

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

MAESTRÍA DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA

**EVALUACIÓN DE LA LIXIVIACIÓN Y EL COMPORTAMIENTO
TÉRMICO EN LA CALCINACIÓN DE LODOS GENERADOS
DURANTE TRATAMIENTO DE EFLUENTES DE ANODIZADO DE
PIEZAS DE ALUMINIO**

TESIS PREVIA A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE MAGISTER EN METALURGIA

FAUSTO MAURICIO ACOSTA FIALLOS
fausto.acosta@epn.edu.ec

DIRECTOR: Dra. ALICIA DEL CARMEN GUEVARA CAIQUETAN
alicia.guevara@epn.edu.ec

Quito, marzo del 2023

© Escuela Politécnica Nacional (2023)
Reservados todos los derechos de reproducción

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

“Yo, Fausto Mauricio Acosta Fiallos declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

Sin perjuicio de los derechos reconocidos en el primer párrafo del artículo 114 del Código Orgánico de la Economía de los Conocimientos, Creatividad e Innovación –COESC-, cedo los derechos patrimoniales de este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional.”

Mauricio Acosta

CI: 1803819059

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Fausto Mauricio Acosta Fiallos del maestrante, bajo mi supervisión.

**Ing. Alicia del Carmen Guevara Caiquetan Ph D.
DIRECTOR DE TESIS**

AUSPICIO

La presente investigación contó con el auspicio financiero del proyecto PII-DEMEX-02-2020, que se ejecutó en Departamento de Metalurgia Extractiva de la Facultad de Facultad De Ingeniería Química Y Agroindustria

AGRADECIMIENTOS

La ingeniería química, cualquier disciplina relacionada a esta, me ha permitido conocer la mirada perfecta la creación, es por esto, a Dios por darme la luz todos los días, por permitirme conocer, y descubrir los misterios que se guardan en nuestro maravilloso planeta, a través de la ciencia.

Desde el inicio de este reto, me he encontrado con personas maravillosas que me brindaron sus palabras de aliento a continuar en el cumplimiento de este sueño. En este sentido, doy un infinito agradecimiento a cada una de esas personas que conocí durante este periodo de estudios.

A mi familia, en especial a mis padres: Melida Fiallos y Antonio Acosta, por haber forjado un hombre de bien y por mostrarme todo su amor en los momentos más difíciles. A mis hermanos Marcelo, Patricio y, especialmente a José Luis, por la dicha de compartir junto a él los momentos más felices de aventura y locura en el devenir de la vida. En cualquier lugar que se encuentren padres y Pepe, gracias por hacerme ver el mundo desde otra perspectiva. A mis sobrinos Shopia y Patric por sacarnos una sonrisa con todas sus ocurrencias. A mi compañera de vida Paola Valdivieso que, junto a Daniela han venido llenando mi vida de muy buenos momentos y muy agradecido por darme su amor todos los días.

A Carlos Haro, Xiomara Sotomayor, Grace Manobanda, Pablo Bunces, Sebastián Sangurima y Jorge Vaca, quienes me acompañaron durante la realización de este sueño. Carlos Aragón y Valeria Ijujes por compartir las amanecidas y momentos alegres de este camino. A Luis Tapia, Cristhian Feijoo, y Luis Collahuazo, por ser buenos camaradas.

También, quiero expresar mis agradecimientos a todas aquellos y aquellas que han trabajado incansablemente para conseguir la realización de este trabajo. En primer lugar, quiero dar las gracias por toda su ayuda y paciencia a mi directora de tesis Dra. Alicia Guevara, quien fue el pilar fundamental para la realización de este proyecto, al permitirme ser parte nuevamente del equipo DEMEX. Por supuesto, además deseo manifestar mi agradecimiento a todo el personal del DEMEX que con su trabajo diario se logró culminar este proyecto.

DEDICATORIA

Dedico la consecución de este sueño a mis Padres por toda su entrega y amor que me dejaron, hermano, mi compañera Paola y especial a la semillita que está creciendo en ti mi amor.

Evaluación de la lixiviación y el comportamiento térmico en la calcinación de lodos generados durante tratamiento de efluentes de anodizado de piezas de aluminio

Acosta Fiallos Fausto Mauricio¹

¹ *Departamento de Metalurgia Extractiva, Escuela Politécnica Nacional, , Quito, Ecuador*

Resumen: En este trabajo se presentan alternativas para reutilizar los lodos anódicos de aluminio (LA) producidos en la industria del anodizado para el tratamiento superficial en la elaboración de perfiles de aluminio. Se realiza una caracterización completa del residuo (LA), incluyendo parámetros físicos y químicos. Se evaluaron procesos hidrometalúrgicos y pirometalúrgicos para la recuperación de aluminato de sodio y materiales refractarios, respectivamente. Para el proceso hidrometalúrgico se realizan lixivaciones, variando la concentración del agente lixiviante (NaOH, 1 M, 1,5 M, 2 M, y 2,5 M) y el porcentaje de sólidos (10%, 20% y 30%). Se determinó que al 10% de sólidos y 2 M de NaOH, se obtuvo una recuperación de 93,7% de aluminio en forma de aluminato de sodio. Mientras que, por el proceso pirometalúrgico (calcinación), los LA se calcinaron a diferentes temperaturas (200, 300, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1400 y 1600 °C). Además, se varió la granulometría (-3 +1 mm, -1000 +400 μ m, -400 +200 μ m) para obtener materiales refractarios. El resultado óptimo por pirometalurgia fue a 1600°C, obteniéndose un refractario formado de 70% de corindón (α -Al₂O₃) y 30% de diaoyudaóíta (NaAl₁₁O₁₇).

Palabras clave: alúmina; corindón; lodos anódicos; aluminato de sodio

Evaluation of leaching and thermal behavior in the calcination of sludge generated during treatment of effluents from anodizing aluminum parts

Abstract: In this work, alternatives to reuse aluminum anode sludge (LA) produced in the anodizing industry for surface treatment in the production of aluminum profiles are presented. A complete characterization of the residue (LA) is carried out, including physical and chemical parameters. Hydrometallurgical and pyrometallurgical processes were evaluated for the recovery of sodium aluminate and refractory materials, respectively. For the hydrometallurgical process, leaching is carried out, varying the concentration of the leaching agent (NaOH, 1 M, 1,5 M, 2 M, y 2,5 M) and the percentage of solids (10%, 20% y 30%). It was determined that at 10% solids and 2M NaOH, a recovery of 93.7% of aluminum as sodium aluminate was obtained. While, by the pyrometallurgical process, the LA were calcined at different temperatures (200, 300, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1400 and 1600 °C). In addition, the granulometry was varied (-3 +1 mm, -1000 +400 μ m, -400 +200 μ m) to obtain refractory materials. The optimal result for pyrometallurgical was at 1600°C, which presented close to 70% corundum (α -Al₂O₃) and 30% diaoyudaoite (NaAl₁₁O₁₇).

1. INTRODUCCIÓN

El aluminio es el metal más abundante de la corteza terrestre representando alrededor del 7% de su composición (Bergsdal et al., 2004). Es blando y dúctil, tiene propiedades físicas especiales como peso ligero, excelente conductividad eléctrica, altas propiedades térmicas, resistencia a la corrosión y maleabilidad que lo hacen importante para varias industrias (Li et al., 2009).

Para obtener aluminio de uso industrial se requieren tres fases principales: 1) extracción de bauxita, 2) refinamiento de alúmina y 3) transformación de alúmina en aluminio primario. Este último puede reciclarse y devolverse al mercado como aluminio secundario (Renda Andrea et al., 2014). En la Figura 1 se ilustra la cadena de producción.

La bauxita es el único mineral utilizado para la extracción de aluminio primario comercial. Tiene un contenido de aluminio de alrededor del 25% y, casi el 90% de la bauxita extraída a nivel mundial se utiliza para la producción de aluminio.

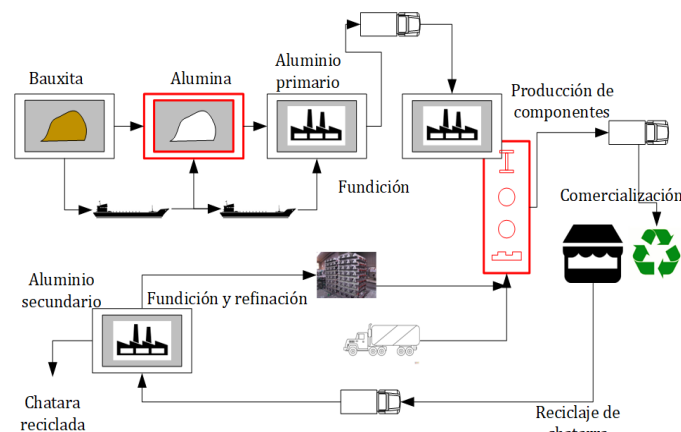


Figura 1. Cadena de producción de aluminio (Renda Andrea et al., 2014)

El proceso industrial conocido como Bayer es el más común para refinar la el mineral bauxita en alúmina y consta de cuatro fases:

1. Digestión: la bauxita se muele y se mezcla con sosa cáustica; luego, la mezcla se bombea a recipientes de alta presión (digestor) donde el hidróxido de sodio reacciona con los minerales de alúmina para formar aluminato de sodio soluble.
2. Clarificación: la solución se despresuriza y se procesa a través de ciclones para eliminar la arena gruesa. El fluido restante se lleva a espesadores donde se agregan floculantes y los sólidos aglomerados se eliminan mediante filtros prensas. Estos residuos (lodo de color rojo) son lavados, combinados y desechados, y la solución clarificada pasa al tercer paso.
3. Precipitación: la solución clarificada se siembra con cristales de semilla de alúmina para ayudar a la precipitación de cristales aglomerados más grandes. Los cristales del tamaño del producto se separan de los cristales pequeños y se lavan para eliminar los residuos cáusticos arrastrados.

4. Calcinación: los aglomerados se introducen en hornos rotatorios o hornos de lecho fluidizado a temperaturas de 960°C. Esto deja un residuo de alúmina de grado comercial (Donaldson, 2017; Ma et al., 2022). En la Figura 2 se muestra el esquema del proceso Bayer para la producción de alúmina.

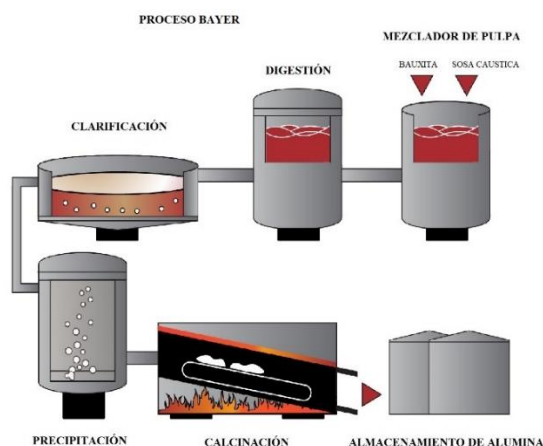


Figura 2. Producción de alúmina proceso Bayer (Morris, 2020)

El último paso del proceso de producción de aluminio primario consiste en la fundición de alúmina. El proceso industrial a través del cual la alúmina se funde en aluminio primario se denomina "Hall-Heroult". Adicionalmente, se tienen el aluminio secundario que se refiere a todo el aluminio producido no por fundición de alúmina sino por el reciclaje de chatarra de aluminio (Renda Andrea et al., 2014).

La producción de aluminio primario está incrementando en todo el mundo, al igual que el aluminio secundario, pero a un ritmo mayor. El aluminio secundario se origina por el reciclaje de diferentes tipos de chatarra de aluminio, por ejemplo, alambre, cables, aleaciones forjadas, aleaciones de fundición, latas de bebidas usadas, virutas, envases y escoria (mezcla de metal, alúmina y otros materiales). Estos materiales reciclables contienen pinturas, lacados, recubrimientos, grasas, etc., que es necesario limpiar antes de introducir en el horno de fusión para evitar problemas, por esta razón el proceso de producción de aluminio secundario consta de varios pasos: recolección y clasificación; pretratamiento; fusión y refinación. Diferentes tipos de materias primas se someten a diferentes tratamientos específicos en las cuatro fases y, finalmente, se funden en hornos específicos. Una característica clave del aluminio es el potencial de reciclaje casi indefinido sin perder propiedades fundamentales (Renda et al., 2013).

El aluminio por naturaleza tiene buena resistencia a la corrosión porque su superficie se cubre de una capa de óxido (alúmina amorfa), que le da una protección natural. Esta capa natural varía tanto en espesor y dureza, que para aplicaciones más sofisticadas es necesario de más espesor. Esto se logra mediante el anodizado que consiste en una serie de procesos químicos y electroquímicos (López-Delgado et al., 2020; Souza et al., 2019). El anodizado es un proceso electroquímico por el cual una capa de óxido se forma sobre el perfil de aluminio proporcionando dureza y resistencia a la corrosión (Álvarez-

Ayuso, 2009; Novales et al., 2003). El proceso general para la producción de perfiles de aluminio se muestra en la Figura 3.

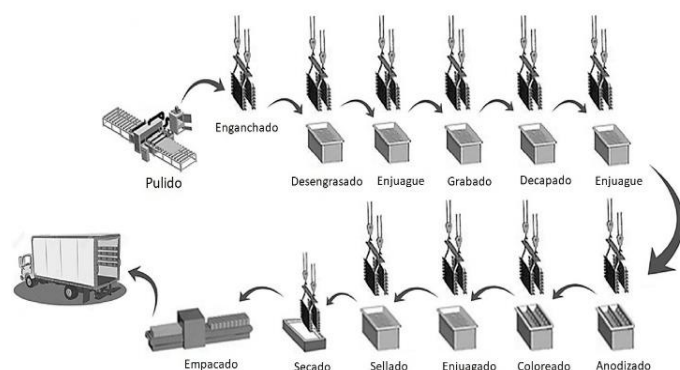


Figura 3. Proceso para la elaboración de perfiles de aluminio (Souza et al., 2019)

Las etapas principales para la elaboración de perfiles de aluminio son: enjuague, grabado, decapado, anodizado, coloreado y sellado. El **enjuague** puede ser desarrollado en medio ácido como básico, usando normalmente H_2SO_4 y $NaOH$ y se lleva a cabo en la parte inicial y después de cada proceso para garantizar la eliminación de cualquier remanente de residuos de procesos anteriores. **Grabado**, consiste en un tratamiento químico por medio de una solución alcalina (normalmente $NaOH$), elimina la capa natural de óxido, dejando una superficie virgen para la etapa de anodizado. Este tratamiento alcalino con $NaOH$ es altamente reactivo con el aluminio, formando aluminato de sodio, hidrógeno libre y liberando calor. Algunos óxidos e hidróxidos de aluminio pueden ser también formados durante esta etapa (Hughes, 2018; Patel, 2008; Tansens et al., 2011).

Algunos de las sustancias producidas en la etapa anterior son insolubles que se depositan en la superficie de aluminio, que deben ser eliminadas en la etapa de decapado, por un baño en ácido nítrico, sulfúrico o crómico. Como alternativa, se añade una etapa de grabado ácido en lugar de alcalino. Este proceso necesita menos tiempo y reduce la solubilidad de aluminio en la etapa de anodizado, de esta manera se genera menos LA (Berto et al., 2012; Schuman, 2005)

El **anodizado** como etapa principal, es desarrollada en solución ácida, aunque a veces en medio básico. Dependiendo de la superficie final que se requiera, varios tipos de electrolitos son usados como ácido sulfúrico, fosfórico o clorhídrico bajo diferentes condiciones. El proceso con ácido sulfúrico es ampliamente usado por su ventaja económica, y porque disuelve lentamente óxido de aluminio. La concentración ácida es balanceada con la velocidad de oxidación y como resultado se tiene una capa porosa de espesor controlado (Curioni et al., 2014; Li et al., 2009)

Coloreado, se realiza para decorar la superficie por el depósito de sales dentro de la capa porosa. **Sellado**, esta etapa garantiza la durabilidad del perfil de aluminio. Este proceso es el más importante para la elaboración de materiales de aluminio usados en la industria de la construcción y transporte (Runge, 2018; Schuman, 2005; Souza et al., 2019).

Durante el proceso de anodizado se genera una enorme cantidad de aguas residuales. La generación de este residuo se da en la planta de tratamiento, donde las aguas residuales ácidas y alcalinas desgastadas se mezclan y se neutralizan.

Las plantas de tratamiento emplean un método convencional, ilustrado en la Figura 4, que usa neutralización, floculación, sedimentación y filtración (Berto et al., 2012; Saunders, 1983). El resultado de este tratamiento es la generación de residuos llamados lodos anódicos (LA). La gran producción de este lodo y su alto contenido de agua genera costos de transporte y disposición muy elevados (Ferreira y Olhero, 2002; Wang et al., 2021)

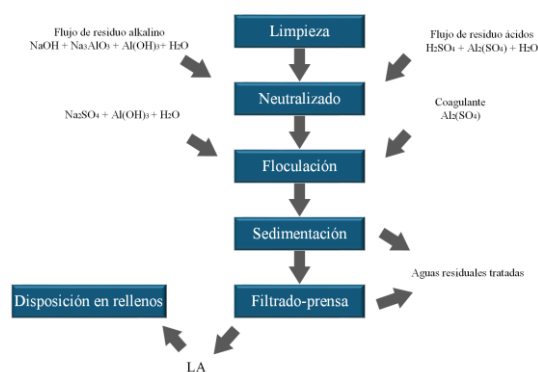


Figura 4. Tratamiento de agua residual generada en el proceso de anodizado (Souza et al., 2019)

Por el momento, no se ha reportado la cantidad de generación de LA a nivel mundial, sin embargo, se estima que su producción por una tonelada de aluminio anodizado esta entre 400-1000 kg de lodo (Mymrin et al., 2018). La disposición de los LA genera problemas debido al alto contenido de agua, que está entre 80-90 % y su alta alcalinidad ($pH \geq 13$). Adicionalmente, el costo de la disposición de LA en rellenos en Europa se estima aproximadamente USD 2230/t (D. Marques et al., 2019; Vargas, 2006). En este sentido, el tratamiento de LA se convierte en el tema clave para muchas plantas de perfiles de aluminio en todo el mundo.

Los LA están constituidos básicamente por hidróxidos de aluminio, sales de Na, K, Mg, Ca y sulfato de aluminio y por difracción de rayos X se ha determinado que el 80% de este lodo es amorfo, con fases cristalinas que corresponden a la forma de gibbsita. Desde este punto de vista, los LA se vuelve un material atractivo y prometedor como fuente de hidróxido de aluminio para varios propósitos (Álvarez-Ayuso, 2009; Correia et al., 2005). En este sentido, los LA puede ser usados para la producción de materiales como ladrillos, cemento, cerámica, geopolímeros, coagulante y pigmentos inorgánicos entre otros (Leite et al., 2009; Wang et al., 2021).

Muchas investigaciones han sugerido el reciclaje de los LA como una alternativa para obtener materiales refractarios como alúmina y mullita, mediante la mezcla con otros residuos ricos en sílice e hidróxido de aluminio. Por ejemplo, Farinha et al., (2013); Labrincha et al., (2006); Marques et al. (2012); Novales et al., (2003); Ribeiro, Abrantes, et al., (2004); Ribeiro et al., (2002, 2006); Ribeiro, Tulyaganov, et al., (2004) y Tulyaganov et al., (2003), produjeron materiales cerámicos

como corindón, mullita o cordierita mediante procesos de calcinación sobre los 1200 °C, además han realizado amplias investigaciones sobre sus propiedades eléctricas y refractarias dando buenos resultados.

Como se mencionó en párrafos anteriores, la gibbsita forma parte de la composición de LA y la mayor parte de la producción de alúminas se realiza por descomposición térmica de “hidratos” de alúmina (es decir, hidróxidos, oxihidróxidos) previamente precipitados de soluciones que contienen iones Al^{3+} o compuestos organometálicos. Las características de las alúminas obtenidas están estrechamente relacionadas con las del precursor de hidrato. Al menos siete fases cristalinas se han reconocido de los hidróxidos, oxihidróxidos de aluminio. Entre estos minerales cuatro son polimorfos del trihidróxido $Al(OH)_3$ y dos polimorfos del oxihidróxido $AlOOH$ como se muestra en la Tabla 1 (Busca, 2014; Ruys, 2019b).

Tabla 1 Minerales cristalinos de hidróxidos, oxihidróxidos de aluminio

Nombre del mineral	Formula
Bayerita	$\alpha-Al(OH)_3$
Gibbsita	$\gamma-Al(OH)_3$
Nordstrandita	$Al(OH)_3$
Doyleita	$Al(OH)_3$
Diaspora	$\alpha-AlOOH$
Bohemita	$\gamma-AlOOH$
Akdalaite, tohdita	$5Al_2O_3 \cdot H_2O$ o $2Al_5O_7(OH)$

(Shackelford y Doremus, 2008)

Las cuatro $Al(OH)_3$ polimorfos, tienen diferente estructura, en la secuencia de su empaquetamiento. También se distinguen por diferentes geometrías tanto de la capa intermedia como de los enlaces de hidrógeno intracapa. La bayerita es la fase más densa, con una distancia entre capas Al-Al de 4,79 Å, en comparación con la gibbsita, que tiene dos distancias entre capas diferentes de 4,84 y 4,94 Å, la nordstrandita y la doyleita con distancias de 4,98 y 5,08 Å respectivamente como se ilustra en la Figura 5 (Busca, 2014; Misra, 2003).

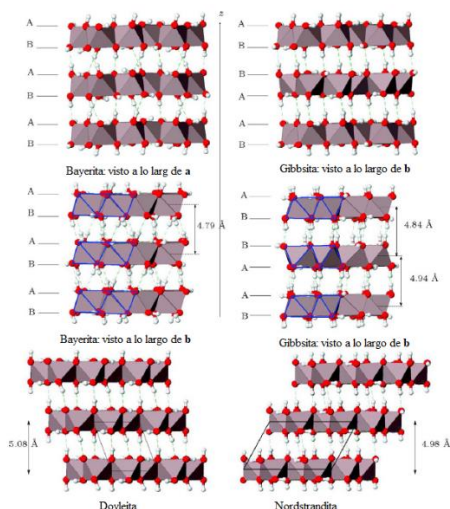


Figura 5. Empaquetamiento de capas y enlaces de hidrógeno en trihidróxidos de aluminio $Al(OH)_3$. Esferas rojas, átomos de oxígeno; esferas blancas, átomos de hidrógeno (Busca, 2014)

El producto obtenido por el proceso Bayer es un tipo de gibbsita que puede ser redisuelta en medio ácido o en una solución fuertemente básica y a partir de estas soluciones todos los otros compuestos de aluminio son producidos incluyendo los hidróxidos y oxihidróxidos (Busca, 2014; Ruys, 2019b).

La química de la precipitación de hidróxidos y óxidos de aluminio es muy compleja, depende de varios factores, entre los que se encuentran la temperatura, el pH, el tiempo de envejecimiento; la naturaleza de los aniones presentes y la posible presencia de componentes orgánicos. A baja temperatura, exceso de agua se forman preferentemente los hidróxidos, como bayerita a valores de pH entre 5,8 y 9 o gibbsita para valores de pH inferiores a 5,8 o superiores a 9. Cuando se excede la solubilidad, los precipitados "gelatinosos" obtenidos, son identificados como amorfos por difracción de rayos X (Busca, 2014)

La gibbsita obtenida por el proceso Bayer contiene normalmente un cierto porcentaje de cationes alcalinos; un valor cercano está en 0.5 % de Na_2O que no puede ser removido incluso usando ácido clorhídrico. La gibbsita de alta pureza para aplicaciones catalíticas necesita un protocolo muy riguroso que evite la alta concentración de sodio, incluso llegando como último paso a pH ácidos, de esta manera se establece una cristalización particular (Busca, 2014).

La bayerita se puede producir por neutralización parcial de soluciones ácidas de Al^{3+} con amoníaco, o por neutralización con CO_2 de soluciones de aluminato básico $[Al(OH)_4]$. Partículas esféricas de bayerita se pueden precipitar a partir de una solución de aluminato de sodio y una mezcla de carbonatos a temperatura de 50 °C. En condiciones que normalmente favorecen la producción de bayerita, la adición de agentes quelantes (p. ej., etilendiamina, etilenglicol) conduce a la formación de nordstrandita (Busca, 2014; Li et al., 2005).

El método más simple para crear el medio de precipitación es usar sales de aluminio solubles, como la precipitación de una solución de aluminato de sodio que conduce a la producción de pseudo-boehmita con una estructura fibrosa en forma de placa. La precipitación de soluciones de $NaAlO_2$ con sulfato de aluminio produce boehmita fibrosa, que se puede convertir en alúminas fibrosas bien definidas por calcinación. Sin embargo, estas sales solubles de aluminio tienen algunas desventajas, debido a que en el precipitado puede contener cantidades no despreciables de cationes de metales alcalinos, que deben eliminarse por ejemplo con lavado (Busca, 2014; Misra, 2003).

A partir de estos hidróxidos y oxihidróxidos de aluminio, se pueden obtener alúminas por procesos térmicos como se muestra en la Figura 6, la cual presenta un esquema que describe las transformaciones térmicas entre varios polimorfos de alúmina. Las transformaciones térmicas de las alúminas siempre conducen a la formación de la $\alpha-Al_2O_3$ conocida como corindón, que es la fase más estable termodinámicamente aproximadamente a 1200 °C (Busca, 2014; Dexpert et al., 1985; Ruys, 2019b).

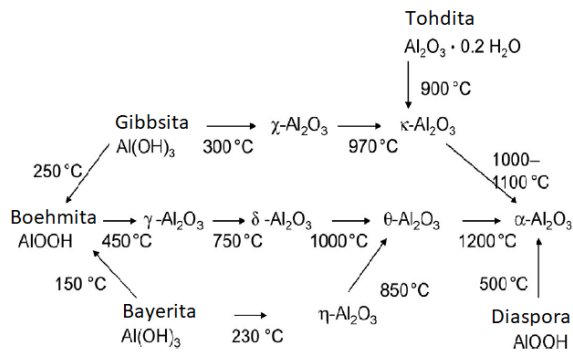


Figura 6. Transformaciones de fase de los hidróxidos y óxidos de aluminio tras el tratamiento térmico (Carstens et al., 2020)

El corindón es termodinámicamente estable, debido a que, en este polimorfo, los iones de óxido están dispuestos en hexagonal compacta (hcp) y todos los cationes de aluminio están coordinados octaédricamente. Este polimorfo puede producirse por varios métodos: (i) por precipitación solvotérmica a alta temperatura (>350 °C) y envejecimiento; (ii) descomposición térmica a baja temperatura (500 °C) de la diáspora de oxihidróxido (generalmente denominada α-AlOOH); o (iii) por calcinación de cualquier otro óxido o hidróxido de aluminio a una temperatura suficientemente alta (es decir, superior a 800–1200 °C). Obviamente, los polvos producidos por estos tres métodos difieren significativamente en cuanto al área superficial, porosidad y morfología (Busca, 2014; Misra, 2003).

Las fases intermedias se muestran en la Figura 6 y se conocen como alúminas de "transición". De estos polimorfos, varios se aplican en el campo de la catálisis, a saber, aquellos que pueden prepararse por descomposición térmica de boehmita o bayerita por calcinación. El producto obtenido por calcinación de boehmita se denomina γ-Al₂O₃, mientras que el producto obtenido por calcinación de bayerita se denomina η-Al₂O₃. Ambas transformaciones dan como resultado un aumento significativo del área superficial del material (Busca, 2014; Carstens et al., 2020).

En la Figura 7, se muestra la evolución del área superficial tras el tratamiento térmico de la pseudoboehmita, igualmente se muestra la curva de análisis térmico diferencial (DTA) y se indica la transición de las fases en cada rango de temperatura

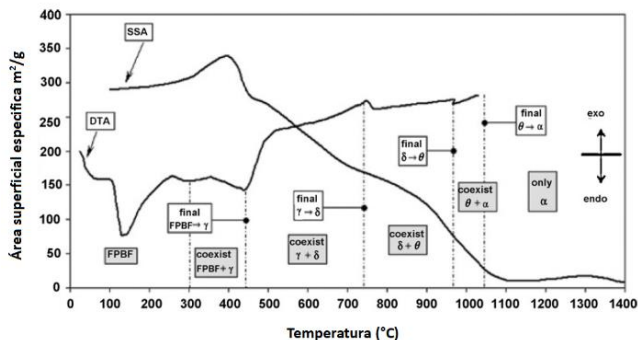


Figura 7. Análisis térmico diferencial y área de superficie de la transición de fase de pseudoboehmita en función del aumento de temperatura (Sanfilippo, 2011)

En la Figura 8, se muestran los difractogramas de rayos X (XRD) de la calcinación de boehmita, se observa la formación de γ-Al₂O₃ entre 400 y 500 °C. Además, la fase de δ-Al₂O₃, hasta que llega a formarse de θ-Al₂O₃ a 1000 °C y finalmente, a 1200 °C se obtiene α-Al₂O₃ bien cristalizado.

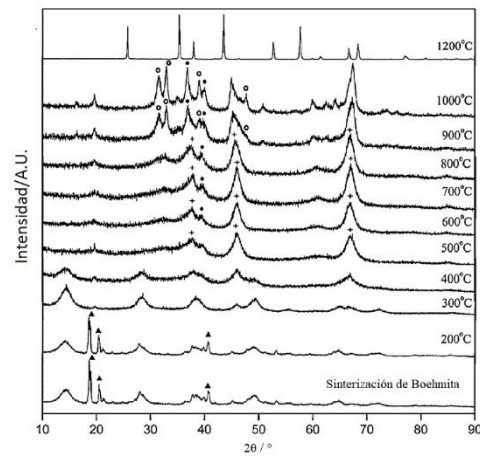


Figura 8. Difractograma de los productos de calcinación de una muestra comercial de boehmita (Chagas et al., 2014)

Otra alternativa para el uso de los LA, es la sinterización de la mullita. La mullita es la única fase intermedia estable en el sistema alúmina-sílice a presión atmosférica (Labrincha et al., 2017). Aunque esta fase de solución sólida se encuentra comúnmente en la cerámica, rara vez se presenta como un mineral en la naturaleza. Sin embargo, la mullita es un componente importante de la cerámica de aluminosilicato y se ha encontrado en refractarios y cerámica que data de milenios de antigüedad (Pask y Schneider, 2005; Shackelford y Doremus, 2008)

La fórmula química de la mullita es: 3Al₂O₃•2SiO₂ y muchas de sus propiedades a altas temperaturas son superiores a las de otros óxidos metálicos, incluida la alúmina (Lima et al., 2022; Shackelford y Doremus, 2008). La gran importancia de la mullita se debe a sus notables propiedades como: alta estabilidad química y térmica (punto de fusión ~1830 °C); bajo coeficiente de dilatación térmica (~4,5x10⁻⁶ K⁻¹), conductividad térmica de ~6 kcal/(m.h.K); buena resistencia mecánica (~200 MPa) (Lima et al., 2022). Este compuesto es muy usado en aplicaciones estructurales y funcionales, como ladrillos refractarios, filtración, soporte de catalizadores, sustratos electrónicos, membranas y sensores de humedad (Lima et al., 2022; Pask y Schneider, 2005; Schneider et al., 2008).

El diagrama de fase del sistema Al₂O₃-SiO₂ (Figura 9), mostraron una gran discrepancia en la literatura sobre el tipo de fusión que ocurre en la mullita, la cual puede ser congruente o incongruente. Hay evidencia acumulada a favor de ambos procesos. En este sistema, cuando la mullita se funde congruentemente, se obtiene una fase líquida con la composición de mullita. Por otro lado, los productos de la fusión incongruente son corindón (Al₂O₃) y líquido, ambos con composiciones diferentes a la mullita. (Kleebe et al., 2001; Lima et al., 2022; Shackelford y Doremus, 2008).

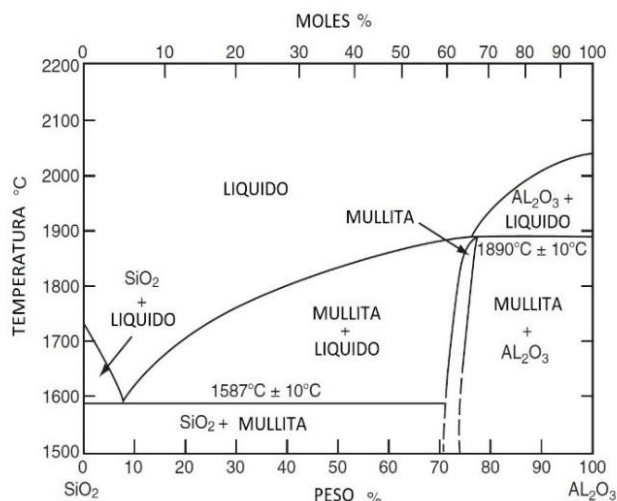


Figura 9. Diagrama de fases para el sistema alumina-silice (Shackelford & Doremus, 2008)

La mullita se puede obtener mediante tratamientos térmicos o por medios químicos y las materias primas para su síntesis incluyen alúmina y sílice, aluminosilicatos como la silimanita, cianita y andalucita, bauxita, silicatos laminados ricos en Al_2O_3 y arcillas (Komarneni, Schneider, y Okada 2005; Lecomte-Nana y Hammas 2021)

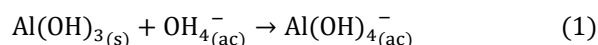
Las materias primas, independientemente de su método de preparación, pueden seguir dos vías de mullitización: la formación directa de mullita a temperaturas aproximadas de 900 y 1000 °C, que se produce cuando se mezclan a nivel molecular Al_2O_3 y SiO_2 , y la formación de mullita por encima de 1200 °C, cuando se mezclan estos óxidos a nivel de partículas. Además, el desarrollo de la mullita depende del tipo de precursor, el tamaño de partícula, el método de combinación de los reactivos y el tratamiento térmico. Por otro lado, la composición es otro factor importante para la obtención de esta fase cristalina, por lo que, la cantidad estequiométrica aproximadamente de alúmina y sílice es de 71,8% y 28,2% en peso respectivamente (Komarneni et al., 2005; Lima et al., 2022).

Otra de las opciones para el uso de lodos anódicos por vía hidrometalúrgica es la obtención de hidróxido de aluminio en condiciones acuosas. Este hidróxido puede ser empleado en la industria de tratamiento de agua, como coagulante. Los investigadores Kang et al., (2022); Memon et al., (2018) y Ying y Park, (2018), los han probado para el tratamiento de aguas residuales de varias industrias como curtiembre y ganadería, dando como resultado una efectiva eliminación de sólidos totales, sólidos disueltos, sólidos suspendidos y microorganismos entre otros parámetros. Incluso, pueden ser usados como un efectivo adsorbente de arsénico (V) si se tiene en cuenta que deben tener un bajo contenido de fosfatos (Mitrakas et al., 2012).

Por otro lado, González et al., (2000) y Sanga et al., (2018) definieron el proceso para la recuperación de aluminato de sodio, que consistió en reaccionar los LA con agitación sin necesidad de calentamiento con la cantidad necesaria de

hidróxido de sodio. La relación molar de $[Na_2O]/[Al_2O_3]$ está entre 1,5 y 2; el aluminato de sodio obtenido después de un proceso de maduración para completar la reacción (Ec. 1) y eliminar las sales cálcicas, puede ser utilizado como aditivo en la manufactura del papel específicamente en el proceso de encolado, como fuente de aluminio en la preparación de zeolitas, precipitados de hidróxido de aluminio y otros materiales catalíticos (Barakat et al., 2005).

Para conocer la cantidad de NaOH que se debe emplear, se parte de la cantidad estequiométrica que se requiere para solubilizar el aluminio presente en los lodos anódicos a partir de la ecuación 1 (Oliveira et al., 2008; Sanga et al., 2018), donde se observa que todo el aluminio presente en los lodos anódicos requiere un mol de hidróxido de sodio para formar aluminato de sodio (1 g de Al requiere 1,48 g de NaOH).



De acuerdo a la naturaleza anfótera como se muestra en Figura 10, los hidróxidos de aluminio tienen mínima solubilidad en agua es decir en rango neutro de pH entre 6 -7. A pH superior a 8,5, la solubilidad incrementa y el anión $[Al(OH)_4]^-$ se forma. A pH bajo 4, el catión acuoso $[Al(OH)_2]^{3+}$ es el predominante, mientras que a pH entre 4-6, prevalece el catión $[Al(OH)_2(OH)]^{2+}$, probablemente ambos con menos fuerza enlazado a las moléculas de agua en la capa de hidratación secundaria (Ye et al., 2021). Sin embargo, la solubilidad del aluminio en ambientes acuosos es muy complicada. Dependiendo de las condiciones, como el pH, la concentración (o la relación de hidrólisis) y los aniones presentes, se puede encontrar una variedad de especies polinucleares en solución (Busca, 2014; Ruys, 2019a)

El continuo crecimiento del reciclaje de aluminio proveniente de los LA para producir ahorros de energía y beneficios ecológicos se ha convertido en un tema importante de investigación (David y Kopac, 2013).

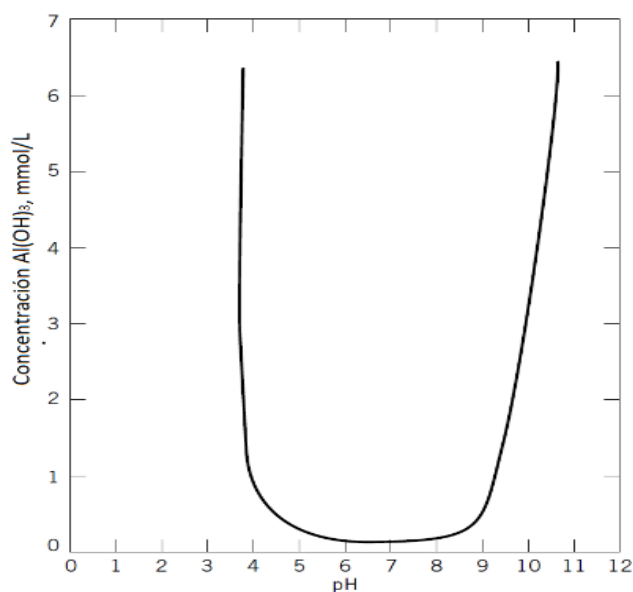


Figura 10. Características anfóteras del $Al(OH)_3$ (Misra, 2003)

Con estos antecedentes, esta investigación se encamina a obtener alúminas, mullita o algún material refractario comercial a partir de los LA generados provenientes de una planta ecuatoriana de producción de aluminio, esto se logrará por procesos pirometalúrgicos (calcinación) a determinar de condiciones de temperatura y tamaños de partículas, y tiempos de residencia. Además de usará hidrometalurgia (lixiviación alcalina) para recuperar aluminato de sodio a diferentes concentraciones del agente lixiviante y porcentaje de sólidos para obtener alguna alúmina por precipitación de estas soluciones.

2. METODOLOGÍA

2.1. Origen del lodo anódico de aluminio empleado

Los lodos anódicos empleados en este estudio se obtuvieron de una empresa que produce perfiles de aluminio, ubicada en la ciudad de Latacunga, Cotopaxi. La muestra de LA se tomó de los big-bag de 1 tonelada, que son almacenados después del tratamiento de los efluentes líquidos que realiza la empresa empleando procesos de floculación, coagulación y prensado. La muestra se secó a temperatura ambiente por 72 horas a 40 °C durante 24 h. Posteriormente se homogeneizó y se cuarteó en fracciones de 1 kg.

2.2. Determinación de las características físicas, químicas y mineralógicas de los lodos anódicos para su valorización.

Con el objetivo de conocer las propiedades físicas y químicas de los LA se determinó: la humedad por gravimetría, la densidad real a partir de la norma ASTM D854-14 “Método de Prueba para Gravedad Específica de Suelos Sólidos por Picnómetro de agua”. Se realizó el análisis granulométrico por tamizado, bajo la norma ASTM C136-01 “Método estándar de ensayo para análisis por tamizado de agregados fino y grueso”. Se estimó el área superficial por fisorción de N₂ en el equipo Quantachrome NOVA4200e Surface Area Analyzer. Para el análisis termogravimétrico (TGA) se usó el equipo Perkin Elmer STA 8000, (desde 40 °C a 1000 °C a una velocidad de calentamiento 5 °C/min y presión atmosférica).

El análisis cristalográfico y estructural de los LA se llevó a cabo por difracción de rayos X (DRX) con un difractor D8 Advance (Bruker) equipado con una fuente de radiación de Cu-K α (1,5406 Å). Las mediciones se realizaron en un rango de 3° a 70°, con un step time de 2 s, y a temperatura ambiente (25 °C). Mediante el software TOPAS, se estimó la composición de las fases cristalinas presentes. La caracterización química se realizó por la técnica de fluorescencia de rayos X (FRX) en el equipo S8 Tiger AX15 (Bruker).

2.3. Evaluación de la recuperación de aluminato de sodio por lixiviación con hidróxido de sodio y precipitación con H₂O₂

Para evaluar la recuperación de aluminio en forma de aluminato de sodio se probaron diferentes concentraciones de soluciones de hidróxido de sodio (1 M, 1,5 M, 2 M, y 2,5 M) y se trabajó a diferentes porcentajes de sólidos (10%, 20% y 30%).

Para el desarrollo de las lixiviaciones se tomaron muestras de 20 gramos de LA y que fueron puesta en contacto con la solución de hidróxido de sodio de diferente concentración (1 M, 1,5 M, 2 M, y 2,5 M), hasta formar una pulpa que corresponda al porcentaje de sólidos necesario (10%, 20% y 30%). La pulpa obtenida se agitó a 600 rpm durante 24 h. Al finalizar el ensayo la pulpa se filtró con papel MCE (tamaño de poro, 45 μ m), para obtener la solución fuerte (SF) y el relave. El relave húmedo se lavó con 50 mL de agua destilada para obtener la solución de lavado (SL), el relave final se llevó a secado a 40 °C durante 24 h.

Luego, se cuantificó la cantidad de aluminio presente en las soluciones fuerte y de lavado por absorción atómica con el equipo AAnalyst 300 (Perkin Elmer). El contenido de aluminio remanente del relave final se analizó por FRX. La recuperación de aluminio en cada ensayo se obtuvo por balance metalúrgico.

Para la precipitación de los iones de aluminio se utilizó 40 mL solución fuerte con 200 mL de H₂O₂ (30%) y se agitó a 800 rpm durante 30 min. Se ajustó el pH de la solución a 10 para garantizar la formación del precipitado Al(OH)₃ según el diagrama de Pourbaix del sistema Al-H₂O a 25 °C (Miskufova et al., 2009). El precipitado de Al(OH)₃ obtenido se secó a 110 °C por 3 h y se calcinó a 1200 °C durante 2 h (El-Katatny et al., 2003; Tripathy et al., 2019). Se realizó un análisis DRX para determinar la estructura antes y después de la calcinación.

2.4. Evaluación de la transformación térmica de los lodos anódicos calcinados a distintas temperaturas y granulometrías

Con el propósito de investigar el efecto del tamaño de partícula en la eficiencia de recuperación del corindón (α - Al₂O₃) de los LA, se utilizó tres fracciones granulométricas de diferentes tamaños: -3+1 mm, -1000+400 μ m, - 400+200 μ m, las cuales se codificaron como: A, B, y C que fueron seleccionados por tamizado. Las diferentes fracciones se calcinaron a temperaturas de 200 °C, 400 °C, 600 °C, 800 °C, 1000 °C, 1200 °C, 1400 °C, y 1600 °C en el horno tubular Carbolite CTF/17/3000. En todos los casos, la cantidad de muestra empleada fue de 20 g.

Las muestras calcinadas se analizaron por DRX para verificar la formación de la fase alúmina y las otras fases cristalinas después de cada proceso. Adicionalmente, se escogieron las muestras que presentaron la fase corindón y se analizaron mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB-EDX) en el equipo Vegan-Tescan.

Adicionalmente se realizó un ensayo con adición de SiO₂, para sintetizar la formación de mullita, para lo cual se empleó una relación de Al₂O₃/SiO₂= 1,5 que fue calcinada a una temperatura de 1200 °C, 1300 °C, y 1500 °C durante 2 h. La posible formación de mullita se analizó por FRX.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización física, química y mineralógica del lodo anódico empleado

Los LA presentan un color blanco y contienen 53,7% de agua, ya que estos lodos vienen de un proceso de filtración, según informaron Correia et al., 2005a; Peñafiel y Martínez, 2019; Vieira et al., 2007. El LA es un material higroscópico, que puede contener mucha agua en su estructura, de esta manera forma gránulos, sin embargo, si se seca y se muele tiende a desaglomerarse (Souza et al., 2019)

En la Tabla 2 se resumen las propiedades obtenidas en el lodo anódico ensayado. La densidad aparente fue de $0,65 \text{ g cm}^{-3}$ y la densidad real de $2,2 \text{ g cm}^{-3}$. Esta diferencia significativa se debe a la tendencia del lodo anódico a aglomerarse parcialmente, por lo que, no presentó facilidad para compactarse. La densidad real obtenida es razonable debido a la posible presencia de hidróxidos de aluminio en forma de gibbsita, bayerita y nosstrandita que tienen este valor de densidad promedio (Souza et al., 2019).

Tabla 2. Caracterización física del lodo anódico

Propiedad	Valor	Unidades
Humedad	53,7	%
Densidad aparente	0,7	g cm^{-3}
Densidad real	2,2	g cm^{-3}
Área superficial	13,7	$\text{m}^2 \text{ g}^{-1}$
Granulometría (d_{80})	4,5	mm

El tamaño de partícula determinado por el d_{80} fue 4,5 mm, que es un valor alto, ya que el material se aglomera parcialmente y presenta características higroscópicas y pegajosa. El área superficial del LA fue de $13,7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$, que difiere con la investigación de Mitrakas et al., 2012. La diferencia se puede atribuir a que este parámetro depende directamente de las etapas de elaboración de los perfiles de aluminio como son: limpieza, decapado y anodizado y esto es variable en cada empresa.

Los resultados del análisis termogravimétrico (Figura 11), mostraron que, de $40 \text{ }^\circ\text{C}$ a $1000 \text{ }^\circ\text{C}$, existió una pérdida de peso del 35% y que además existen cuatro regiones importantes para analizar. La primera región, que va desde $40 \text{ }^\circ\text{C}$ a $140 \text{ }^\circ\text{C}$, existe una pérdida de peso del 4% que corresponde principalmente a la eliminación de agua, de la humedad absorbida en la superficie del lodo que no pudo ser evaporada. La segunda región abarca desde $140 \text{ }^\circ\text{C}$ a $287 \text{ }^\circ\text{C}$ que corresponde a la pérdida del 19,5% que, según Farinha et al., (2013) y H. Wang et al., (2021), corresponde a la transformación endotérmica del hidróxido de aluminio presente en los LA que puede estar en forma de bohemita o gibbsita.

La pérdida de masa en la tercera región, desde $287 \text{ }^\circ\text{C}$ a $582 \text{ }^\circ\text{C}$, se puede asociar con la transición de bohemita a γ -alúmina de acuerdo con De Moraes et al., (2010); Ghoniem et al., (2014) y Vieira et al., (2007). Finalmente, la cuarta

pérdida de masa corresponde a la transformación final en α -alúmina.

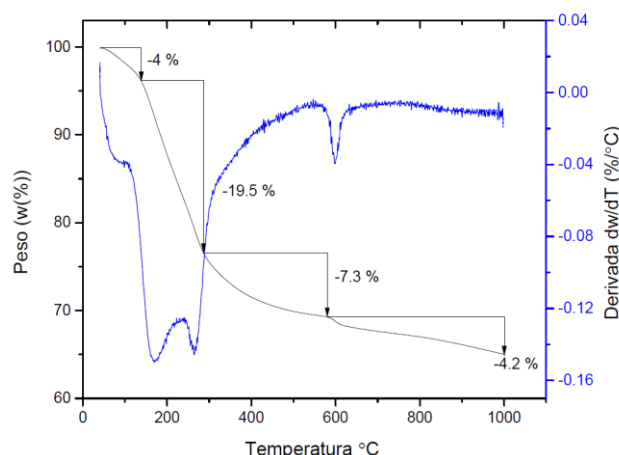


Figura 11. Curva TGA-DTA de lodo anódico seco a $110 \text{ }^\circ\text{C}$ por 24 h

En la Figura 12 se muestra una imagen de una fracción de los LA observados mediante el microscopio electrónico con un aumento de 80 veces. Se puede observar que los lodos no presentan tamaños de partículas uniforme y no tienen ninguna forma definida particular.

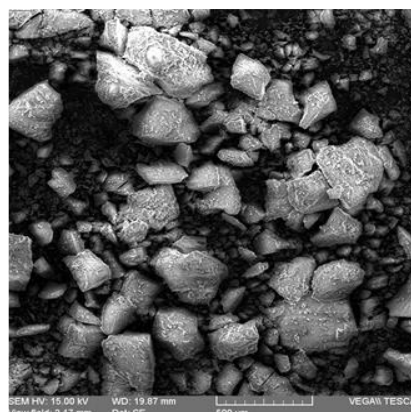


Figura 12. Microscopia electrónica de barrido (MEB) de LA a 80x

La composición química del LA se muestra en la Tabla 3, donde se observa que el contenido de aluminio es de 26,6 %, lo que está de acuerdo con la concentración determinada por otros investigadores (Peñafiel y Martínez, 2019); además se tiene cantidades menores de otros elementos: 1,5 % de Na, 0,5 % de Ca, 2,0 % de S.

Tabla 3. Resultados de composición química del lodo anódico sin tratamiento

Elementos	wt (%)
Al	26,6
Na	1,5
Si	0,6
Mg	0,6
S	2,0
Ca	0,5
Fe	0,4
P	0,2
K	0,04
Cr	0,02
Ni	0,1

Adicionalmente, se destaca que Si, Mg y P están presentes en concentraciones inferiores al 1 %, y que hay presencia de otros metales como Cr, Ni y K en trazas. Estos resultados están relacionados con los obtenidos por Magalhães et al., (2005); Mymrin et al., (2021) y Souza et al., (2019)

En la Figura 13 se presenta el difractograma de los LA, donde se revela una estructura predominantemente amorfa con la presencia de picos en 2θ cerca de 18° , 20° , 37° y 64° que correspondería a gibbsita y bayerita (Mitrakas et al., 2012; Yusta et al., 2009).

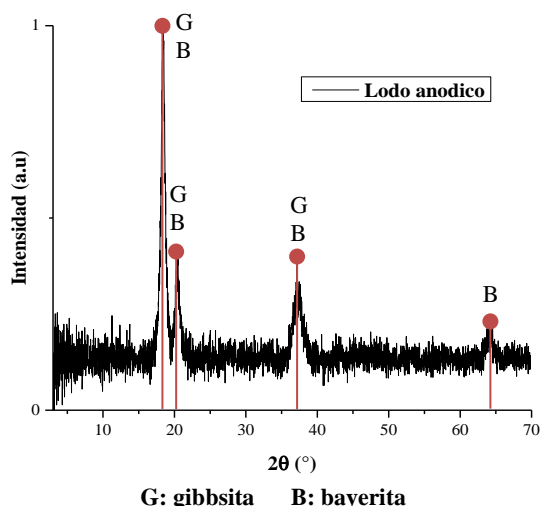


Figura 13. DRX de los LA secos a 110°C por 24 horas

La presencia de gibbsita se debe a que precipita preferentemente en ambientes ácidos por debajo de pH 5,8, que correspondería a los procesos ácidos de anodizado para la fabricación de los perfiles de aluminio. Por otro lado, se presume también la presencia de bayerita debido a que la bayerita se forma en ambientes neutros y básicos por encima de pH 5,8. Por lo tanto, el hidróxido de aluminio puede estar en forma de gibbsita en los tanques de anodización ácida y puede cambiar parcialmente a la forma de bayerita después de la neutralización, es decir, mezclando corrientes de desechos ácidos y básicos. Por tanto, es muy probable que ambos polimorfos (gibbsita y bayerita) estén presentes en el LA de forma amorfa.

3.2. Recuperación de aluminato de sodio por lixiviación alcalina

En todas las lixiviaciones realizadas a presión atmosférica, se estudió la influencia del porcentaje de sólidos, y la concentración de la solución de NaOH, en la recuperación de aluminio de los LA. La Tabla 4 y Figura 14 muestran los resultados de los ensayos de lixiviación realizados. Para una concentración 1 M NaOH, al 10 % de sólidos se obtiene una recuperación aluminio de 87,2%. Este porcentaje se reduce a 85,3% si se trabaja al 20% de sólidos y disminuye drásticamente a 1,3% al trabajar al 30% de sólidos. Con una concentración de 1,5 M se recupera el 70,6%, 62,9% y 0,6% a los diferentes porcentajes de sólidos ensayados. Al 2 M se recupera 93,7%, 44,0%, 5,3% a los diferentes porcentajes de sólidos ensayados.

Tabla 4. Lixiviación alcalina con solución de NaOH a diferentes concentraciones y diferentes porcentajes de sólidos

Muestra	Recuperación Al (%)
	Sol fuerte
LA_1M_10%	87,2
LA_1M_20%	85,3
LA_1M_30%	1,3
LA_1,5M_10%	70,6
LA_1,5M_20%	62,9
LA_1,5M_30%	0,6
LA_2M_10%	93,7
LA_2M_20%	44,0
LA_2M_30%	5,3
LA_2,5M_10%	71,6
LA_2,5M_20%	23,9
LA_2,5M_30%	34,5

En los tres casos de concentración de NaOH empleados 1M, 1,5 M y 2 M a medida que aumenta el porcentaje de sólidos se reduce el porcentaje recuperación de aluminio.

Al contrario, la concentración de NaOH 2,5 M presenta otro comportamiento, al 10 % y 20 % de sólidos se produce una reducción en el porcentaje de recuperación de aluminio de 71,6% a 23,9%, pero con 30% de sólidos existe un leve aumento en el porcentaje de recuperación de aluminio de 23,9% a 34,5%.

De este modo, se observa que el mayor porcentaje de aluminio recuperado fue de 93,7 % y corresponde a la lixiviación atmosférica a 2 M de NaOH y 10% de sólidos (LA_2M_10%). Mientras que la menor recuperación de este metal fue de 0,62 % que corresponde al ensayo a 1,5 M y 30% de sólidos. Estos resultados son similares a los obtenidos por El-Katany et al., 2000, quienes reportaron una relación inversa entre la recuperación de aluminio y el porcentaje de sólidos.

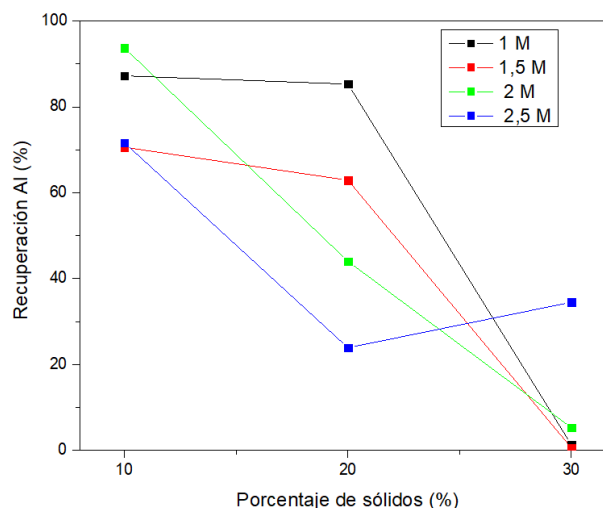


Figura 14. Influencia del porcentaje de sólidos y la concentración de NaOH en la recuperación de aluminio durante 24 h

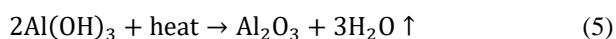
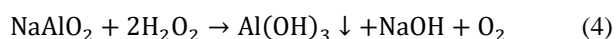
La tendencia encontrada relacionada al porcentaje de sólidos se debe a que al aumento de la cantidad de solución lixivante permite disminuir la viscosidad del LA, y de esta disminuye el

gradiente de concentración de los iones de aluminio entre la superficie del sólido y la solución (He et al., 2021a).

Respecto a la influencia de la concentración de la solución de NaOH, aunque se considere que el aumento de la concentración facilite la lixiviación (Xing et al., 2017), en el presente trabajo no existe una relación directa entre la recuperación de aluminio y el incremento de la concentración del álcali, lo que está de acuerdo con los estudios realizados por Cao et al., (2009)

3.3. Precipitación de la solución de aluminato de sodio en forma de $Al(OH)_3$ por adición de H_2O_2

La solución de $NaAlO_2$ recuperada fue precipitada mediante la adición de H_2O_2 y se obtuvo la formación de $Al(OH)_3$ según la ecuación 4 en forma de las fases bayerita ($\alpha-Al(OH)_3$) y gibbsita ($\gamma-Al(OH)_3$) (Ahmad Zauzi et al., 2016; Mahecha-Rivas et al., 2021). Por otro parte, se esperaría a la transformación del hidróxido de aluminio en alúmina como se muestra en la ecuación 5, donde se calcina a $1200^\circ C$.



En la Figura 15 se muestra que antes de calcinar, el $Al(OH)_3$ muestra indicios de formación de las fases bayerita y gibbsita. Mientras que luego de calcinar a $1200^\circ C$, la muestra no presentó ninguna fase cristalina. Este comportamiento no coincide con la transformación del hidróxido aluminio en sus múltiples fases cristalinas de transición a medida que aumenta la temperatura mencionada por El-Katatny et al., (2003), quienes, luego de precipitar con H_2O_2 obtuvieron la fase cristalina boehmita, $\gamma-Al(OH)_3$, calcinaron la boehmita hasta obtener la fase deseada, $\alpha-Al_2O_3$. Al parecer, la velocidad de calentamiento y el tiempo de calcinación seguidos no permitieron la formación de la alúmina deseada, ya que el tipo de precursor y las condiciones de calcinación usado determinan las características del polimorfo obtenido (Chagas et al., 2014).

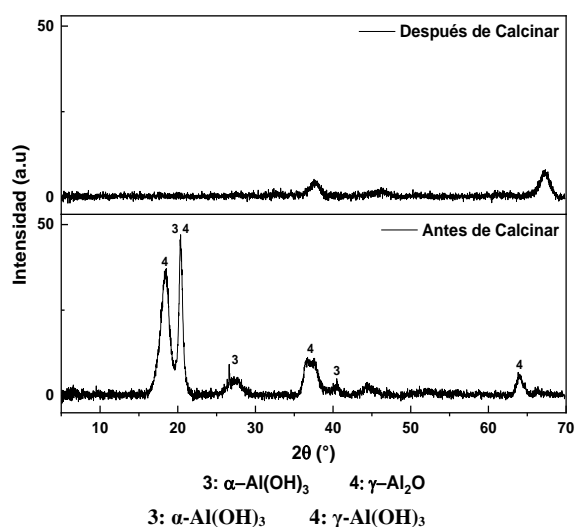


Figura 15. Difractogramas de las fases bayerita: $\alpha-Al(OH)_3$ y gibbsita: $\gamma-Al(OH)_3$ antes y después de la calcinación a $1200^\circ C$ durante 2 h

3.4. Síntesis de alúmina o alumina-mullita por método pirometalúrgico

En los difractogramas de las Figuras 16, 17, y 18 se observan los LA A ($-3+1\text{ mm}$), B ($-1000+400\ \mu m$), y C ($-400+200\ \mu m$), respectivamente, calcinados a diferentes temperaturas. Los ensayos de calcinación realizados a temperaturas de $200^\circ C$, $400^\circ C$, $600^\circ C$, y $800^\circ C$ revelaron principalmente la presencia de una fase amorfa; estos resultados están de acuerdo a investigaciones que identifican hidróxidos de aluminos amorfos empleando espectroscopía de resonancia magnética nuclear (RMN), donde se evidencian picos asociados con AlO_5 y AlO_4 (Isobe et al., 2003; Souza et al., 2019); de manera que, se requirieron de mayores temperaturas para la obtención de fases cristalinas (Mercury et al., 2006; Rodríguez-Páez et al., 2001).

Las muestras producto de calcinaciones a bajas temperaturas, presentaron ausencia de las estructuras metaestables cristalinas como boehmita a $400^\circ C$, $\gamma-Al_2O_3$ a $600^\circ C$, y $\delta-Al_2O_3$ a $800^\circ C$. Esto es coherente con lo mencionado por Bhattacharya et al., (2004) quienes obtuvieron una estructura cristalina a temperaturas superiores a los $900^\circ C$. Pero, a su vez esto difiere con lo sugerido por El-Katatny et al., (2000) y Saridede et al., (2005), quienes mencionan que a medida que la temperatura de calcinación aumenta, se evidencian las transformaciones de los óxidos de transición. Sin embargo, la naturaleza del material precursor, el método de preparación, el ambiente de calentamiento y la presencia de impurezas como Na_2O alteran la transformación de las fases (Bhattacharya et al., 2004; Das et al., 2007; Matori et al., 2012), como parece suceder en este caso.

Los resultados mostraron además que la granulometría de la muestra no tiene incidencia en la formación de la fase corindón. A medida que aumentó la temperatura de calcinación a $1000^\circ C$, se observó la formación de $\alpha-Al_2O_3$. Mientras que, en un rango de $1200^\circ C$ a $1400^\circ C$, la mayor fase cristalina formada fue el corindón ($\alpha-Al_2O_3$), seguido de la fase de diaoyudaoíta ($Na_{11}Al_{17}O_{17}$) conocida como Na- β -alúmina. Finalmente, a $1600^\circ C$ se evidenció una mejor cristalinidad y se cuantificaron las fases de corindón cercana al 70 % y la Na- β -alúmina ($Na_{11}Al_{17}O_{17}$) al 30 %. Con base a esto, la temperatura de calcinación y la cantidad de sodio presente en los LA tuvo una influencia en la síntesis de $\alpha-Al_2O_3$ y Na- β -alúmina ($Na_{11}Al_{17}O_{17}$), (He et al., 2021; Ruiz y Rodriguez, 2011). Los difractogramas de las muestras calcinadas a $1600^\circ C$ evidenciaron la presencia de corindón con los índices de Miller: (0 1 2), (1 0 4), (1 1 0), (0 0 6), (1 1 3), (2 0 2), (0 2 4), (1 1 6), (2 1 1), (1 2 2), (0 1 8), (2 1 4), (0 3 0), (3 0 0) que corresponden a JCD-No. 46-1212.

La fase formada Na- β -alúmina ($Na_{11}Al_{17}O_{17}$) es un isomorfo de la alúmina (Al_2O_3) (Kale et al., 2020) y debido a que no existe la cantidad esquemática o un exceso de sodio permite la formación de las dos fases corindón y diaoyudaoíta, por lo que tiene gran importancia el sodio en las fases cristalinas en el producto final (Liu et al., 2020). Adicionalmente, la estabilidad de la fase Na- β -alúmina se debe a presencia de magnesio que funciona como un estabilizador (Ruiz y Rodriguez, 2011; Tan et al., 1993)

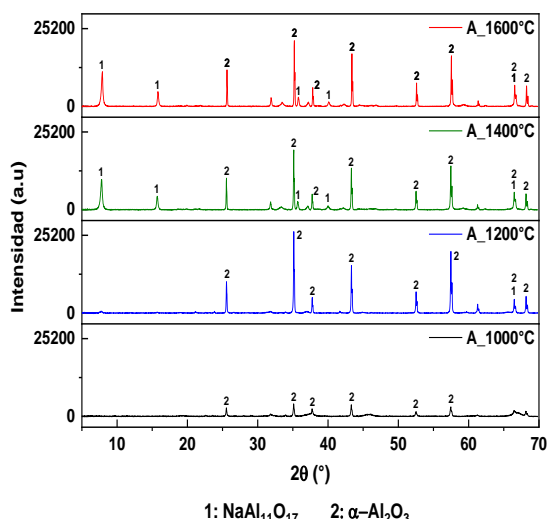


Figura 16. Difractogramas de LA A (-3+1 mm) calcinados a temperaturas 1000 °C, 1200 °C, 1400 °C y 1600 °C

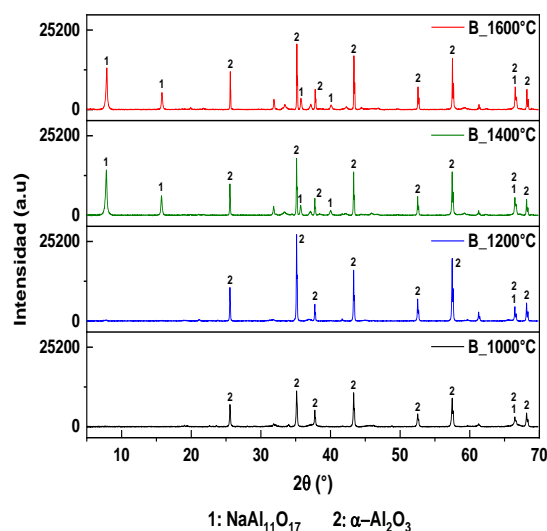


Figura 17. Difractogramas de lodos anódicos B (-1000+400 μm) calcinados a temperaturas 1000 °C, 1200 °C, 1400 °C y 1600 °C

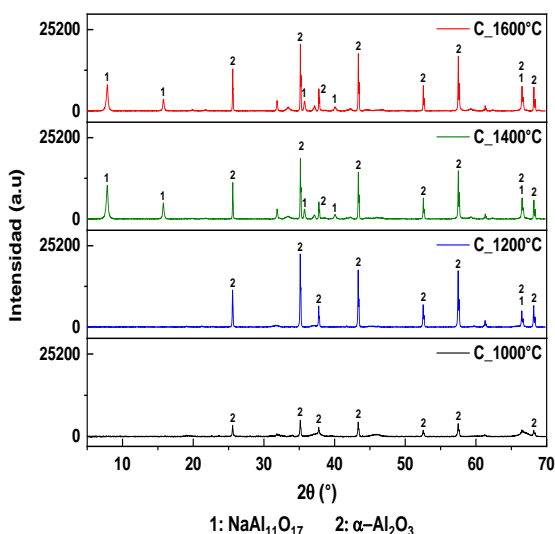


Figura 18. Difractogramas de lodos anódicos C (-400+200 μm) calcinados a temperaturas 1000 °C, 1200 °C, 1400 °C y 1600 °C

En la Figura 19 se observan imágenes obtenidas empleando microscopia electrónica de barrido y se busca destacar la formación de la fase corindón en función de la temperatura de calcinación. En la figura 19a se presenta la muestra original que no muestra una estructura definida, en 19b después de la calcinación a 1200 °C se muestra el inicio de la formación de cristales de corindón, ya que a medida que aumenta la temperatura, empieza la formación de esta fase cristalina, primero en forma de hojuelas y después en una forma hexagonal típica (Figura 19 c). En la figura 19d, después de una calcinación a 1600 °C, los cristales de corindón y diaoyudaoíta adquieren una forma hexagonal regular (Huang et al., 2014; Ligon et al., 2020) . Estos resultados confirman la formación de corindón y diaoyudaoíta a 1600 °C después de 2 h. Además, el análisis químico realizado confirma la presencia elemental de aluminio y oxígeno, provenientes de α - Al_2O_3 ; además de otros elementos como sodio que provienen de la diaoyudaoíta y magnesio que es parte de la composición inicial de los LA, estos resultados fueron confirmados adicionalmente por DRX.

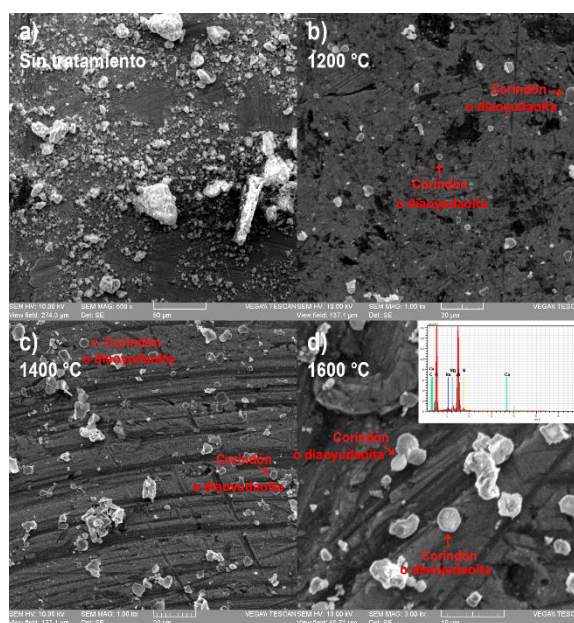


Figura 19. Morfología de: a) LA sin tratamiento, b) Formación de cristales de corindón, c) Mayor presencia de cristales de corindón, d) Cristales hexagonales de corindón y diaoyudaoíta en C_1600°C y patrones EDS

3.5. Mullitización de los LA

Se realizaron los procesos de mullitización a partir de una mezcla precursora con una relación de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1,5$ que fue calcinada a una temperatura de 1200 °C, 1300 °C, y 1500 °C durante 2 h. Los difractogramas (Figura 20) muestran la influencia de la temperatura de calcinación en la formación de la fase mullita.

Se observa que las muestras calcinadas 1200 °C y 1300 °C presentaron entre el 99% de contenido de α - Al_2O_3 , es decir, que con la relación de 1,5 entre corindón y sílice no se obtuvo la fase mullita de manera satisfactoria. Esto coincide parcialmente con lo sugerido por (Sadik et al., 2014) quienes mencionan que, por encima de 1400 °C, la mayor parte de

corindón y sílice se transforman en mullita, completando su transformación a 1600 °C.

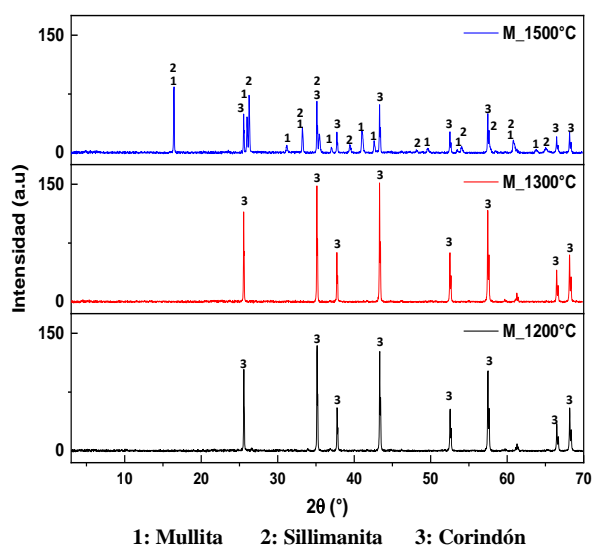


Figura 15. Difractograma de la mezcla precursora calcinada 1200 °C, 1300 °C, y 1500 °C durante 2 h

Por otra parte, a una temperatura de 1500 °C, el 50% del corindón se transformó a sillimanita mientras que el 4% se convirtió en mullita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Foo et al., (2019) sugiere una relación en peso del $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ del 2,55 resultado de lixivaciones ácidas, que corresponde a una relación estequiométrica de 1,5. Aunque exista una proporción adecuada en la mullita, aún existe una gran cantidad de corindón sin reaccionar a mullita. Así mismo, se evidenció en una prueba preliminar a 1350 °C que el exceso de SiO_2 , comparada con la sugerida y, a un tiempo de sinterización extendido a 6 h, causó una deformación en la muestra a causa de la vitrificación de la fase sílice (Foo et al., 2019).

La proporción arena/alúmina facilitó la formación de mullita mientras que un exceso de arena con respecto a la alúmina tendió a aumentar levemente el vidrio y el corindón y a disminuir la proporción de mullita (W. Wang et al., 2018)

4. CONCLUSIONES

- Lodos anódicos de estructura amorfa, con una humedad superior al 53,7 % una densidad de 2,2 g cm⁻³, un área superficial de 13,7 m² g⁻¹, d80 de 4,5 mm y una concentración de aluminio 26,6%, pueden ser valorizados empleando métodos piro e hidrometalúrgicos.
- Se puede recuperar cerca del 94% del aluminio presente en los lodos anódicos, en forma de aluminato de sodio, por lixiviación con soluciones de NaOH de concentración 2M y usando un porcentaje de sólidos del 10% y 2 M.
- Por procesos pirometalúrgicos de calcinación de los lodos anódicos, para la obtención de corindón (α -alúmina), a medida que se incrementa la temperatura de calcinación a partir de los 1000 °C, se observó la formación de θ - Al_2O_3 . En un rango de 1200 °C a 1400 °C, la mayor fase cristalina presente es el corindón (α - Al_2O_3), seguido de la fase de Na- β -alúmina ($\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$).

- La importancia de sodio en los LA es fundamental para la a formación de Na- β -alúmina ($\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$)
- Los lodos anódicos calcinados a una temperatura de 1600 °C presentan las mejores condiciones de formación de cristales, obteniendo la fase corindón (α - Al_2O_3) cercana al 70 % y Na- β -alúmina ($\text{NaAl}_{11}\text{O}_{17}$) del 30 % que puede ser empleado como material refractario.
- El tamaño de grano de los lodos anódicos calcinados a distintas temperaturas, no tienen incidencia directa en la mayor o menor formación de la fase corindón.
- La calcinación de la mezcla precursora para mullitación con una relación $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2 = 1,5$ permite obtener 99 % de α - Al_2O_3 a 1200 °C y 1300 °C, mientras que a 1500 °C se obtienen tres fases cristalinas: sillimanita (50%), corindón (46%) y mullita (4%).
- Los procesos hidrometalúrgicos y pirometalúrgicos aplicado a los lodos anódicos han demostrado ser una alternativa interesante para el uso de este residuo como materia prima para obtener materiales para la industria refractaria.

5. REFERENCIAS

- Ahmad Zauzi, N. S., Zakaria, M., Baini, R., Rahman, M., Mohamed Sutan, N., & Hamdan, S. (2016). Influence of Alkali Treatment on the Surface Area of Aluminium Dross. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2016, 1–4. <https://doi.org/10.1155/2016/6306304>
- Álvarez-Ayuso, E. (2009). Approaches for the treatment of waste streams of the aluminium anodising industry. *Journal of Hazardous Materials*, 164(2–3), 409–414. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.08.054>
- Barakat, M. A., El-Sheikh, S. M., & Farghly, F. E. (2005). Removing Al and regenerating caustic soda from the spent washing liquor of Al etching. *Jom*, 57(8), 34–38. <https://doi.org/10.1007/s11837-005-0165-3>
- Bergsdal, H., Strommam, A., & Hertwich, E. (2004). *The Aluminium Industry*. www.indecol.ntnu.no
- Berto, A. B., Noguiera, C., & Margarino, F. (2012). Soda and Aluminum Recovery from Spent Etching Baths by Aqueous Precipitation. *Trans Tech Publications, Ltd.*, 730(732), 642–647. <https://doi.org/https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.730-732.642>
- Bhattacharya, I. N., Gochhayat, P. K., Mukherjee, P. S., Paul, S., & Mitra, P. K. (2004). Thermal decomposition of precipitated low bulk density basic aluminium sulfate. *Materials Chemistry and Physics*, 88(1), 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2004.04.024>
- Busca, G. (2014). Structural, Surface, and Catalytic Properties of Aluminas. *Advances in Catalysis*, 57, 319–404. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800127-1.00003-5>
- Cao, S., Zhang, Y., & Zhang, Y. (2009). Preparation of sodium aluminate from the leach liquor of diasporic bauxite in concentrated NaOH solution. *Hydrometallurgy*, 98(3–4), 298–

- 303., <https://doi.org/10.1016/J.HYDROMET.2009.05.016>
- Carstens, S., Meyer, R., & Enke, D. (2020). Towards Macroporous α -Al₂O₃—Routes, Possibilities and Limitations. *Materials*, 13(7), 1787.
- Chagas, L. H., de Carvalho, G. S. G., San Gil, R. A. S., Chiaro, S. S. X., Leitão, A. A., & Diniz, R. (2014). Obtaining aluminas from the thermal decomposition of their different precursors: An 27Al MAS NMR and X-ray powder diffraction studies. *Materials Research Bulletin*, 49(1), 216–222. <https://doi.org/10.1016/J.MATERRESBULL.2013.08.072>
- Correia, A., Chambino, T., Gonçalves, L., Franco, A., Gonçalves, R., Gonçalves, A., Limpo, V., Delmas, F., Nogueira, C., & Bartolomeu, F. (2005). Municipal wastewater treatment with anodizing solid waste. *Desalination*, 185(1–3), 341–350. <https://doi.org/10.1016/J.DESAL.2005.04.043>
- Curioni, M., Skeldon, P., & Thompson, G. E. (2014). Anodized anti-corrosion coatings for aluminium using rare earth metals. En *Rare Earth-Based Corrosion Inhibitors* (pp. 143–162). Woodhead Publishing. <https://doi.org/10.1533/9780857093585.143>
- Das, B. R., Dash, B., Tripathy, B. C., Bhattacharya, I. N., & Das, S. C. (2007). Production of η -alumina from waste aluminium dross. *Minerals Engineering*, 20(3), 252–258. <https://doi.org/10.1016/J.MINENG.2006.09.002>
- David, E., & Kopac, J. (2013). Aluminum recovery as a product with high added value using aluminum hazardous waste. *Journal of Hazardous Materials*, 261, 316–324. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.07.042>
- de Moraes, G. G., Oliveira, B. G., Siligardi, C., Innocentini, M. D. de M., Oliveira Jr., A. A. M., Neto, J. B. R., Hotza, D., & de Oliveira, A. P. N. (2010). Production of Foundry Filters Using Al₂O₃ from the Al-Anodizing Process. *12th International Ceramics Congress Part*, 62, 119–124. <https://doi.org/https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AST.62.119>
- Dexpert, H., Larue, J. F., Mutin, I., Moraweck, B., Bertaud, Y., & Renouprez, A. (1985). Thermal Transformation of Transition Aluminas. *JOM*, 37(11), 17–21. <https://doi.org/10.1007/BF03258733>
- Donaldson, D. J. (2017). Perspective on Bayer process energy. En *Essential Readings in Light Metals* (Vol. 1). <https://doi.org/10.1007/978-3-319-48176-0>
- EI-Katatny, E., Halawy, S., Mohamed, M., & Zaki, M. (2000). Recovery of high surface area alumina from aluminium dross tailings. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 75, 394–402. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4660\(200005\)75:5<394::AID-JCTB216>3.0.CO;2-7](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4660(200005)75:5<394::AID-JCTB216>3.0.CO;2-7)
- El-Katatny, E. A., Halawy, S. A., Mohamed, M. A., & Zaki, M. I. (2003). Surface composition, charge and texture of active alumina powders recovered from aluminum dross tailings chemical waste. *Powder Technology*, 132(2–3), 137–144. [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(03\)00047-0](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(03)00047-0)
- Farinha, A., Mendes, R., & Vieira, M. (2013). Production of Sintered α -Alumina by Explosive Compaction from Low Temperature Calcinated Aluminum-Rich Sludge. *Waste and Biomass Valorization*, 4(3), 627–633. <https://doi.org/https://doi.org/10.1007/s12649-012-9195-6>
- Ferreira, J. M. F., & Olhero, S. M. (2002). Al-rich sludge treatments towards recycling. *Journal of the European Ceramic Society*, 22, 2243–2249. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00023-7](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00023-7)
- Foo, C. T., Salleh, M. A. M., Ying, K. K., & Matori, K. A. (2019). Mineralogy and thermal expansion study of mullite-based ceramics synthesized from coal fly ash and aluminum dross industrial wastes. *Ceramics International*, 45(6), 7488–7494. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2019.01.041>
- Ghoniem, M. G., Sami, T. M., El-Reefy, S. A., & Mohamed, S. A. (2014). The production of high purity alumina from solid wastes obtained from aluminium factories. *WIT Transactions on Ecology and the Environment*, 180, 29–40. <https://doi.org/10.2495/WM140031>
- González, E., Barbadillo, P., García, F., Hernández, A., & Ayala, N. (2000). *Utilización de los lodos de hidróxido de aluminio procedente de las plantas de anodizado* (Patent Núm. 2130098). Consejo Superior Investigaciones Científicas.
- He, L., Shi, L., Qizhen, H., Hayat, W., Shang, Z., Ma, T., Wang, M., Yao, W., Huang, H., & Chen, R. (2021a). Extraction of Alumina from Aluminum Dross by a Non-Hazardous Alkaline Sintering Process: Dissolution Kinetics of Alumina and Silica from Calcined Materials. *Science of The Total Environment*, 777, 146123. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146123>
- He, L., Shi, L., Qizhen, H., Hayat, W., Shang, Z., Ma, T., Wang, M., Yao, W., Huang, H., & Chen, R. (2021b). Extraction of Alumina from Aluminum Dross by a Non-Hazardous Alkaline Sintering Process: Dissolution Kinetics of Alumina and Silica from Calcined Materials. *Science of The Total Environment*, 777, 146123. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.146123>
- Huang, J., Fang, M., Huang, Z., Liu, Y., Yang, J., Huang, S., Xu, Y., Chen, K., Yi, S., & Zhang, S. (2014). Preparation, microstructure, and mechanical properties of spinel-corundum-sialon composite materials from waste fly ash and aluminum dross. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014, 10. <https://doi.org/10.1155/2014/789867>
- Hughes, A. E. (2018). Conversion coatings. En *Encyclopedia of Interfacial Chemistry: Surface Science and Electrochemistry*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.13441-9>
- Isobe, T., Watanabe, T., D’Espinose De La Caillerie, J. B., Legrand, A. P., & Massiot, D. (2003). Solid-state 1H and 27Al NMR studies of amorphous aluminum hydroxides. *Journal of Colloid and Interface Science*, 261(2), 320–324. [https://doi.org/10.1016/S0021-9797\(03\)00144-9](https://doi.org/10.1016/S0021-9797(03)00144-9)
- Kale, M., Kale, S., Joshi, C., & Moharil, S. (2020). Preparation of sodium beta-alumina using combustion synthesis. *i-*

- manager's Journal on Material Science, 7(4), 37–41. <https://doi.org/10.26634/jms.7.4.15552>
- Kang, C., Zhao, Y., Tang, C., & Addo-Bankas, O. (2022). Use of aluminum-based water treatment sludge as coagulant for animal farm wastewater treatment. *Journal of Water Process Engineering*, 46(February), 102645. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2022.102645>
- Kleebe, H. J., Siegelin, F., Straubinger, T., & Ziegler, G. (2001). Conversion of Al₂O₃-SiO₂ powder mixtures to 3:2 mullite following the stable or metastable phase diagram. *Journal of the European Ceramic Society*, 21(14), 2521–2533. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(01\)00275-8](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(01)00275-8)
- Komarneni, S., Schneider, H., & Okada, K. (2005). Mullite Synthesis and Processing. En *Mullite* (pp. 251–348). <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/3527607358.ch4>
- Labrincha, J. A., Albuquerque, C. M., Ferreira, J. M., & Ribeiro, M. J. (2006). Electrical characterisation of cordierite bodies containing Al-rich anodising sludge. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(4–5), 825–830. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.07.004>
- Labrincha, J., Puertas, F., Schroyers, W., Kovler, K., Pontikes, Y., Nuccetelli, C., Krivenko, P., Kovalchuk, O., Petropavlovsky, O., Komljenovic, M., Fidanchevski, E., Wieggers, R., Volceanov, E., Gunay, E., Sanjuán, M. A., Ducman, V., Angjusheva, B., Bajare, D., Kovacs, T., ... Provis, J. L. (2017). From NORM by-products to building materials. *Naturally Occurring Radioactive Materials in Construction: Integrating Radiation Protection in Reuse (COST Action Tu1301 NORM4BUILDING)*, 183–252. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102009-8.00007-4>
- Lecomte-Nana, G., & Hammas, A. (2021). Mullite: Structure and Properties. En *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00062-X>
- Leite, A., Costa, G., Hajjaji, W., Ribeiro, M. J., Seabra, M. P., & Labrincha, J. A. (2009). Blue cobalt doped-hibonite pigments prepared from industrial sludges: Formulation and characterization. *Dyes and Pigments*, 81(3), 211–217. <https://doi.org/10.1016/J.DYEPIG.2008.10.008>
- Li, H., Addai-Mensah, J., Thomas, J. C., & Gerson, A. R. (2005). The crystallization mechanism of Al(OH)₃ from sodium aluminate solutions. *Journal of Crystal Growth*, 279(3–4), 508–520. <https://doi.org/10.1016/J.JCRYSGRO.2005.02.019>
- Li, Q., Jensen, J., & Bjerrum, N. (2009). Chemistry, Electrochemistry, and electrochemical | Aluminum. En *Encyclopedia of Electrochemical Power Sources* (pp. 695–708). <https://doi.org/10.1016/B978-044452745-5.00951-5>
- Ligon, S. C., Blugan, G., Bay, M. C., Battaglia, C., Heinz, M. V. F., & Graule, T. (2020). Performance analysis of Na^β-Al₂O₃/YSZ solid electrolytes produced by conventional sintering and by vapor conversion of α-Al₂O₃/YSZ. *Solid State Ionics*, 345, 115169. <https://doi.org/10.1016/J.SSI.2019.115169>
- Lima, L. K. S., Silva, K. R., Menezes, R. R., Santana, L. N. L., & Lira, H. L. (2022). *Microstructural characteristics , properties , synthesis and applications of mullite : a review*. 68, 126–142.
- Liu, Z., Chen, J., Wang, X., Wang, Y., Wang, D., & Mao, Z. (2020). Synthesis and characterization of high ionic-conductive sodium beta-alumina solid electrolyte derived from boehmite. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(20), 17670–17678. <https://doi.org/10.1007/s10854-020-04321-7>
- López-Delgado, A., Robla, J. I., Padilla, I., López-Andrés, S., & Romero, M. (2020). Zero-waste process for the transformation of a hazardous aluminum waste into a raw material to obtain zeolites. *Journal of Cleaner Production*, 255, 120178. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2020.120178>
- Ma, Y., Preveniou, A., Kladis, A., & Pettersen, J. B. (2022). Circular economy and life cycle assessment of alumina production: Simulation-based comparison of Pedersen and Bayer processes. *Journal of Cleaner Production*, 366, 132807. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2022.132807>
- Magalhães, J. M., Silva, J. E., Castro, F. P., & Labrincha, J. A. (2005). Physical and chemical characterisation of metal finishing industrial wastes. *Journal of Environmental Management*, 75(2), 157–166. <https://doi.org/10.1016/J.JENVMAN.2004.09.011>
- Mahecha-Rivas, J. C., Fuentes-Ordoñez, E., Epelde, E., & Saldarriaga, J. F. (2021). Aluminum extraction from a metallurgical industry sludge and its application as adsorbent. *Journal of Cleaner Production*, 310. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127374>
- Marques, D., Barcelos, R. L., Parma, G. C., Giroto, E., Américo, J., Pereira, N. C., & Magnago, R. F. (2019). Recycled polyethylene terephthalate and aluminum anodizing sludge-based boards with flame resistance. *Waste Management*, 92, 1–14. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.wasman.2019.05.013>
- Marques, I., V., N., Grilo, I., M.T., V., & Júlio, E. (2012). *Recycling of Residual Sludge from Aluminium Anodizing and Lacquering in Clay Bricks - Case Study of Portuguese Industries*.
- Matori, K., Loy, C., Hashim, M., Ismail, I., & Mohd Zaid, M. (2012). Phase Transformations of α-Alumina Made from Waste Aluminum via a Precipitation Technique. *International journal of molecular sciences*, 13, 16812–16821. <https://doi.org/10.3390/ijms131216812>
- Memon, N. A., Ahmed, N., haq, T., Ismail, S., Rashid, U., & Begum, R. (2018). An Effective Use of Anodizing Mud for Treatment of Tannery Wastewater as a Coagulation Agent. *International Journal of Scientific and Research Publications (IJSRP)*, 8(4), 418–429. <https://doi.org/10.29322/ijrsrp.8.4.2018.p7659>
- Mercury, J. M. R., Pena, P., de Aza, A. H., Sheptyakov, D., & Turrillas, X. (2006). On the decomposition of synthetic gibbsite studied by neutron thermodiffraction. *Journal of the American Ceramic Society*, 89(12), 3728–3733. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01191.x>
- Miskufova, A., Petranikova, M., Kovacs, M., Havlik, T., Orac, D., & Briancin, J. (2009). *Leaching of aluminium dross in alkaline solution*. 4, 1339–1350.

- Misra, C. (2003). Aluminum Oxide (Alumina), Hydrated. En *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/0471238961.0825041813091918.a01.pub2>
- Mitrakas, M. G., Bakaloulis, A. K., & Gkinis, K. T. (2012). Studies on arsenic adsorption by the use of aluminum anodizing sludge. *Desalination and Water Treatment*, 39(1–3), 235–247. <https://doi.org/10.1080/19443994.2012.669180>
- Morris, S. (2020). *Reducing process variation pays off*. Process Analyser.
- Mymrin, V., Pedroso, D. E., Pedroso, C., Alekseev, K., Avanci, M. A., Winter, E., Cechin, L., Rolim, P. H. B., Iarozinski, A., & Catai, R. E. (2018). Environmentally clean composites with hazardous aluminum anodizing sludge, concrete waste, and lime production waste. *Journal of Cleaner Production*, 174, 380–388. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.299>
- Mymrin, V., Pedroso, D. E., Pedroso, C. L., Avanci, M. A., Rolim, P. H. B., Carvalho, K. Q., & Catai, R. E. (2021). Physical-chemical processes of sustainable construction materials structure formation with iron ore processing tailings and aluminum anodizing sludge. *Construction and Building Materials*, 298, 123698. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2021.123698>
- Novalés, A., Pereira, F., Hotza, D., & Klegues, O. (2003). Aluminum rich sludge as raw material for the ceramic industry. *Interceram*, 52(1), 44–46. <https://www.researchgate.net/publication/269931045>
- Oliveira, F. A. C., Livramento, V., & Delmas, F. (2008). Novel mullite-based ceramics manufactured from inorganic wastes: I. Densification behaviour. *Journal of Materials Processing Technology*, 196(1–3), 101–108. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2007.05.011>
- Pask, J. A., & Schneider, H. (2005). Phase Equilibria and Stability of Mullite. En *Mullite* (pp. 227–249). <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/3527607358.ch3>
- Patel, P. (2008). *Studies of anodising sludge and its uses*. University of Waikato.
- Peñañiel, F., & Martínez, R. (2019). Síntesis de Zeolitas utilizando como materia prima lodos de los procesos de anodizado de aluminio. *Tecnología en Marcha*, 32(3), 12–23.
- Renda, A., Pelkmans, J., Schrefler, L., & Luchetta, G. (2013). *Assessment of Cumulative Cost Impact for the Steel and the Aluminium Industry*.
- Renda Andrea, Simonelli Felice, Egenhofer Christian, Pelkmans Jacques, Zavatta Roberto, Giannotti Enrico, Marcu Andrei, & Stecchi Maria. (2014). *Assessment of cumulative cost impact for the steel and the aluminium industry*. <https://www.ceps.eu/ceps-publications/assessment-cumulative-cost-impact-steel-and-aluminium-industry/>
- Ribeiro, M. J., Abrantes, J. C. C., Ferreira, J. M., & Labrincha, J. A. (2004). Predicting processing-sintering-related properties of mullite–alumina ceramic bodies based on Al-rich anodising sludge by impedance spectroscopy. *Journal of the European Ceramic Society*, 24(15–16), 3841–3848. <https://doi.org/10.1016/J.JEURCERAMSOC.2003.12.026>
- Ribeiro, M. J., Abrantes, J. C. C., & Labrincha, J. A. (2006). Electrical characterization of mullite bodies containing Al-rich anodizing sludge. *Materials Science Forum*, 514–516(PART 2), 1726–1730. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.514-516.1726>
- Ribeiro, M. J., Tulyaganov, D. U., Ferreira, J. M. F., & Labrincha, J. A. (2004). Production of Al-rich sludge-containing ceramic bodies by different shaping techniques. *Journal of Materials Processing Technology*, 148(1), 139–146. <https://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2004.01.055>
- Ribeiro, M. J., Tulyaganov, D. U., Ferreira, J. M., & Labrincha, J. A. (2002). Recycling of Al-rich industrial sludge in refractory ceramic pressed bodies. *Ceramics International*, 28(3), 319–326. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(01\)00097-9](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(01)00097-9)
- Rodríguez-Páez, J. E., Villaquirán, C., & Cobo, J. (2001). Estudio de la formación de los complejos intermedios durante la síntesis de alumina. *Materials Research*, 4(4), 255–264. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392001000400007>
- Ruiz, V., & Rodríguez, J. (2011). The effect of the content of sodium in the obtaining of Na + β alumina utilized the polymeric precursor. *UNAL*, 78(165), 190–195. <https://revistas.unal.edu.co/index.php/dyna/article/view/25660>
- Runge, J. M. (2018). The metallurgy of anodizing aluminum: Connecting science to practice. En *The Metallurgy of Anodizing Aluminum: Connecting Science to Practice*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-72177-4>
- Ruys, A. (2019a). Refractory and other specialist industrial applications of alumina. *Alumina Ceramics*, 473–499. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102442-3.00015-4>
- Ruys, A. (2019b). Processing, structure, and properties of alumina ceramics. *Alumina Ceramics*, 71–121. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102442-3.00004-X>
- Sadik, C., Amrani, I. E. el, & Albizane, A. (2014). Processing and characterization of alumina–mullite ceramics. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 2(4), 310–316. <https://doi.org/10.1016/J.JASCER.2014.07.006>
- Sanfilippo, D. (2011). Dehydrogenations in fluidized bed: Catalysis and reactor engineering. *Catalysis Today*, 178(1), 142–150. <https://doi.org/10.1016/J.CATTOD.2011.07.013>
- Sanga, P., Iradukunda, Y., & Munyemana, J. C. (2018). Recycling of Alum from Water Treatment Residue and Reuse It as a Flocculating Agent for Raw Water Treatment. *Journal of Geoscience and Environment Protection*, 06(12), 216–226. <https://doi.org/10.4236/gep.2018.612018>
- Saridede, M. N., Çizmecioglu, Z., & Değerli, S. (2005). The production of activated alumina from aluminum hydroxide based waste. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 44(1), 131–136. <https://doi.org/10.1179/cmqr.2005.44.1.131>
- Saunders, F. M. (1983). *Reclamation of aluminum finishing sludges*.

- Schneider, H., Schreuer, J., & Hildmann, B. (2008). Structure and properties of mullite—A review. *Journal of the European Ceramic Society*, 28(2), 329–344. <https://doi.org/10.1016/J.JEURCERAMSOC.2007.03.017>
- Schuman, T. P. (2005). Protective coatings for aluminum alloys. En *Handbook of Environmental Degradation of Materials*. William Andrew Publishing. <https://doi.org/10.1016/B978-081551500-5.50019-7>
- Shackelford, J. F., & Doremus, R. H. (2008). Ceramic and glass materials: Structure, properties and processing. En *Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties and Processing*. <https://doi.org/10.1007/978-0-387-73362-3>
- Souza, M. T., Simão, L., Montedo, O. R. K., Raupp Pereira, F., & de Oliveira, A. P. N. (2019). Aluminum anodizing waste and its uses: An overview of potential applications and market opportunities. *Waste Management*, 84, 286–301. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2018.12.003>
- Tan, A., Kuo, C. K., & Nicholson, P. S. (1993). Formation and characterization of Na β "-alumina single crystal films. *Solid State Ionics*, 67(1–2), 131–136. [https://doi.org/10.1016/0167-2738\(93\)90318-W](https://doi.org/10.1016/0167-2738(93)90318-W)
- Tansens, P., Rodal, A. T., Machado, C. M. M., & Soares, H. M. V. M. (2011). Recycling of aluminum and caustic soda solution from waste effluents generated during the cleaning of the extruder matrixes of the aluminum industry. *Journal of Hazardous Materials*, 187(1–3), 459–465. <https://doi.org/10.1016/J.JHAZMAT.2011.01.048>
- Tripathy, A. K., Mahalika, S., Sarangi, C. K., Tripathy, B. C., Sanjay, K., & Bhattacharya, I. N. (2019). A pyro-hydrometallurgical process for the recovery of alumina from waste aluminium dross. *Minerals Engineering*, 137, 181–186.
- Tulyaganov, D. U., Olhero, S. M. H., Ribeiro, M. J., Ferreira, J. M. F., & Labrincha, J. A. (2003). *Mullite-Alumina Refractory Ceramics Obtained from Mixtures of Natural Common Materials and Recycled Al-Rich Anodizing Sludge*.
- Vargas, M. (2006). *Estudio del uso del lodo residual de la empresa Extralum S.A. como material alternativo en la fabricación de cementos especiales*. Instituto tecnológico de Costa Rica.
- Vieira, S. C., Ramos, A. S., & Vieira, M. T. (2007). Mullitization kinetics from silica- and alumina-rich wastes. *Ceramics International*, 33(1), 59–66. <https://doi.org/10.1016/J.CERAMINT.2005.07.015>
- Wang, H., Zhang, X., Peng, X., Luo, L., & Shen, L. (2021). Comprehensive Recovery of Aluminum and Calcium from Aluminum-Anodizing Sludge by Physicochemical Process. *Journal of Sustainable Metallurgy*, 7(3), 1343–1353. <https://doi.org/10.1007/s40831-021-00426-3>
- Wang, W., Shi, Z., Wang, Z., & Wang, S. (2018). Phase transformation and properties of high-quality mullite ceramics synthesized using desert drift sands as raw materials. *Materials Letters*, 221, 271–274. <https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2018.03.162>
- Xing, W. D., Doo Ahn, B., Man, S., & Lee, S. (2017). Treatment of Black Dross with Water and NaOH Solution. *J. of Korean Inst. of Resources Recycling*, 26(3), 53–60. <https://doi.org/10.7844/kirr.2017.26.3.53>
- Ye, M., Li, G., Liang, J., Liao, X., Ren, J., Fen, X., Qian, W., Li, L., & Sun, S. (2021). A high-efficiency process for the separation of chromium and aluminum from waste aluminum sludge with a high chromium content using a combined oxidation and dispersion process. *Separation and Purification Technology*, 258, 118083. <https://doi.org/10.1016/J.SEPPUR.2020.118083>
- Ying, Y., & Park, D. (2018). *Conversion of aluminium anodizing sludge into aluminium potassium sulphate for use as a coagulant in wastewater treatment* [Tesis Maestría]. University of Nairobi.
- Yusta, I., Castellano Calvo, A., Aranburu, A., & Velasco Roldán, F. (2009). Los depósitos de Mn-Al-Fe de la cueva de Lazalday (Zarate, Alava): composición química y mineralogía. *Geogaceta*, 47(2009), 31–34. www.geogaceta.com

INFORMACIÓN SUPLEMENTARIA

FICHAS TECNICAS DE LOS ENSAYOS DE DISOLUCIÓN

PARTE I
EVALUACIÓN DE LA
RECUPERACIÓN DE ALUMINATO DE
SODIO POR LIXIVIACIÓN CON
HIDRÓXIDO DE SODIO

Ficha Técnica N° 1

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	02 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1		
Porcentaje de sólidos (%)	10		
Masa lodo anódico (g)	20,01		

Tabla LX1. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	66,1 (1/200)	23,14	87,2%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	11,4 (1/100)	1,94	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	26,78	1,46	

Ficha Técnica N° 2

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	02 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1		
Porcentaje de sólidos (%)	20		
Masa lodo anódico (g)	20,03		

Tabla LX2. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	71,8 (1/200)	40,21	85,3%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	12,7 (1/100)	4,06	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	29,45	2,86	

Ficha Técnica N° 3

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	02 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1		
Porcentaje de sólidos (%)	30		
Masa lodo anódico (g)	19,98		

Tabla LX3. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	6,7 (1/200)	0,23	1,3%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	9,8 (1/50)	0,42	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	28,77	17,66	

Ficha Técnica N° 4

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	02 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1,5		
Porcentaje de sólidos (%)	10		
Masa lodo anódico (g)	20,05		

Tabla LX4. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	72.7 (1/200)	33,44	70.6%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	32.4 (1/100)	9,4	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	25.56	4,55	

Ficha Técnica N° 5

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixivante	NaOH
Fecha del ensayo	07 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1.5		
Porcentaje de sólidos (%)	20		
Masa lodo anódico (g)	19,98		

Tabla LX5. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	106,0 (1/200)	31,80	62,9%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	64,2 (1/100)	10,59	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	28,17	8,49	

Ficha Técnica N° 6

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixivante	NaOH
Fecha del ensayo	07 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	1,5		
Porcentaje de sólidos (%)	30		
Masa lodo anódico (g)	20,08		

Tabla L6. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	58,3 (1/100)	0,12	0,6%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	57,2 (1/100)	9,72	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	28,69	9,01	

Ficha Técnica N° 7

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	07 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2,0		
Porcentaje de sólidos (%)	10		
Masa lodo anódico (g)	20,05		

Tabla LX1. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	90,1 (1/200)	132,45	93,7%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	64,8 (1/50)	5,51	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	22,52	3,34	

Ficha Técnica N° 8

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo	07 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2,0		
Porcentaje de sólidos (%)	20		
Masa lodo anódico (g)	20,00		

Tabla LX8. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	55,9 (1/200)	11,18	44,0%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	52,7 (1/50)	4,48	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	27,85	9,72	

Ficha Técnica N° 9

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixivante	NaOH
Fecha del ensayo	09 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2,0		
Porcentaje de sólidos (%)	30		
Masa lodo anódico (g)	19,99		

Tabla LX9. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	40,5 (1/200)	1,01	5,3%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	62,9 (1/50)	2,04	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	28,57	15,97	

Ficha Técnica N° 10

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixivante	NaOH
Fecha del ensayo	09 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)	30		
Tiempo total del ensayo (h)	24		
Agitación (RPM)	600		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2,5		
Porcentaje de sólidos (%)	10		
Masa lodo anódico (g)	20,05		

Tabla LX10. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	77,9 (1/200)	40,51	71,6%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	42,8 (1/100)	11,98	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	29,42	4,06	

Ficha Técnica N° 11

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo		09 marzo 2022	
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)		30	
Tiempo total del ensayo (h)		24	
Agitación (RPM)		600	
Concentración de hidróxido de sodio (M)		2,5	
Porcentaje de sólidos (%)		20	
Masa lodo anódico (g)		19,97	

Tabla LX11. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	20,2 (1/200)	3,2	23,9%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	19,8 (1/50)	2,4	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	25,9	7.9	

Ficha Técnica N° 12

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la lixiviación de los lodos anódicos de la empresa Cedral aluminio con hidróxido de sodio

MUESTRA	Lodo anódico	Agentes lixiviantes	NaOH
Fecha del ensayo		09 marzo 2022	
Condiciones del ensayo			
Temperatura(°C)		30	
Tiempo total del ensayo (h)		24	
Agitación (RPM)		600	
Concentración de hidróxido de sodio (M)		2,5	
Porcentaje de sólidos (%)		30	
Masa lodo anódico (g)		20,01	

Tabla LX12. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Concentración	Al	Al (mg)	% Recuperación
Concentración de Al en la solución Fuerte (ppm)	80,7 (1/200)	12,1	34,5%
Concentración de Al en la solución de lavado (ppm)	40,7 (1/100)	6,7	
Concentración de Al en la torta filtrada (%)	28,8	16,0	

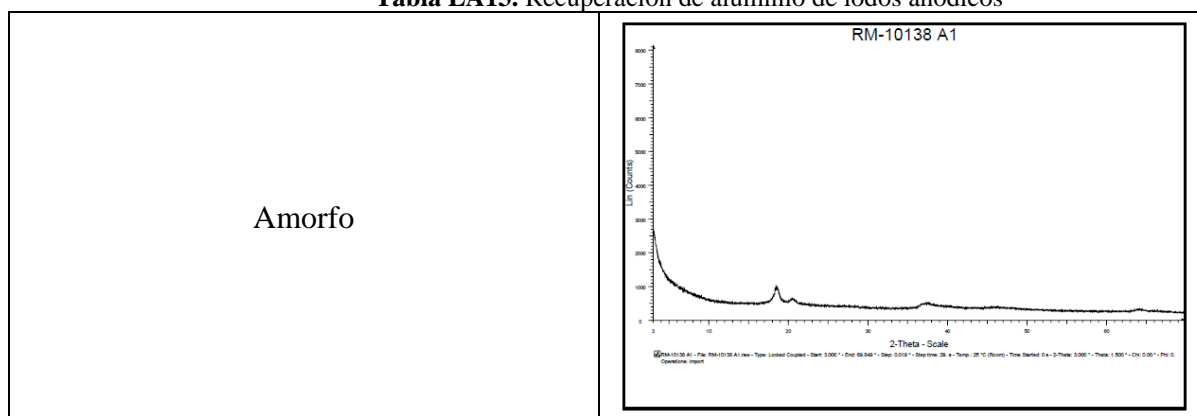
PARTE II
EVALUACIÓN DE LA
TRANSFORMACIÓN TÉRMICA DE
LOS LODOS ANÓDICOS
CALCINADOS A DISTINTAS
TEMPERATURAS Y
GRANULOMETRÍAS

Ficha Técnica N° 13

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	200 °C
Fecha del ensayo	3 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA13. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

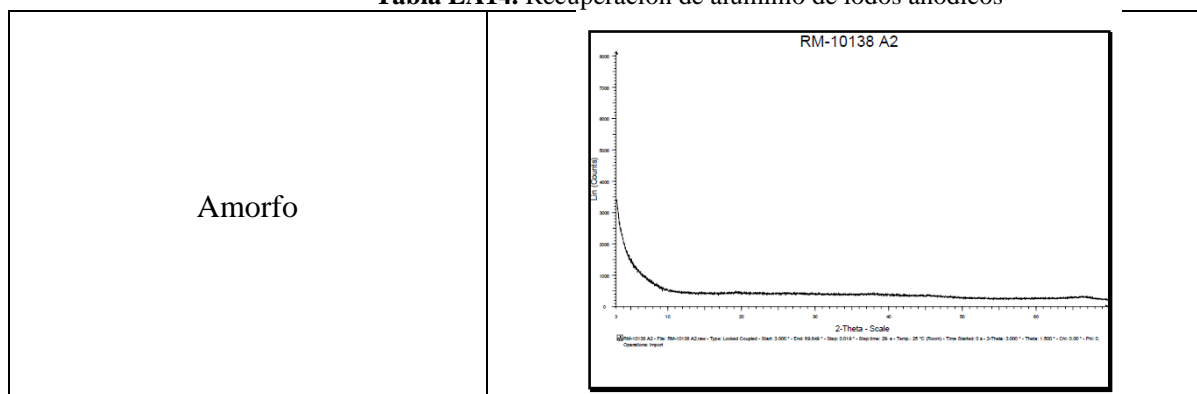


Ficha Técnica N° 14

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	400 °C
Fecha del ensayo	7 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA14. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

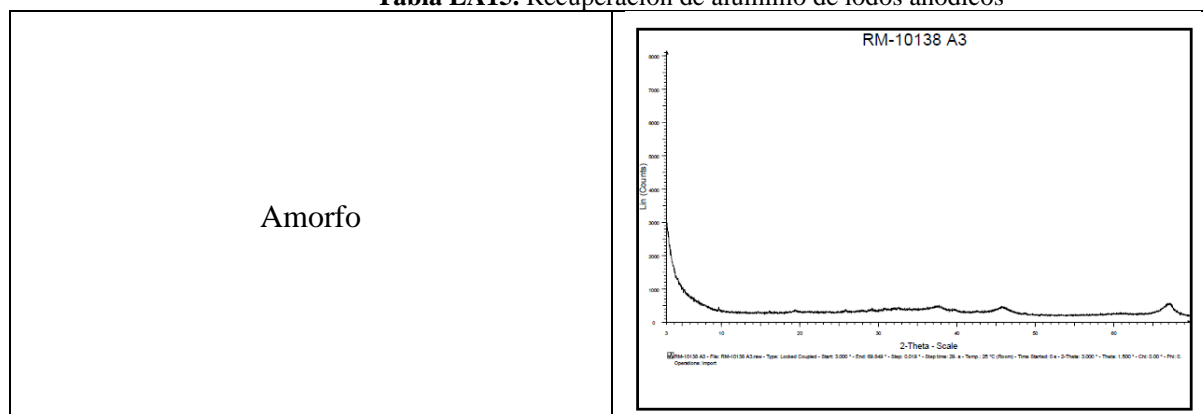


Ficha Técnica N° 15

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	600 °C
Fecha del ensayo	10 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA15. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

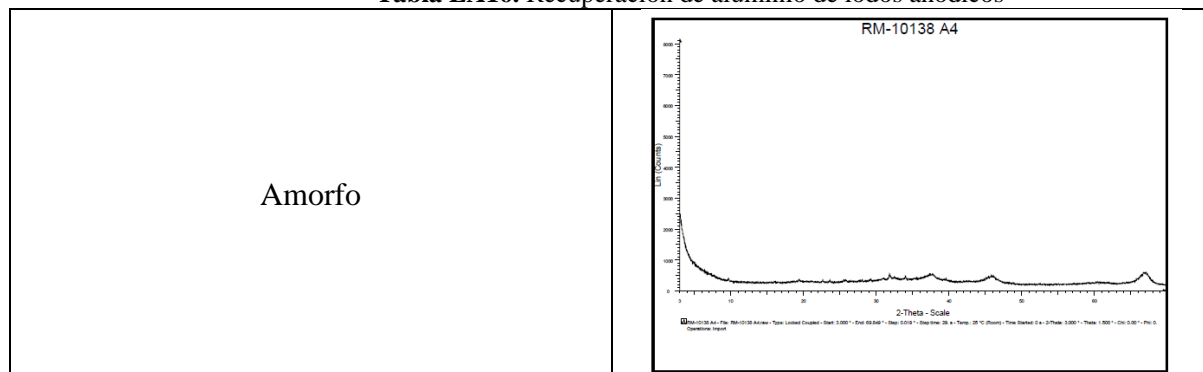


Ficha Técnica N° 16

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	800 °C
Fecha del ensayo	14 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA16. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

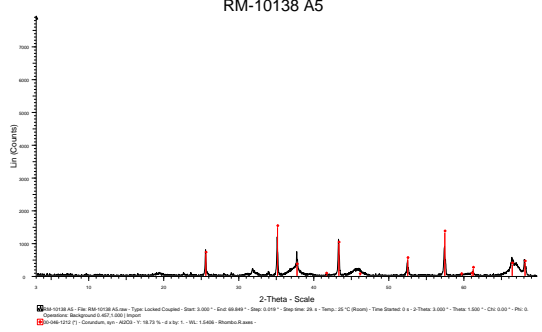


Ficha Técnica N° 17

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	1000 °C
Fecha del ensayo	21 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA13. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

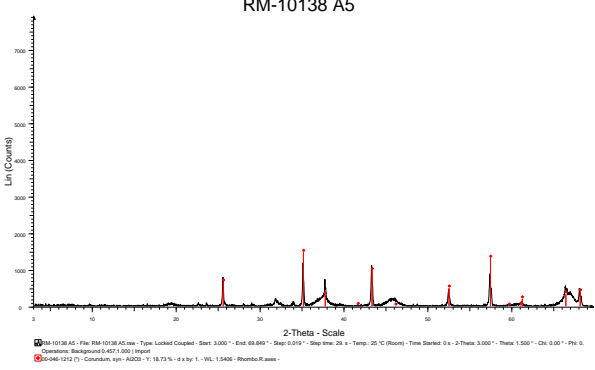
Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	
Corundun	Al ₂ O ₃	
Oxido de sodio y aluminio	Na ₂ Al ₂₂ O ₃₄	

Ficha Técnica N° 18

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	1200 °C
Fecha del ensayo	24 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA18. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	
Corundun	Al ₂ O ₃	
Oxido de sodio y aluminio	Na ₂ Al ₂₂ O ₃₄	

Ficha Técnica N° 19

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	1400 °C
Fecha del ensayo	28 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA19. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	<p style="text-align: center;">RM-10138 A6</p> <p style="text-align: center;">Ln (Counts)</p> <p style="text-align: center;">2-Theta - Scale</p> <p style="font-size: small;">RM-10138 A6 - File: RM-10138 A6.cvw - Type: Locked Coupled - Scan: 3.000° - End: 69.840° - Step: 0.010° - Step time: 20 s - Temp: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 3.000° - Theta: 1.500° - Chi: 0.00° - Phi: 0.00° Corundum: Background: 0.427, 1.000 Impurity: 0.000 Na2Al22O34: Background: 0.427, 1.000 Impurity: 0.000</p>
Corundun	Al ₂ O ₃	
Oxido de sodio y aluminio	Na ₂ Al ₂₂ O ₃₄	

Ficha Técnica N° 20

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-3 +1 mm	Temperatura	1600 °C
Fecha del ensayo	7 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA20. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

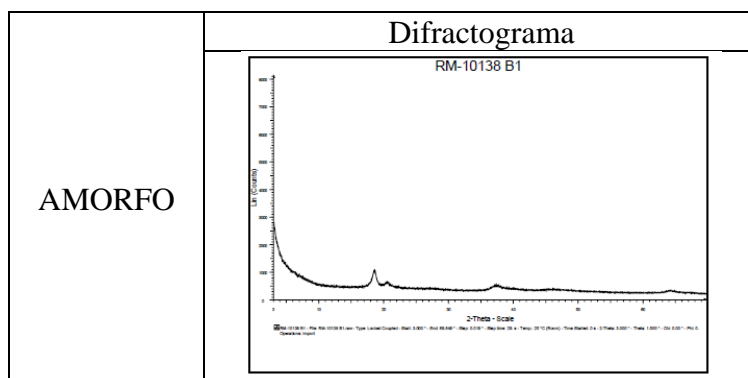
Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	<p style="text-align: center;">RM-10138 A7</p> <p style="text-align: center;">Ln (Counts)</p> <p style="text-align: center;">2-Theta - Scale</p> <p style="font-size: small;">RM-10138 A7 - File: RM-10138 A7.cvw - Type: Locked Coupled - Scan: 3.000° - End: 69.870° - Step: 0.010° - Step time: 20 s - Temp: 25 °C (Room) - Time Started: 0 s - 2-Theta: 3.000° - Theta: 1.500° - Chi: 0.00° - Phi: 0.00° Corundum: Background: 0.427, 1.000 Impurity: 0.000 Na2Al22O34: Background: 0.427, 1.000 Impurity: 0.000</p>
Corundun	Al ₂ O ₃	
Oxido de sodio y aluminio	Na ₂ Al ₂₂ O ₃₄	

Ficha Técnica N° 21

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	200 °C
Fecha del ensayo	3 de febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA21. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

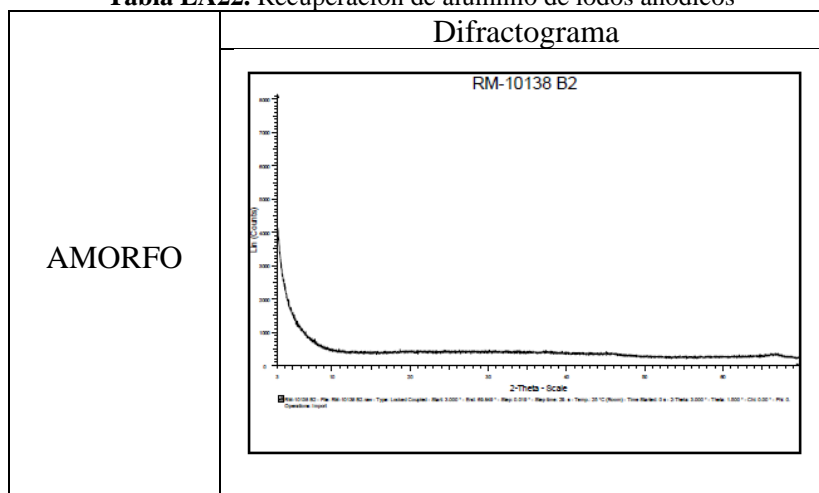


Ficha Técnica N° 22

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	400 °C
Fecha del ensayo	7 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA22. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

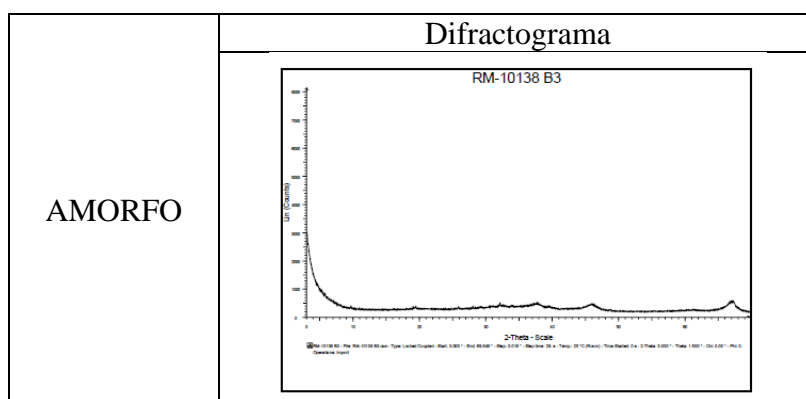


Ficha Técnica N° 23

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	600 °C
Fecha del ensayo	19 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA23. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

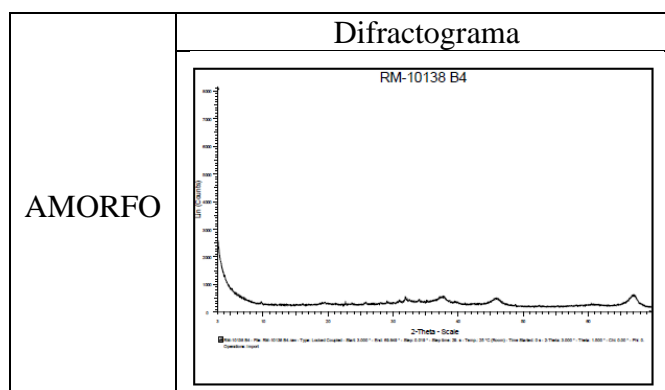


Ficha Técnica N° 24

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	800 °C
Fecha del ensayo	14 de febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA24. Recuperación de aluminio de lodos anódicos



Ficha Técnica N° 25

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	1000 °C
Fecha del ensayo	21 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2.5		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA25. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Cristalino		Difracto grama
Mineral	Formula	
Corundun	Al_2O_3	
Oxido de sodio y aluminio	$\text{Na}_2\text{Al}_{22}\text{O}_{34}$	

Ficha Técnica N° 26

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	1200 °C
Fecha del ensayo	24 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
}	2.5		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA26. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	
Corundun	Al_2O_3	
Oxido de sodio y aluminio	$\text{Na}_2\text{Al}_{22}\text{O}_{34}$	

Ficha Técnica N° 27

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	1400 °C
Fecha del ensayo	28 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA27. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	
Corundun	Al_2O_3	
Oxido de sodio y aluminio	$\text{Na}_2\text{Al}_{22}\text{O}_{34}$	

Ficha Técnica N° 28

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	1600 °C
Fecha del ensayo	7 marzo 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA28. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

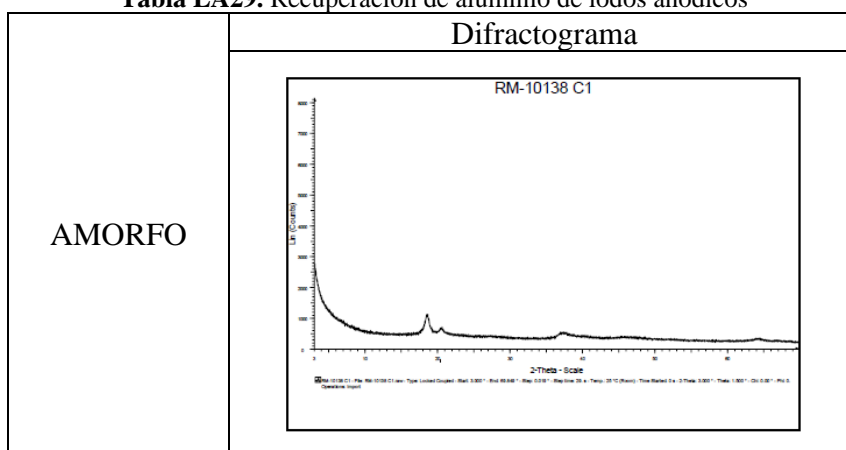
Cristalino		Difractograma
Mineral	Formula	
Corundun	Al_2O_3	
Oxido de sodio y aluminio	$\text{Na}_2\text{Al}_{22}\text{O}_{34}$	

Ficha Técnica N° 29

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	200 °C
Fecha del ensayo	3 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2.5		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA29. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

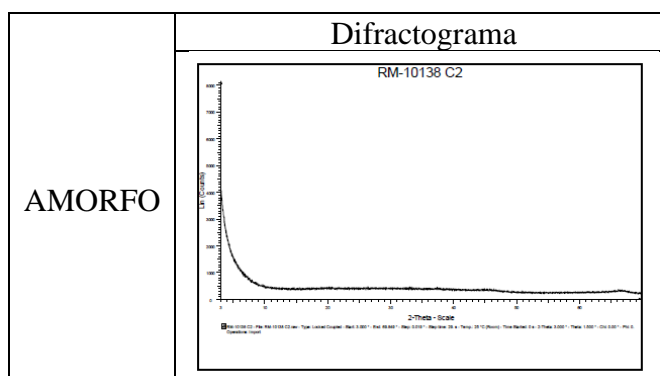


Ficha Técnica N° 30

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	400 °C
Fecha del ensayo	7 de febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

Tabla LA30. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

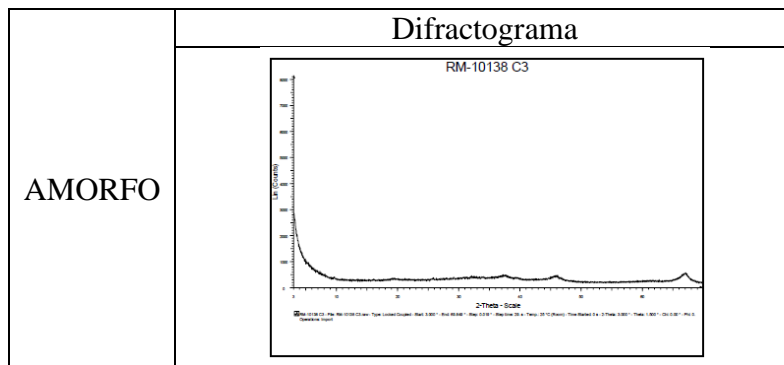


Ficha Técnica N° 31

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	600 °C
Fecha del ensayo	10 febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Masa del lodo anódico	15 g		

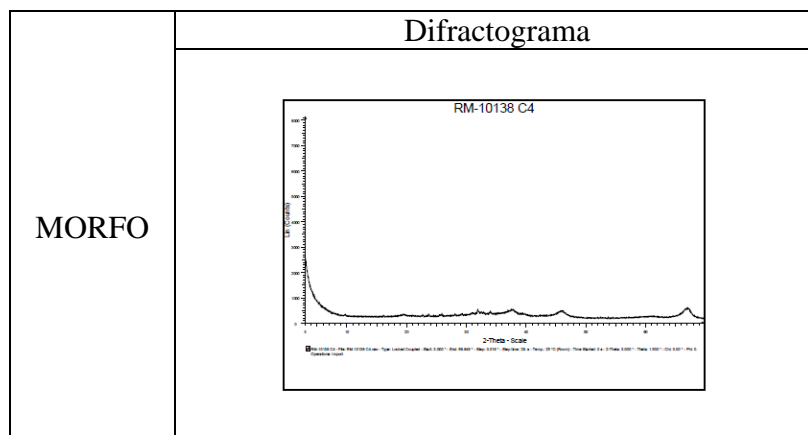
Tabla LA31. Recuperación de aluminio de lodos anódicos



Ficha Técnica N° 32

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	800 °C
Fecha del ensayo	14 de febrero 2022		
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento	10 °C/min		
Tiempo de permanencia	2h		
Granulometría	-3 +1 mm		
Concentración de hidróxido de sodio (M)	2.5		
Masa del lodo anódico	15 g		

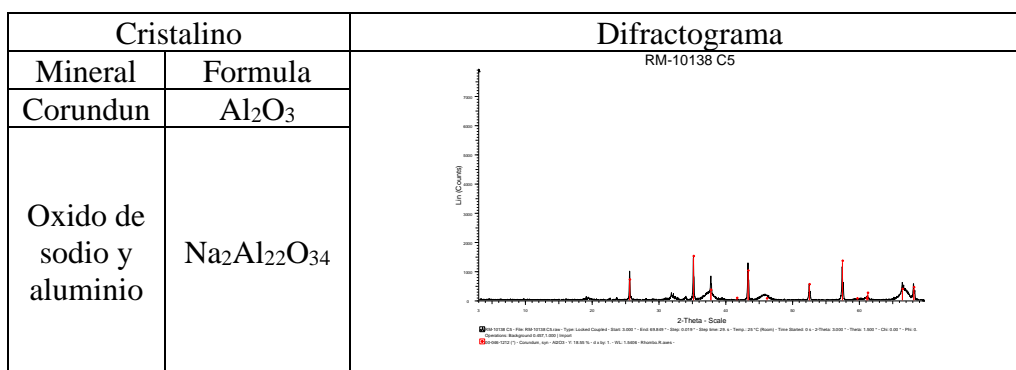


Ficha Técnica N° 33

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	1000 °C
Fecha del ensayo		21 febrero 2022	
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento		10 °C/min	
Tiempo de permanencia		2h	
Granulometría		-3 +1 mm	
Masa del lodo anódico		15 g	

Tabla LA32. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

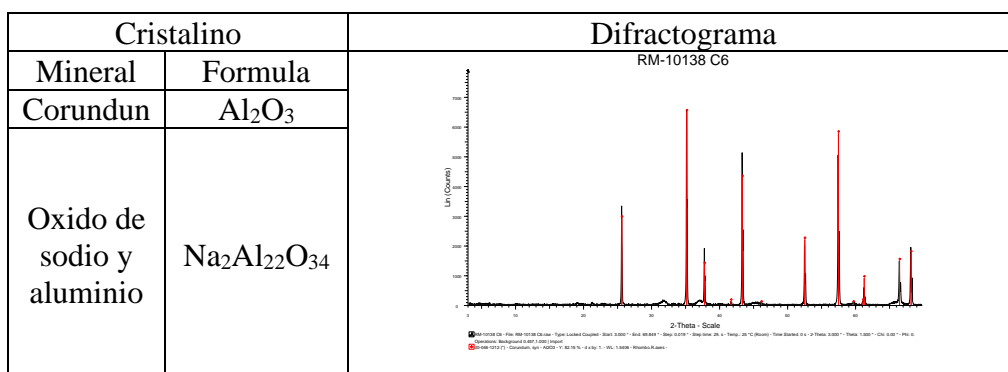


Ficha Técnica N° 33

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-1000 +400 μm	Temperatura	1200 °C
Fecha del ensayo		24 febrero 2022	
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento		10 °C/min	
Tiempo de permanencia		2h	
Granulometría		-3 +1 mm	
Masa del lodo anódico		15 g	

Tabla LA33. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

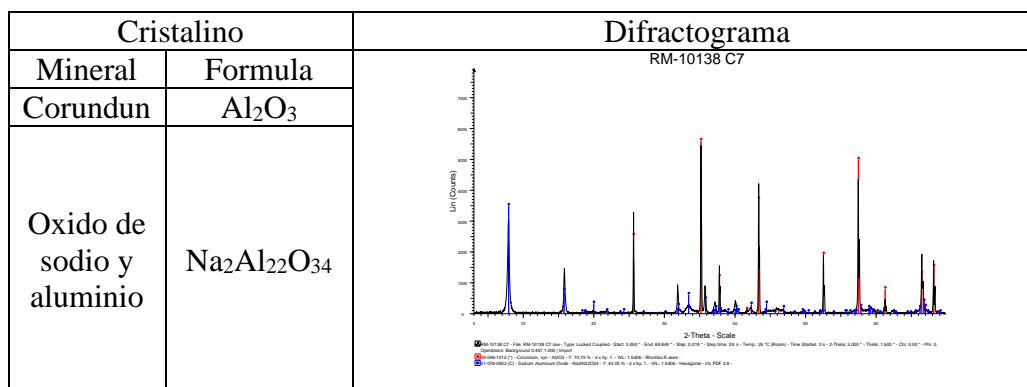


Ficha Técnica N° 34

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	1400 °C
Fecha del ensayo		28 febrero 2022	
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento		10 °C/min	
Tiempo de permanencia		2h	
Granulometría		-3 +1 mm	
Masa del lodo anódico		15 g	

Tabla LA34. Recuperación de aluminio de lodos anódicos

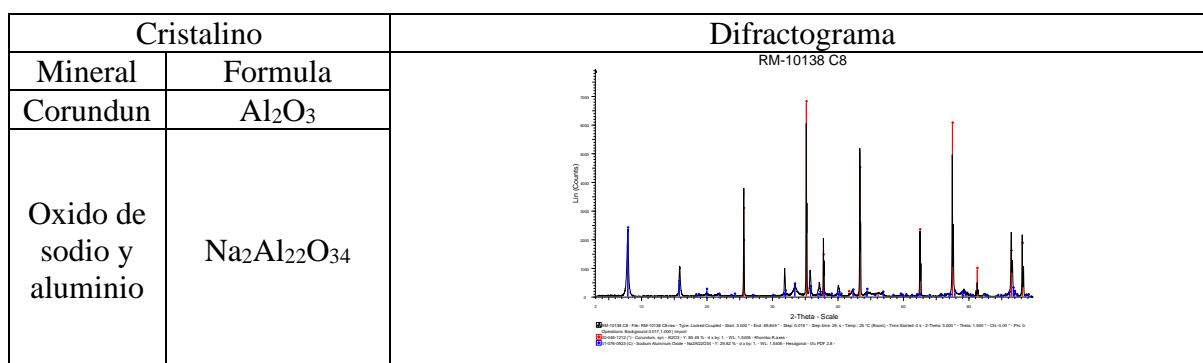


Ficha Técnica N° 35

OBJETIVO: Evaluar la recuperación de aluminio a partir de la calcinación y determinar la transformación térmica de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	1600 °C
Fecha del ensayo		7 marzo 2022	
Condiciones del ensayo			
Velocidad de calentamiento		10 °C/min	
Tiempo de permanencia		2h	
Granulometría		-3 +1 mm	
Masa del lodo anódico		15 g	

Tabla LA35. Recuperación de aluminio de lodos anódicos



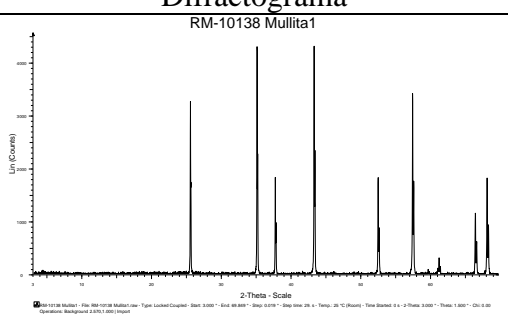
PARTE III
EVALUACIÓN DE LA FORMACIÓN
DE MULLITA

Ficha Técnica N° 36

OBJETIVO: Evaluar la formación de mullita a partir de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	1200 $^{\circ}\text{C}$
Fecha del ensayo		10 mayo 2022	
Condiciones del ensayo			
Relación de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$		1.5	
Velocidad de calentamiento		10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	
Tiempo de permanencia		2h	
Granulometría		-1000 +400 μm	
Masa del lodo anódico		6 g	
Oxido de silicio		4 g	

Tabla LA36. Formación de mullita

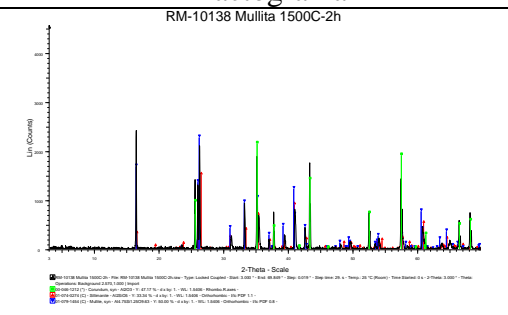
Cristalino		Difractograma
Mineral	%	
Corundun Al_2O_3	99-100	

Ficha Técnica N° 37

OBJETIVO: Evaluar la formación de mullita a partir de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometría	-400 +200 μm	Temperatura	1300 $^{\circ}\text{C}$
Fecha del ensayo		16 mayo 2022	
Condiciones del ensayo			
Relación de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$		1.5	
Velocidad de calentamiento		10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	
Tiempo de permanencia		2h	
Masa del lodo anódico		6 g	
Oxido de silicio		4 g	

Tabla LA37. Formación de mullita

Cristalino		Difractograma
Mineral	%	
Corundun Al_2O_3	99-100	

Ficha Técnica N° 38

OBJETIVO: Evaluar la formación de mullita a partir de los lodos anódicos de la empresa Cedal aluminio

Granulometria	-400 +200 μm	Temperatura	1500 $^{\circ}\text{C}$
Fecha del ensayo	23 mayo 2022		
Condiciones del ensayo			
Relación de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$	1.5		
Velocidad de calentamiento	10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$		
Tiempo de permanencia	2h		
Masa del lodo anódico	6 g		
Oxido de silicio	4 g		

Tabla LA38. Formación de mullita

Cristalino		Difractograma
Mineral	%	
Sillimanita $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$	50	
Corundun Al_2O_3	46	
Oxido de sodio y aluminio $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{O}_4$	4	



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA

MAESTRÍA DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA

ORDEN DE EMPASTADO

De acuerdo con lo estipulado en el Art. 101 del Reglamento de Régimen Académico de la Escuela Politécnica Nacional (EPN), aprobado por el Consejo Politécnico el 19 de octubre del 2017, y una vez comprobado el cumplimiento del formato de presentación establecido para la tesis escrita presentada por el Señor:

ING. FAUSTO MAURICIO ACOSTA FIALLOS

Se emite la presente orden de empastado con fecha: 14 Marzo 2023



Firmado electrónicamente por:
DIANA ENDARA
DRANICHNIKOVA

Dra. Diana Endara Dranichnikova
JEFE DEL DEPARTAMENTO DE
METALURGIA EXTRACTIVA