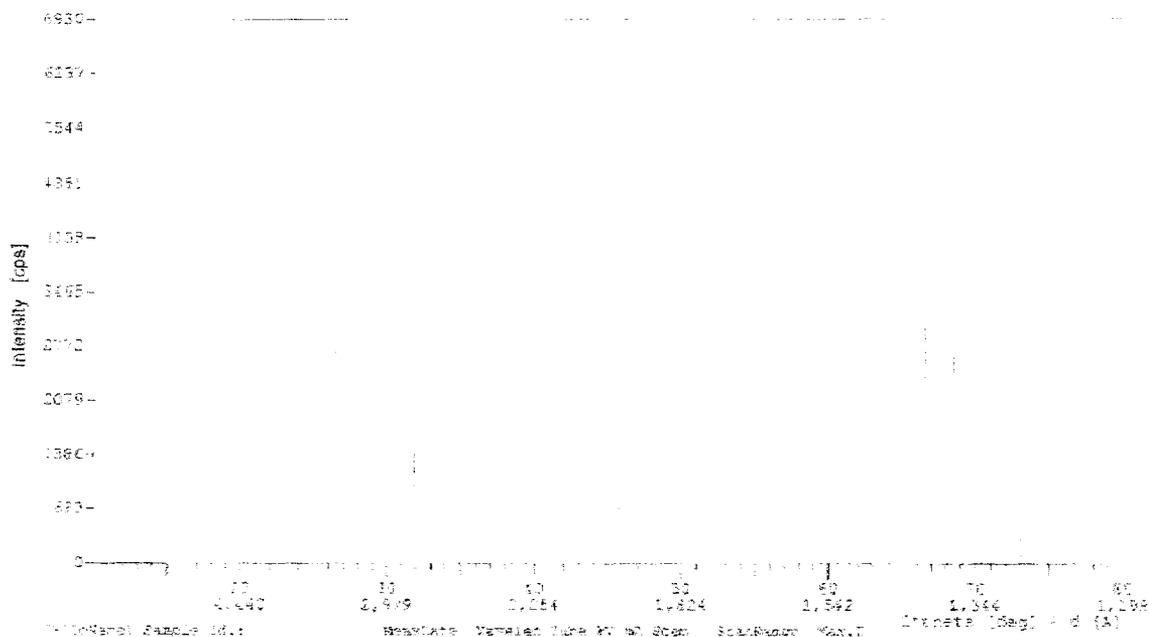
[TCA67G6] Muestras del Proceso de Inter-alumina_Saukilum

Phase%	SUM	hGra	hGra	CaOH	Calc	CAHC	Chem	Anal	Diff
CaO%	42.20	6.23	5.34	7.19	0.56	22.89	33.10	-9.10	
Al ₂ O ₃ %	17.41	3.77	3.23			10.40	17.50	0.09	
CO ₂ %	4.93				0.44	4.49			
H ₂ O%	29.96	4.00	3.43	2.31		20.22			
LOI %	34.89	4.00	3.43	2.31	0.44	24.71			
Orient.	[r]			0.56	1.00				
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50			
FWHM:	[0.12]	0.12		0.14	0.13	0.42			
xSize	[nm]	>1000		494	987	33			
pSize	[um]	3.0		3.0	3.0	1.0			
MAC	(CuKa)	64.3	64.3	92.6	70.9	56.9			
l/c		1.00	0.25	2.90	3.23				

Profile R = 0.24
 Chi square = 10.06
 Full Scale(obs) = 10099 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.0 deg

TCA preparado con Cal de Guatemala de 6 mm. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1,89. Contiene 58% de monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)·11H₂O. El porcentaje de TCA es de 26%.

Figura 77c. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 6 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



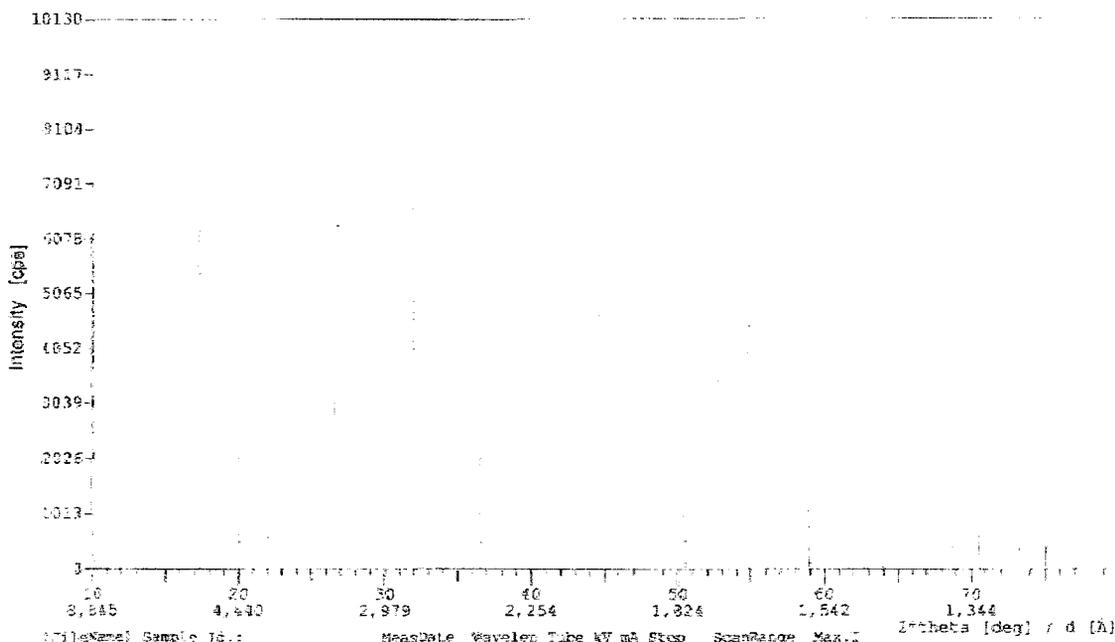
[TCABG619] Muestras del Proceso de Interacción Bauxilum

Phase%	SUM	CaOH	hGr	CAHC	Calc	Chem	
						Anal	Diff
CaO%	23.97	1.89	1.42	30.48	0.17	28.70	4.73
Al ₂ O ₃ %	10.17		0.86	9.31		17.70	7.53
CO ₂ %	4.15			4.02	0.13		
H ₂ O%	19.62	0.61	0.91	18.09			
LOI%	23.77	0.61	0.91	22.11	0.13		
Orient.	[c]	0.72			1.00		
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50		
FWHM:	[0.12]	0.14	0.12	0.50	0.13		
rSize	[nm]	494	>1000	26	987		
pSize	[um]	3.0	3.0	1.0	3.0		
MAC	(CuKa)	92.6	64.3	56.9	70.9		
I/c		2.90	0.25		3.23		

Profile R = 0.18
 Chi square = 7.51
 Full Scale (obs) = 6927 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.06 deg

TCA preparado con Cal de Guatemala de 6 mm. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1.62. Contiene 51.9% del monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)·11H₂O. El porcentaje de TCA es de 3.2%.

Figura 77d. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 6 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1.



Reference patterns:

CaO (JCPDS 04-07-0104)

SiO2 (JCPDS 04-07-0104)

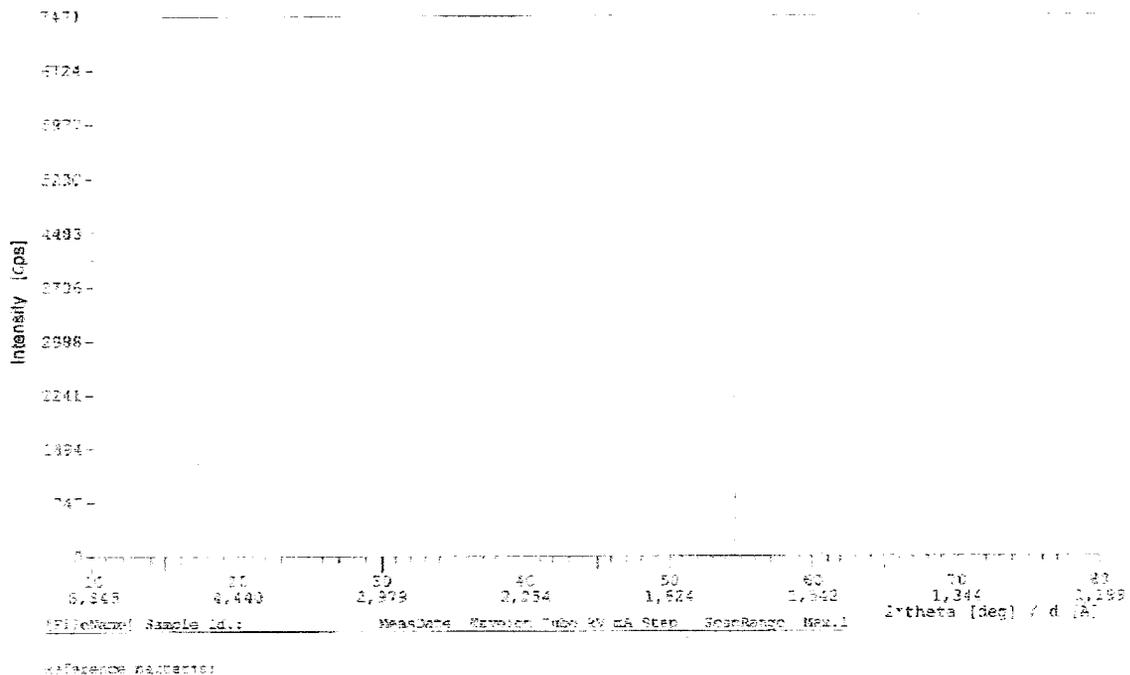
{TCAIG4} Muestras del Proceso de Inter-alumina_Bauxilum

Phase%	SUM	hGr1	hGrb	CaOH	Calc	GibS	Chem	Anal	Diff
CaO%	22,78	10,88	10,96	0,83	0,11		29,90	7,12	
SiO2%	1,95	1,17	0,78				1,50	-0,45	
Al2O3%	14,02	6,59	6,64			0,78	24,40	10,38	
CO2%	0,09				0,09				
H2O%	12,84	6,29	5,87	0,27		0,42			
LOI %	13,55	6,29	6,49	0,27	0,09	0,42			
Orient.	[r]			0,88	1,00	1,00			
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50			
FWHM:	[0,12]	0,12	0,12	0,14	0,12	0,12			
xSize	[nm]	>1000	>1000	494	>1000	>1000			
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	3,0	5,0			
MAC	(CuKa)	64,4	64,6	92,6	70,9	23,9			
I/Ic		1,05	1,05	2,90	3,23	1,65			

Profile R = 0,10
 Chi square = 3,52
 Full Scale (obs) = 10130 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0,0 deg

TCA preparada con Cal de Guatemala 4 mm. Presenta una relación de CaO/Al2O3 de 1,22. No presenta monocarbonato, sin embargo se observa trazas de Al(OH)3 (Fase Gíbsita). El porcentaje de TCA es 49,8%.

Figura 78a. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



[TCA2G4] Muestras del Proceso de Inter-alumina_Bauxitum

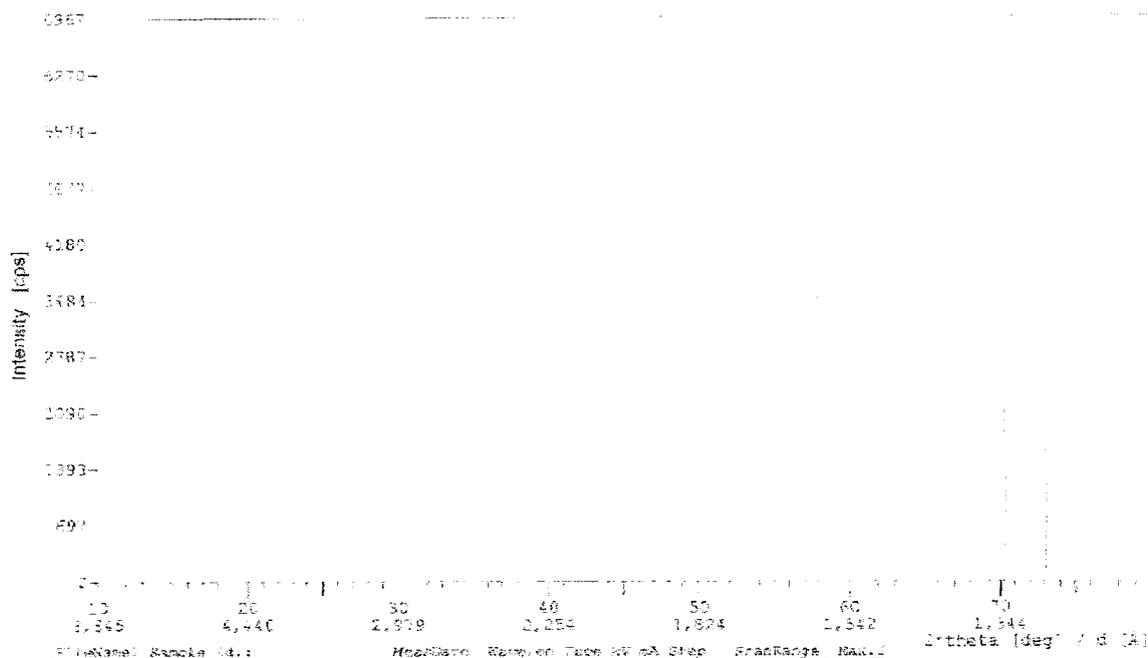
Phase%	SUM	Calc	hGr	Ca	OR	CA	HC	Chem	Anal	Diff
CaO%	29,60	0,45	2,22	3,25	23,68	29,00	-0,60			
Al ₂ O ₃ %	12,11		1,35		10,76	17,10	4,99			
CO ₂ %	5,00	0,35			4,65					
H ₂ O%	23,39		1,43	1,05	20,92					
LOI%	28,29	0,35	1,43	1,05	25,56					

Orient.	[r]	1,00		0,60						
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50					
FWHM:	[0,12]	0,14	0,13	0,15	0,48					
xSize	[nm]	494	487	329	27					
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	1,0					
MAC	(CuKa)	70,9	64,3	92,6	56,9					
1/e		3,23	1,00	2,90						

Profile R = 0,19
 Chi square = 8,10
 Full Scale(obs) = 6982 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 2theta offset = 0,06 deg

TCA preparado con cal de Guatemala de 4 mm. Presenta una relación de CaO/Al₂O₃ de 1,75. Contiene 60% del monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)₁₁H₂O. El porcentaje de TCA es 5%.

Figura 78b. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 140 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



Intensidad [cps]

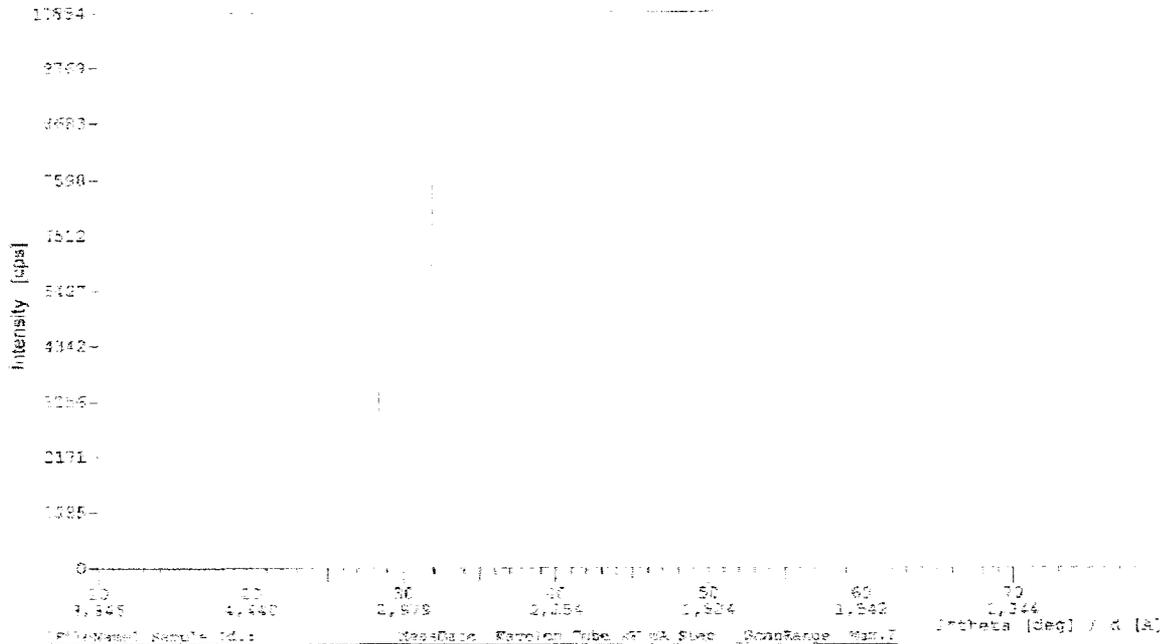
[TCA67G4] Muestras del Proceso de Interalumina_Bauxilum

Phase%	SUM	hGr%	hGr%	CaOH	Calc	CAHC	Chem	Anal	Diff
CaO%	38,25	6,89	5,78	4,54	0,51	52,00	30,20	-8,05	
Al ₂ O ₃ %	17,01	4,18	3,50			9,33	18,30	1,29	
CO ₂ %	4,43				0,40	4,03			
H ₂ O%	27,73	4,43	3,71	1,46		18,13			
LOI%	32,16	4,43	3,71	1,46	0,40	22,15			
Orient.	[r]			0,57	1,00				
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50			
FWHM:	[0,12]	0,13		0,15	0,15	0,48			
xSize	[nm]	987		329	329	27			
pSize	[um]	3,0		3,0	3,0	1,0			
MAC	(CuKa)	64,3	64,3	92,6	70,9	56,9			
Mc		1,00	0,25	2,90	3,23				

Profile R = 0,16
 Chi square = 6,40
 Full Scale (obs) = 6511 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 Theta offset = 0.0 deg

TCA preparado con Cal de Guatemala de 4 mm. Presenta una relación de CaO/Al₂O₃ de 1,65. Presenta el monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)·11H₂O. Contiene un porcentaje de TCA de 28,5%.

Figura 78c. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 113 g/l y LTR/SLC = 2.5/1.



Definición parámetros:

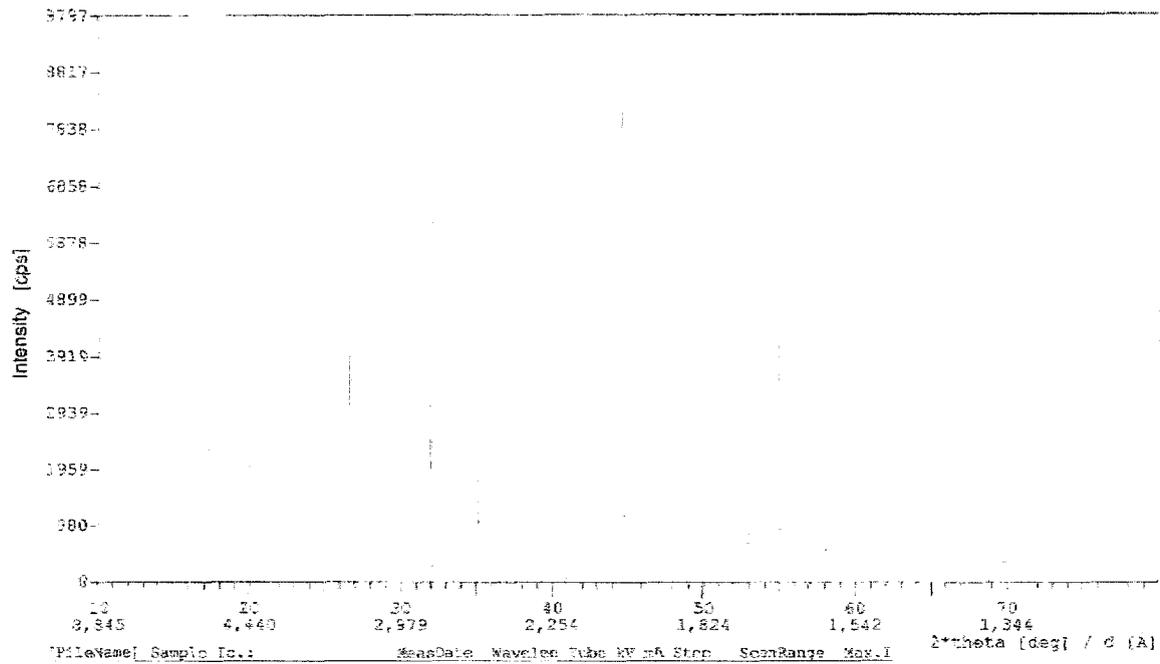
[TCA804] Muestras del Proceso de Interlumina_Bauxina

Phase%	SUM	hGrf	hGrb	CaOH	GibSCAHC	Chem	Anal	Diff
CaO%	25,21	12,25	11,01	0,76	1,18	26,50	1,29	
SiO ₂ %	2,10	1,31	0,79			1,40	-0,70	
Al ₂ O ₃ %	15,47	7,43	6,67		0,84	0,54	21,80	6,33
CO ₂ %	0,23					0,23		
Fe ₂ O ₃ %	14,71	7,08	5,90	0,24	0,44	1,05		
LOI%	15,57	7,08	6,52	0,24	0,44	1,28		
Orient.	[r]			0,85	1,00			
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50		
FWHM:	{0,12}	0,12	0,12	0,15	0,12	0,52		
xSize	[nm]	>1000	>1000	329	>1000	25		
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	5,0	1,0		
MAC	(CuKa)	64,4	64,6	92,6	23,9	56,9		
l/c		1,05	1,05	2,90	1,65			

Profile R = 0.10
 Chi square = 3.65
 Full Scale (obs) = 10854 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 2theta offset = -0.06 deg

TCA preparada con Cal de Guatemala de 4 mm. Presenta una relación CaO/Al₂O₃ de 1,22. Contiene 3,0 % del monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)·11H₂O. El porcentaje de TCA es de 53,1%.

Figura 78d. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 170 g/l y LTR/SLC = 3/1.



Reference patterns:

Reference patterns:

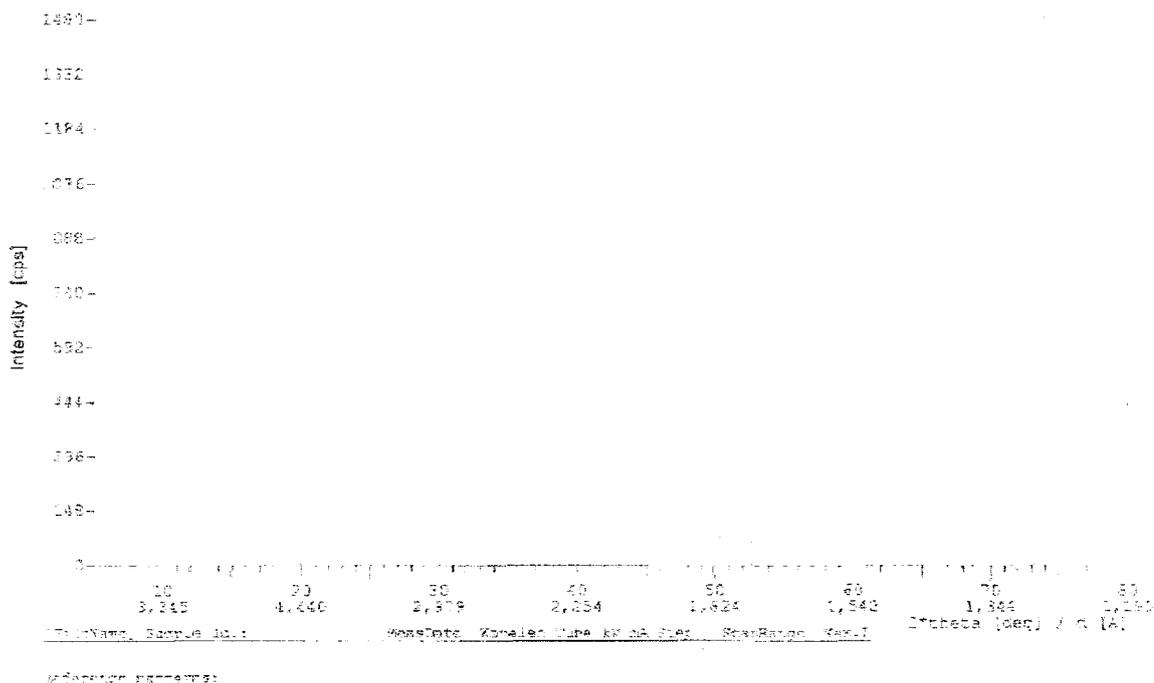
[TCA10G4] Muestras del Proceso de Inter alumina_Bauxilum

Phase%	SUM	Calc	hCrI	hCrB	CaOH	GibSCAHC	Chem	Anal	Diff
CaO%	19,76	0,11	1,00	2,42	0,36	15,86	27,90	8,14	
SiO ₂ %	0,28		0,11	0,17			0,80	0,52	
Al ₂ O ₃ %	9,71		0,61	1,47		0,42	7,21	20,20	10,49
CO ₂ %	3,20	0,09					3,11		
H ₂ O%	16,23		0,58	1,30	0,12	0,23	14,01		
LOI %	19,57	0,09	0,58	1,44	0,12	0,23	17,12		
Orient.	[τ]	1,00			0,65	1,00			
Shape	[exp]	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50		
FWHM:	[0,12]	0,12	0,13	0,13	0,12	0,12	0,40		
xSize	[nm]	>1000	987	987	>1000	>1000	35		
pSize	[um]	3,0	3,0	3,0	3,0	5,0	1,0		
MAC	(CuKa)	70,9	64,4	64,6	92,6	23,9	56,9		
l/c		3,23	1,05	1,05	2,90	1,65			

Profile R = 0,24
 Chi square = 10,90
 Full Scale (obs) = 9797 counts
 Full Scale(calc) = 0 counts
 2theta offset = 0,0 deg

TCA preparado con Cal de Guatemala de 4 mm. Presenta una relación de CaO/Al₂O₃ de 1,38. Contiene 40,2% de monocarbonato Ca₄Al₂O₆(CO₃)11H₂O. El porcentaje de TCA es 7,8%.

Figura 78e. TCA obtenido a partir de la Cal de Guatemala 4 mm a una concentración de sólidos en la SLC de 120 g/l y LTR/SLC = 3/1.



[TCAS17] TCA 8 17 02 2009

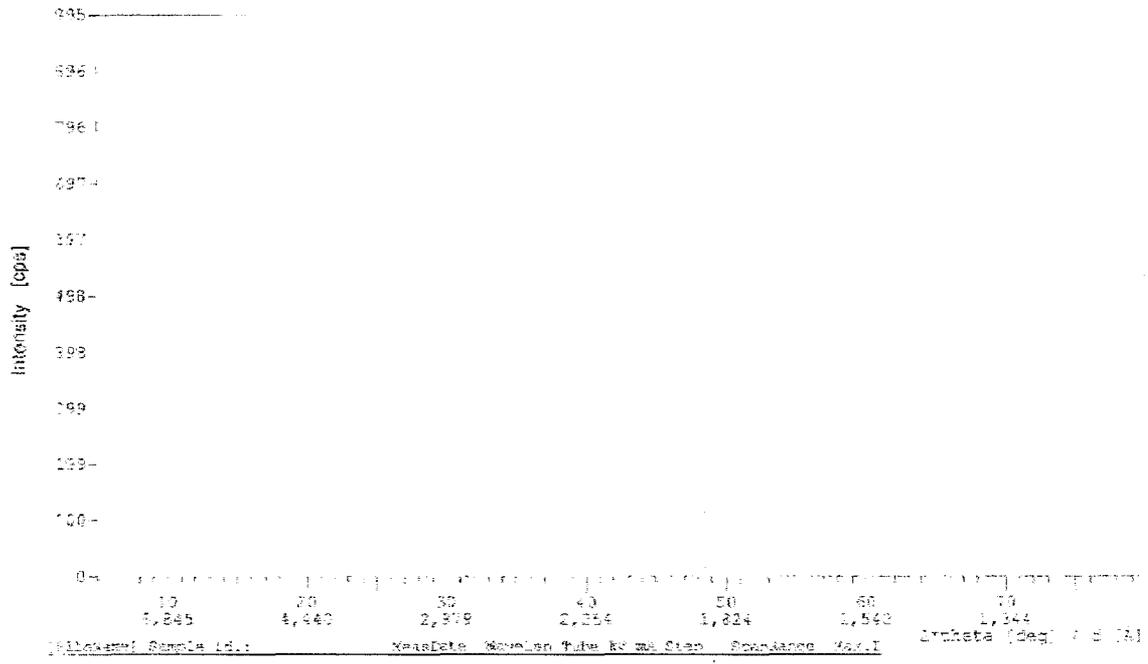
Phase%	SUM	hGr1	hGrb	Chem	Anal	Diff
CaO%	43.85	21.81	22.04	36.52	-7.33	
SiO ₂ %	3.91	2.34	1.57	1.82	-2.09	
Al ₂ O ₃ %	26.37	13.22	13.36	25.35	-1.22	
H ₂ O%	24.41	12.61	11.80			
LOI%	25.67	12.61	13.06			

Orient.	[r]		
Shape	[exp]	1.50	1.50
FWHM:	[0,12]	0.12	0.12
xSize	[nm]	>1000	>1000
pSize	[µm]	3.0	3.0
MAC	(CuKa)	64.4	64.6
lrc		1.05	1.05

Profile R = 0.23
 Chi square = 2.31
 Full Scale (obs) = 1480 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = 0.04 deg

Muestra de TCA constituida en una por mezclas de hidrogrosularias (hGr1-hGrb). La relación CaO/Al₂O₃ es 1,44. No se observan monocarbonatos, carbonatos y lechada de cañ (Portlandita).

Figura 79. TCA1 de planta con formación de hidrogrosularia hGrb y hGr1.



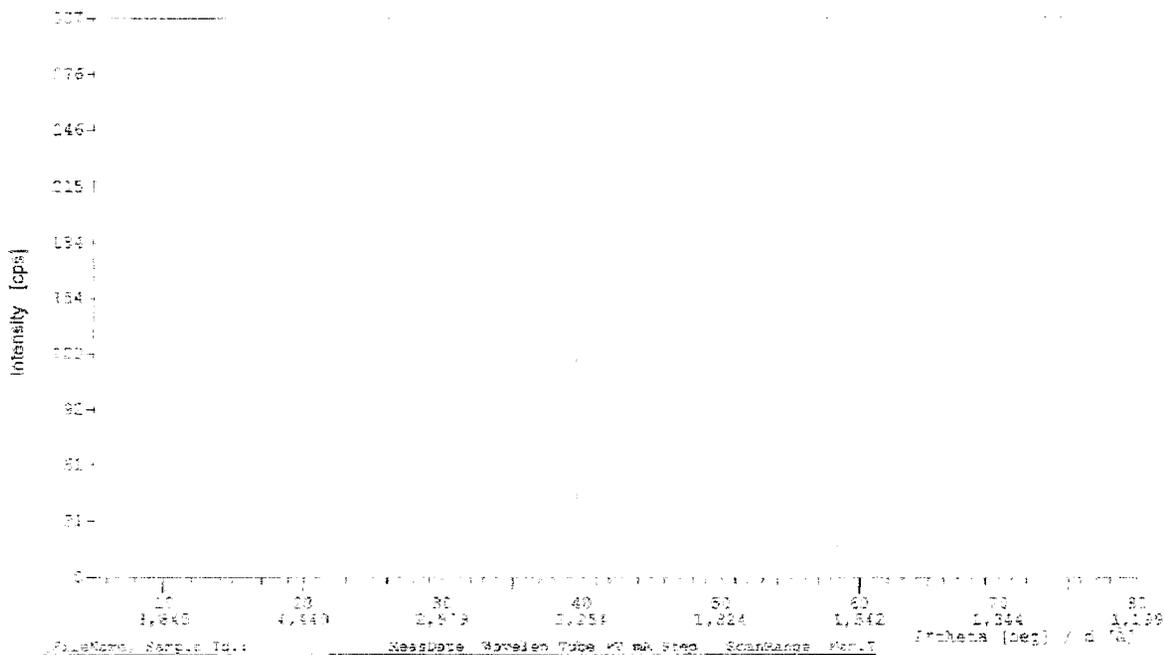
[TCAP103] TCA PLANTA 10 03 2008

Phase%	SUM	hGr1	Calc	CaOH	hGrb	Chem	Anal	Diff
CaO%	44.23	20.86	0.55	1.75	21.06	41.70	-2.53	
SiO ₂ %	3.74	3.24			1.50	2.30	-1.44	
Al ₂ O ₃ %	25.40	12.64			12.76	26.10	0.70	
CO ₂ %	0.43		0.43					
H ₂ O%	23.90	12.06		0.56	11.27			
LOI %	25.53	12.06	0.43	0.56	12.46			
Orient.	[r]		1.00	0.09				
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50			
FWHM:	[0,12]	0.12	0.14	0.14	0.13			
xSize	[nm]	>1000	494	494	987			
pSize	[um]	3.0	3.0	3.0	3.0			
MAC	(CuKa)	64.4	70.9	92.6	64.6			
l/le		1.05	3.23	2.90	1.95			

Profile R = 0.29
 Chi square = 3.08
 Full Scale (obs) = 995 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = -0.12 deg

Muestra de TCA la cual presenta un alto contenido de aluminato tricálcico 95.70% (hGr1), 2.30% de lechada de cal (portlandita) y trazas de carbonato de calcio (calcita). Relación CaO/Al₂O₃ de 1.60.

Figura 80. TCA2 de planta con formación de hidrogrosularia hGrb y hGr1.



Referencia patronaria:

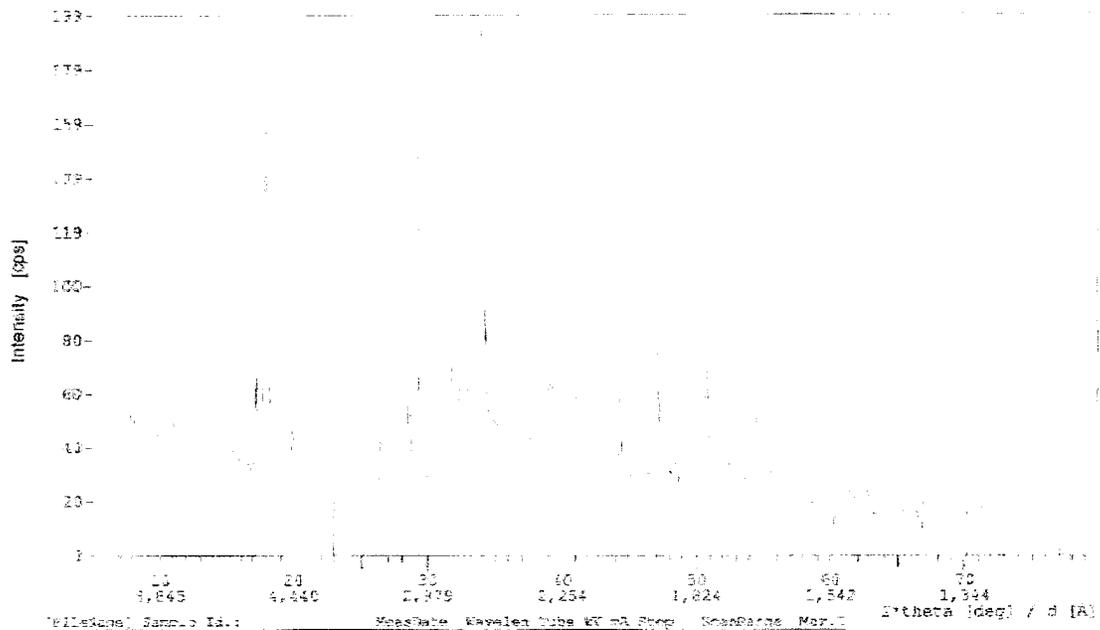
[TCA10503] TCA I ESPECIAL 05 03 2008

Phase%	SUMCAHC	hGrk	CaOH	Calc	COH	Chem	Anal	Diff
CaO%	46.51	19.82	11.81	6.22	0.26	8.40	40.80	-5.71
SiO ₂ %	2.11		2.11				1.30	-0.81
Al ₂ O ₃ %	16.17	9.01	7.16				18.90	2.73
CO ₂ %	8.49	3.89			0.20	4.40		
H ₂ O%	26.73	17.51	6.32	2.00		0.90		
LOI%	35.22	21.40	6.32	2.00	0.20	5.30		
Orient.	[r]		1.00	1.00				
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50		
FWHM:	[0.12]	0.40	0.12	0.12	0.12	0.20		
xSize	[nm]	35	>1000	>1000	>1000	123		
pSize	[um]	1.0	3.0	3.0	1.0	1.0		
MAC	(CuKa)	56.9	64.5	92.6	70.9	76.8		
I/Ic			1.05	2.90	3.23			

Profile R = 0.26
 Chi square = 2.54
 Full Scale (obs) = 307 counts
 Full Scale (calc) = 0 counts
 2theta offset = -0.04 deg

Muestra de TCA con un contenido de 27%. Principalmente constituida por una mezcla de carbonatos de calcio hidratados y compuestos amorfos. Presenta una relación CaO/A12O3 2.16.

Figura 81. TCA1 de planta con formación de monocarbonato.



[TCA3070] TCA 30/70 26 09 2007

Phase%	SUM	CaOH	Calc	hGrn	Chem	Anal	Diff
CaO%	28.27	22.71	1.12	4.45	43.38	15.11	
Al ₂ O ₃ %	2.70	2.70	20.09	17.39			
CO ₂ %	0.88	0.88					
H ₂ O%	10.15	7.29	2.86				
LOI%	11.03	7.29	0.88	2.86			

Orient.	[r]	0.90	0.60	
Shape	[exp]	1.50	1.50	1.50
FWHM:	[0.12]	0.23	0.13	0.12
xSize	[nm]	90	987	>1000
pSize	[um]	3.0	3.0	3.0
MAC	(CuKa)	92.6	70.9	64.3
%c		2.90	3.23	1.00

Profile R = 0.26
 Chi square = 2.12
 Full Scale (obs) = 199 counts
 Full Scale(calc) = 199 counts
 2theta offset = -0.08 deg

La muestra presenta un 10% de TCA (hidrogrosularia), 30% de lechada de cal y un 2% de carbonato. El resto de los componentes corresponde a compuestos no cristalinos (amorfos) y posible monocarbonatos. La relación CaO/Al₂O₃ es 2.16.

Figura 82. TCA2 de planta con formación de monocarbonato.

ANEXO E. Determinación del Calcio en los Licores.

1. ALCANCE.

Analizar cuantitativamente la cantidad de calcio presente en el licor. El propósito de este análisis es conocer los niveles presentes de CaO g/l en licores de planta, de manera de realizar todos los ajustes necesarios a fin de evitar el impacto de esta impureza en el producto final “Alúmina Calcinada grado Metalúrgico” que se produce en esta planta.

2. DEFINICIONES.

Licor cáustico: Es la solución acuosa de aluminato de sodio.

3. PRINCIPIO DEL ENSAYO.

El calcio es determinado usando la técnica de Espectrometría de Plasma [29].

4. MATERIALES Y/O EQUIPOS.

Plasma I.C.P.

Pipeta volumétrica de 4,5, 10 y 15 ml.

Frasco volumétrico de 50, 100 y 1000 ml.

Dosificador automático.

5. REACTIVOS.

Ácido clorhídrico (conc.) P.A 37%.

Solución patrón de 1000 ppm Ca (estándar ICP de Calcio).

Solución patrón de 4 ppm.

Colocar una alícuota de 4ml de la solución en un balón aforado de un litro y complete a volumen con agua destilada.

Preparación de estándares:

PPM	Solución	Vol. Final
Ca	ml	ml
0.2	5	100
0.4	10	100
0.6	15	100

NOTA: El blanco a utilizar es agua destilada.

6. MATERIAL A ENSAYAR.

Mediante este método analítico se puede determinar el contenido de óxido de calcio presente en licores provenientes de la planta.

7. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

Realizar la curva de calibración rango (0 a 0.6) ppm de Ca y analizar en el equipo.

Construya la curva de trabajo midiendo los valores de intensidad de cada uno de los patrones con ayuda del equipo de plasma incluya el blanco y almacene los resultados y su respectivo gráfico.

Se chequea el programa o curva de trabajo con estándares de chequeo, preparados para tal fin 0.2 ó 0.6 ppm Ca.

Una vez calibrado y chequeado el equipo se analiza la concentración en g/l de la muestra con una dilución de 1 ml en un balón de 50 ml, luego añadir 5 ml de ácido clorhídrico

(conc.) 37% para asegurar la disolución de todo el calcio no disuelto o en suspensión y además neutralizar la cáustica presente; y finalmente se lleva hasta 50 ml con agua destilada.

Se hace aspirar la muestra bien homogénea y se reporta su resultado.

8. CÁLCULOS.

El equipo realiza su cálculo interno e imprime su resultado (ver manual de procedimiento: Espectrofotómetro de Plasma).

9. NORMAS DE SEGURIDAD.

Ver práctica administrativa de Normas de Seguridad del Laboratorio.

10. ANEXOS.

NO APLICA.

www.bdigital.ula.ve