



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERECTORADO DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL
DIRECCIÓN DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL

PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Proyecto Interno X Proyecto Semilla Proyecto Junior Proyecto Multi e Inter Disciplinario
DEMEX

Investigación Básica Investigación Aplicada X Investigación Pedagógica Innovación

DEPARTAMENTO(S):

1. DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA

LINEA(S) DE INVESTIGACIÓN:

1. CARBONES ACTIVADOS, ADSORBENTES Y CATALIZADORES

1 Proyecto de Investigación

Título: Obtención de alúmina activada a partir de aluminio recuperado de envases Tetra Pak y su aplicación como soporte de catalizador para el tratamiento de efluentes cianurados

Resumen del proyecto (máximo 200 palabras)

La alúmina activada tiene gran aplicación en la industria catalítica, ya sea como catalizador o como soporte de catalizador gracias a sus propiedades texturales, características ácido/base, estabilidad térmica y química y su bajo costo de obtención.

Los envases Tetra Pak serán sometidos a pirólisis reductora a 560°C, durante 2 h en una mufla eléctrica, para separar el aluminio de los otros componentes. El aluminio recuperado será disuelto con ácido clorhídrico y con sosa caustica para formar aluminatos, se precipitará hidróxido de aluminio por neutralización en medio ácido y básico, con sosa caustica y ácido clorhídrico, respectivamente. La alúmina activada se usará como soporte de catalizador para lo cual se impregnará cobre como fase activa. Para verificar la actividad del catalizador obtenido, se evaluará en la aceleración de la reacción de oxidación de cianuro y se comparará con la oxidación de la misma solución usando cobre metálico como catalizador, siendo este último usado en el tratamiento de efluentes cianurados.

La caracterización del soporte y del catalizador será realizada por absorción atómica, difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, análisis BET y análisis granulométrico.

Palabras clave (4-6): alúmina activada, Tetra Pak, catalizador, efluentes cianurados



5.1 Objetivos

5.1.1 Objetivo General

- Obtener alúmina activada a partir de aluminio recuperado de envases Tetra Pak y su aplicación como soporte de catalizador para el tratamiento de efluentes cianurados

5.1.2 Objetivos Específicos

- a. Evaluar las condiciones de obtención de la alúmina activada a partir del aluminio recuperado de los envases Tetra Pak.
- b. Sintetizar y caracterizar un catalizador de cobre usando la alúmina activada obtenida
- c. Evaluar la actividad catalítica del catalizador de cobre obtenido, mediante oxidación catalítica de cianuro

5.2 Relevancia de esta propuesta de investigación y su relación con la(s) Línea(s) de investigación asociadas.

El Departamento de Metalurgia Extractiva (DEMEX) desarrolla investigaciones aplicadas en el área de tecnología de catálisis, con principal atención en carbones activados adsorbentes y catalizadores. Además este trabajo aportará para el estudio de la oxidación de efluentes cianurados y así contribuirá evidentemente a fortalecer esta área de investigación.

El desarrollo de este trabajo permitirá disponer de una metodología para la obtención de alúmina activada a partir de aluminio recuperado de los envases Tetra Pak. Las posibilidades de aplicación industrial del proceso que será desarrollado señalan la importancia de la ejecución de esta investigación tanto para el DEMEX como para el sector profesional y empresarial.

La alúmina activada (γ -Al₂O₃) (γ – alúmina o alúminas de transición) de mejores características superficiales se obtiene a partir de hidróxido de aluminio (Al(OH)₃) gelatinoso, obtenido por precipitación al neutralizar sales de aluminio (sulfatos, nitratos, cloruros, etc.) con amoníaco o hidróxido de sodio, o por precipitación al neutralizar aluminatos (NaAlO₂.x.H₂O), que posteriormente son envejecidos y lavados para remover iones. [4]

Los envases Tetra Pak están formados aproximadamente de 75% de papel, 5% de aluminio y 20% de PET, se usa para el envasado de alimentos líquidos, una vez consumido el alimento el envase Tetra Pak pasa a ser un desecho de difícil degradación por lo que existen diferentes métodos de reciclaje, ya sea para recuperación de aluminio, generación de energía o como materia prima para nuevos productos terminados. [2]

Ecuador produce aproximadamente 7.800 toneladas de envases Tetra Pak al año y recicla únicamente el 5,2% (390 toneladas) a través de la empresa Ecuaplastic que utiliza los envases Tetra Pak para producir tableros para interiores y cubiertas para exteriores, en este proyecto de titulación se propone utilizar los envases Tetra Pak que no son reciclados, para la elaboración de alúmina activada. En la actualidad el reciclaje ha tomado gran importancia debido a que proporciona un significativo ahorro de energía y reduce la demanda de minerales naturales, por esta razón encontrar métodos que permitan obtener materiales de interés industrial a partir de desechos se ha convertido en un tema de constante investigación. [6]

La alúmina activada (γ -Al₂O₃), tiene gran aplicación en la industria catalítica, ya sea como catalizador directamente o como soporte de catalizador, esto gracias a su favorable combinación de propiedades texturales, sus características ácido/base. [7] Además de su estabilidad térmica, estabilidad química, las interacciones que muestra al combinar con los metales de transición y en gran medida por su bajo costo de obtención. [8]

La demanda de catalizadores en el mundo es cada vez más alta debido a la necesidad de mejorar los procesos, disminuir los tiempos de reacción, optimizar el uso de energía, disminuir la cantidad de materia prima, etc., esto es posible en gran medida gracias al uso de catalizadores altamente selectivos y reutilizables, además de ser amigables con el ambiente. [9]



Los catalizadores para oxidación son ampliamente estudiados y desarrollados, debido a que gran parte de la industria utiliza procesos de oxidación, ya sea para manufactura o tratamiento de contaminantes que por sí solos requieren altas temperaturas y altas presiones. [3]

Los catalizadores utilizados para oxidación, comprenden un soporte y una fase activa, la fase activa está basada en metales de transición, preferentemente paladio, platino, rutenio, cobalto, níquel, hierro, cobre y manganeso, con un contenido comprendido entre 0,1% - 10%. En el presente trabajo se ha seleccionado cobre como fase activa, gracias a sus propiedades catalíticas destacables considerando su abundancia, precio y disponibilidad. [5]

5.3 Productos esperados

- | | |
|---|--------------------------|
| a. Publicaciones científicas (obligatorio); | X |
| b. Disertación a la Comunidad Politécnica; | <input type="checkbox"/> |
| c. Proyecto de Titulación; | X |
| d. Tesis de Grado (maestría o doctorado); | <input type="checkbox"/> |
| e. Aplicación tecnológica construida o implementada; | <input type="checkbox"/> |
| f. Patente presentada; | <input type="checkbox"/> |
| g. Perfil de proyecto de mayor impacto científico, técnico, pedagógico o de innovación. | X |

5.4 Detalle de los resultados esperados (con relación a los objetivos)

- a. Se dispondrá de un proceso que permita obtener alúmina activada a partir de aluminio recuperado de los envases Tetra Pak, lo que permitirá obtener un soporte de catalizadores de una fuente terciaria.
- b. Obtención de un catalizador de cobre soportado en la alúmina activada obtenida, el cual permitirá aportar investigaciones a la industria catalítica a partir de fuentes terciarias.
- c. Obtención de la actividad catalítica del catalizador de cobre obtenido, mediante oxidación catalítica de cianuro.

6	Descripción, metodología y cronograma de trabajo
----------	---



6.1 Descripción, metodología y diseño del proyecto (Máximo dos carillas)

Descripción del proyecto

El proyecto está enfocado en la obtención de alúmina activada a partir de aluminio recuperado de envases Tetra Pak y su uso como soporte de catalizador. La alúmina activada tiene gran aplicación como catalizador directamente o como soporte de catalizador, gracias a sus propiedades texturales como área específica, tamaño de poro y distribución de tamaño de poro que depende en gran medida de los materiales de partida y del método de preparación.

Esta investigación plantea obtener alúmina activada a partir de la calcinación de hidróxido de aluminio gelatinoso, para lo cual se propone cuatro medios diferentes entre sí, que combinan una lixiviación ácida y una lixiviación básica del aluminio recuperado de los envases Tetra Pak, con una precipitación hidróxido de aluminio por neutralización a pH ácido y a pH básico, posteriormente se calcinará el hidróxido de aluminio para obtener la alúmina activada. Otro propósito de esta investigación es obtener un catalizador utilizando la alúmina activada que se preparará en la primera parte, para lo cual se propone impregnar cobre en el soporte y utilizarlo como catalizador de oxidación.

La caracterización de la alúmina activada (soporte) y del catalizador será realizada mediante espectrofotometría de absorción atómica (AA), difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de Barrido (MEB) y análisis BET, con el fin de conocer el contenido de cobre, la fase mineralógica, la morfología del catalizador y el área superficial.

Finalmente para verificar la actividad del catalizador de cobre se evaluará en la aceleración de la reacción de oxidación de una solución de cianuro, usando peróxido de hidrógeno como agente oxidante y se comparará con la oxidación de la misma reacción, usando cobre metálico como catalizador, siendo este último el catalizador usado en el tratamiento de efluentes cianurados.

Metodología y diseño de la investigación (Máximo una carilla)

- a) *Evaluación de las condiciones de obtención de la alúmina activada (γ -Al₂O₃), a partir del aluminio recuperado de los envases Tetra Pak*

A los envases Tetra Pak se someterá a una pirólisis en atmósfera reductora a 560°C, durante 2 horas en una mufla eléctrica, tal como se describe en la primera parte del proyecto denominado "Recuperación de aluminio de los envases Tetra Pak mediante un proceso de pirólisis, fusión y lixiviación", finalmente el aluminio recuperado se analizará por Difracción de Rayos X (DRX) para determinar la composición mineralógica. [1]

El hidróxido de aluminio Al(OH)₃ es anfótero, en condiciones fuertemente ácidas se forma el catión Al(OH)²⁺ y en condiciones fuertemente básicas se forma anión Al(OH)⁴⁻, tomando en cuenta esta propiedad y con el fin de evaluar el método de obtención de hidróxido de aluminio (Al(OH)₃), se prepararán cuatro medios diferentes entre sí, en cada medio se lixiviará el aluminio recuperado para formar aluminato de sodio (NaAlO₂.x.H₂O) y se precipitará hidróxido de aluminio (Al(OH)₃) por neutralización, las condiciones de cada ensayo se detallan en la tabla 1.

Tabla 1. Condiciones de obtención de hidróxido de aluminio Al(OH)₃ a partir de aluminio recuperado de envases Tetra Pak

Medio	Agente lixivante	Agente Precipitante	pH de precipitación
Medio 1	Ácido clorhídrico (HCl) 10% v/v	Hidróxido de sodio (NaOH) 1,5M	Medio ácido (pH entre: 5 – 6).
Medio 2	Ácido clorhídrico (HCl) 10% v/v	Hidróxido de sodio (NaOH) 1,5M	Medio básico (pH entre: 8 – 9)
Medio 3	Hidróxido de sodio (NaOH) 1,5M	Ácido clorhídrico (HCl) 10% v/v	Medio ácido (pH entre: 5 – 6).
Medio 4	Hidróxido de sodio (NaOH) 1,5M	Ácido clorhídrico (HCl) 10% v/v	Medio básico (pH entre: 8 – 9)



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERECTORADO DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL

Cada ensayo será madurado a 85°C durante 24 horas, seguido de filtración, lavado, secado y finalmente se analizará mediante Difracción de Rayos X (DRX) para determinar la formación de hidróxido de aluminio $\text{Al}(\text{OH})_3$

Con las mejores condiciones de obtención de hidróxido de aluminio $\text{Al}(\text{OH})_3$ se procederá a calcinar 4 horas a 550°C en pasos de 1°C/min para obtener alúmina activada ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$), cada muestra será analizada mediante Difracción de Rayos X (DRX, Microscopía electrónica de barrido (MEB), Análisis Granulométrico Láser y Análisis BET.

b) Síntesis y caracterización de un catalizador de cobre usando la alúmina activada ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) obtenida.

La alúmina activada ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) obtenida en este proyecto de titulación, se utilizará como soporte de un catalizador sólido, para lo cual se sintetizará un catalizador de cobre por el método de impregnación y se calcinará por 4 horas a 550°C a una velocidad de 1°C/min.

Para determinar el contenido adecuado de cobre en el catalizador se realizará pruebas preliminares de impregnación de cobre en alúmina comercial (Al_2O_3) con contenidos en peso de 3%, 5% y 10%, se determinará la actividad catalítica de cada producto y con el mejor resultado se procederá a preparar el catalizador soportado en la alúmina activada ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) obtenida. Los catalizadores resultantes se caracterizarán por Absorción Atómica (AA), Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y por Análisis BET.

c) Determinación de la actividad catalítica del catalizador de cobre obtenido, mediante oxidación catalítica de cianuro (CN^-)

Con el fin de determinar la actividad del catalizador obtenido se evaluará en la aceleración de la reacción de oxidación de cianuro (CN^-) y se comparará con oxidación de la misma reacción usando cobre metálico como catalizador, siendo este último el método habitual en el tratamiento de efluentes cianurados. Para lo cual se preparará dos medios de oxidación de cianuro (CN^-) diferenciados por el catalizador (catalizador obtenido y cobre metálico), cada medio consistirá de una solución artificial de cianuro (CN^-) que se oxidará catalíticamente con peróxido de hidrógeno (H_2O_2) y se medirá la concentración de cianuro (CN^-) en la solución en función del tiempo.

Bibliografía empleada

- [1] Endara, D. (2004). *Recuperación de aluminio de los envases Tetra Pak mediante un proceso de pirólisis, fusión y lixiviación*. Proyecto de titulación previo a la obtención del título de ingeniero Químico no publicado. Escuela Politécnica Nacional, Quito, Ecuador
- [2] Kasprzyk-Hordern, B. (2004). *Chemistry of alumina, reactions in aqueous solution and its application in water treatment*. Advances in Colloid and Interface Science 110. [Versión Adobe Digital Editions]. doi:10.1016/j.cis.2004.02.002
- [3] Lawrie, L. (2011). *Handbook of industrial catalyst. Fundamental and Applied Catalysis*. Versión Adobe Digital Editions]. DOI 10.1007/978-0-387-49962-8
- [4] Misra, C. (1986). *Industrial alumina chemicals*. Washington DC, United States. American Chemical Society.
- [5] Pak, D., Chang, W., Uhm, S., Han, S., Jung, K. y Cho, S. (2002). *Wastewater treatment by catalytic oxidation*. Patente No. US 6,461,522 B1. Yuseong-gu, Corea Del Sur
- [6] Revista Líderes. (2012). *Tetra Pak y Ecuaplástico se unen para cuidar el ambiente*. El Comercio.com, Recuperado de: <http://www.revistalideres.ec/lideres/tetra-pak-ecuaplástico-unen-cuidar.html> (Abril, 2015).
- [7] Sánchez, J., Bokhimi, X. y Toledo, J. (2003). *Synthesis and catalytic properties of nanostructured aluminas obtained by sol-gel method*. Applied Catalysis A: General. 264. [Versión Adobe Digital Editions]. doi:10.1016/j.apcata.2003.12.041
- [8] Trueba, M., Trasatti, S. (2005). *γ -Alumina as a Support for Catalysts: A Review of Fundamental Aspects*. En Eur. J. Inorg. Chem. [Versión Adobe Digital Editions]. DOI: 10.1002/ejic.200500348.
- [9] Vargas y Ruiz. (2007). *Química verde en el siglo XXI; Química verde, una química limpia*. Revista Cubana de Química Vol. XIX, N° 1, 29 - 32.



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERECTORADO DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL

6.2 Cronograma de trabajo anual: (Descripción)

Actividad	Primer Año						TOTAL
	Porcentaje de avance por mes						
	1-2	3-4	5-6	7-8	9-10	11-12	
Revisión Bibliográfica							
Evaluación de las condiciones de obtención de la alúmina activada, a partir del aluminio recuperado de los envases Tetra Pak							50%
Síntesis y caracterización de un catalizador de cobre usando la alúmina activada obtenida.							30%
Determinación de la actividad catalítica del catalizador de cobre obtenido, mediante oxidación catalítica de cianuro.							20%
TOTAL							100 %

7	Fechas de inicio y fin
	<i>Fecha inicio: 01 Marzo 2016</i> <i>Fecha finalización: 01 Marzo 2017</i>

8	Tiempo de dedicación de docentes, infraestructura, equipos y fondos adicionales.
----------	---



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERECTORADO DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL

8.1 Tiempo máximo de dedicación semestral del Director del proyecto, de los docentes participantes y otros colaboradores.

Participantes	Función	Tiempo de dedicación
Diana Endara Dranichnikova	Directora del Proyecto	16 HSS
Alicia Guevara Caiquetán	Investigador colaborador	8 HSS
Eddy Pazmiño	Investigador colaborador	8 HSS
Ing. Químico	Asistente de investigación	8 HSS
Evelyn Criollo	Personal Administrativo de Investigación	8 HSS
Verónica Díaz	Personal Administrativo de Investigación	8 HSS

8.2 Infraestructura y equipos

El Departamento de Metalurgia Extractiva de la EPN posee un equipamiento completo en sus laboratorios para el análisis físico químico y mineralógico. Dispone de infraestructura para el procesamiento de minerales, ensayos metalúrgicos y ensayos de tratamiento de efluentes. Además cuenta con acceso a Internet y a bibliografía especializada en su área de trabajo.

Disponemos de dos equipos de absorción atómica Perkin Elmer AAnalyst 200, AAnalyst 300 con horno de grafito y muestreadores automáticos, microscopios ópticos (luz reflejada y transmitida), dos difractómetros de rayos X (D8 Advance- Bruker) para análisis mineralógicos, un microscopio electrónico de barrido con micro-analizador de rayos X (Tescan- Bruker), espectrofotometría de chispa (Q4- Bruker), espectrofotometría HACH, así como equipamiento completo para preparación de muestras, estufas, muflas, picnómetros, tamices, agitadores y materiales para análisis y tratamiento de efluentes líquidos. Contamos además con una planta piloto completa de procesamiento de minerales de 2 ton/día de capacidad.

8.3 Breve justificación del equipo requerido

- *No aplica*

8.4 Fondos Adicionales

- *No aplica*

9

Presupuesto estimado para la ejecución del presente proyecto (anual)

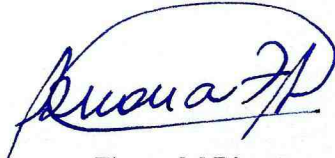
- *Los costos para la elaboración del presupuesto estimado no deben incluir IVA.*
- *Las maquinarias y equipos deberán tener una proforma local con un representante autorizado en el país.*
- *En el caso de PIMI, se deberá aclarar en cual departamento permanecerán las maquinarias y equipos*

Primer Año

Lista de ítems	Cantidad solicitada (US \$)	Porcentaje (%)
1. Maquinaria y Equipos <i>Análisis de laboratorio (Absorción atómica, Difracción de Rayos X, Microscopía Electrónica de Barrido, Granulometría Laser)</i>		
Subtotal	5.000,00	100
TOTAL PRESUPUESTO	5.000,00	100



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
VICERECTORADO DE INVESTIGACIÓN Y PROYECCIÓN SOCIAL

10	Lugar y Fecha / Firma del Director del Proyecto	
	<p>Quito, 25 de febrero del 2016</p> <p>Nombre: Diana Endara Dranichnikova CC: 1715611040</p>	 <p>Firma del Director</p>