

# Producción de alúmina a partir de arcillas

JANNETH A. CASTELLANOS \*

Ingeniera Química

VICTOR J. ECHEVERRIA\*

Ingeniero Químico

ARISTOBULO CENTENO H. \*\*

Ingeniero Químico, MSc.

## RESUMEN

Se presenta un método para la obtención de alúmina a partir de arcillas, el cual utiliza ácido clorhídrico como medio lixiviante, lográndose un producto de buena calidad. Es utilizado un diseño factorial de dos niveles para la optimización de la etapa de lixiviación que es la más determinante.

## INTRODUCCION

El proceso tradicional y más desarrollado en el mundo para la producción de alúmina es el Bayer, el cual utiliza exclusivamente la vía húmeda y está basado esencialmente en las diferentes solubilidades de los hidratos de alúmina en las soluciones de soda cáustica (19), (22) partiendo de la bauxita como materia prima. Teniendo en cuenta el inminente agotamiento de los yacimientos de bauxita, la ausencia de estos

\* Trabajo presentado como Tesis de Grado.

\*\* Profesor Asistente Departamento de Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia.

en algunos países y la abundancia de otras materias primas como las arcillas y caolines entre otros, se han desarrollado otras técnicas para la producción de alúmina que sirven de alternativas cuando las necesidades así lo requieran. Esta situación es aplicable al caso colombiano, en el cual se dispone de una apreciable cantidad de reservas de arcillas y caolines extendidas por gran parte del país y las cuales en la mayoría de los casos están inexploradas o subutilizadas.

Es por lo tanto el objetivo fundamental de este trabajo, encontrar desde el punto de vista tecnológico, la viabilidad de producir alúmina a partir de arcillas, que aplicada a la situación colombiana, sería una posibilidad más de desarrollo y de mejor aprovechamiento de los recursos naturales.

Los tratamientos que se encuentran en la literatura utilizados para la producción de alúmina a partir de arcillas y caolines se pueden clasificar en dos grupos: tratamientos alcalinos, y tratamientos ácidos.

Los procedimientos Bayer o Deville no resultan técnica ni económicamente aplicables a las arcillas ya que éstas poseen un alto contenido de sílice y por lo tanto se consumen grandes cantidades de soda y alúmina debido a la formación de silicoaluminato de sodio insoluble. (1), (22). En este caso es indispensable, combinar en el ataque del mineral silíceo, la sílice con un óxido alcalino terroso menos costoso que la soda. Generalmente se escoge la cal, que conduce a uno de los procedimientos "Cal-Soda" y a los procedimientos al "aluminato de Barita" (22),(23).

Otros procesos tales como el sinterizado y la fusión con álcalis y carbonatos al ser aplicados a las arcillas dan origen a una gran cantidad de subproductos de alto contenido de sílice y que carecen de valor comercial (1).

Los tratamientos ácidos que utilizan arcillas y caolines han sido los que más se han acercado al rendimiento Bayer, fundamentalmente por su viabilidad tecnológica y también por constituir una alternativa válida desde el punto de vista de su rentabilidad (1). En general se parte de una arcilla que previamente calcinada se somete a una extracción ácida. La solución que contiene la sal de aluminio se purifica para eliminar principalmente hierro y sílice, y la sal cristalizada se convierte en alúmina por descomposición térmica. (1),(22),(23).

Dentro de los procesos ácidos más prometedores está el procedimiento con ácido sulfúrico en el cual se efectúa la reacción de la arcilla con el ácido para producir sulfato de aluminio con la liberación de  $\text{SiO}_2$  insoluble, y una posterior extracción de la alúmina del sulfato por diversos métodos dentro de los que se destaca el que se basa en la descomposición térmica a  $1100\text{-}1200^\circ\text{C}$  (4),(6),(12),(22),(23),(38),(39),(40).

El otro proceso ácido, y sobre el cual se centra este estudio, es el procedimiento con ácido clorhídrico, en el cual se somete la arcilla previamente calcinada a una lixiviación con ácido clorhídrico. La fase líquida clarificada se somete a una extracción con un solvente orgánico para eliminar el hierro. El líquido purificado es evaporado para incrementar la concentración del  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y este es cristalizado por la adición de  $\text{HCl}$  gaseoso. Los cristales son calcinados a alúmina y el vapor del ácido producido es condensado y reciclado. (16),(17),(23),(41),(45). Las variantes existentes en este proceso se basan en la forma de extracción del hierro. Un método consistente en la extracción por medio de una fase orgánica. (41),(23),(45).

## PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El procedimiento escogido es el que utiliza ácido clorhídrico como medio lixivante, del cual se muestra en la figura 1, un diagrama del proceso, que posteriormente se describirá en detalle.

Aunque el proceso presenta varias etapas, el estudio experimental se hizo sobre la etapa de lixiviación que es la más representativa. Según estudios anteriores (23, (41), (45). La mayoría de las otras variables presentan valores definidos y no vale la pena ser ensayados. En este trabajo estos valores se toman como constantes, facilitando así el procedimiento experimental.

La arcilla proveniente de la mina se pasa por una trituradora de mandíbula y posteriormente se muele en un molino giratorio de bolas, hasta un tamaño de 36 mallas Tyler.

La temperatura de calcinación es una variable muy importante en la etapa de lixiviación y presenta un rango bien definido en donde la extracción de alúmina y de

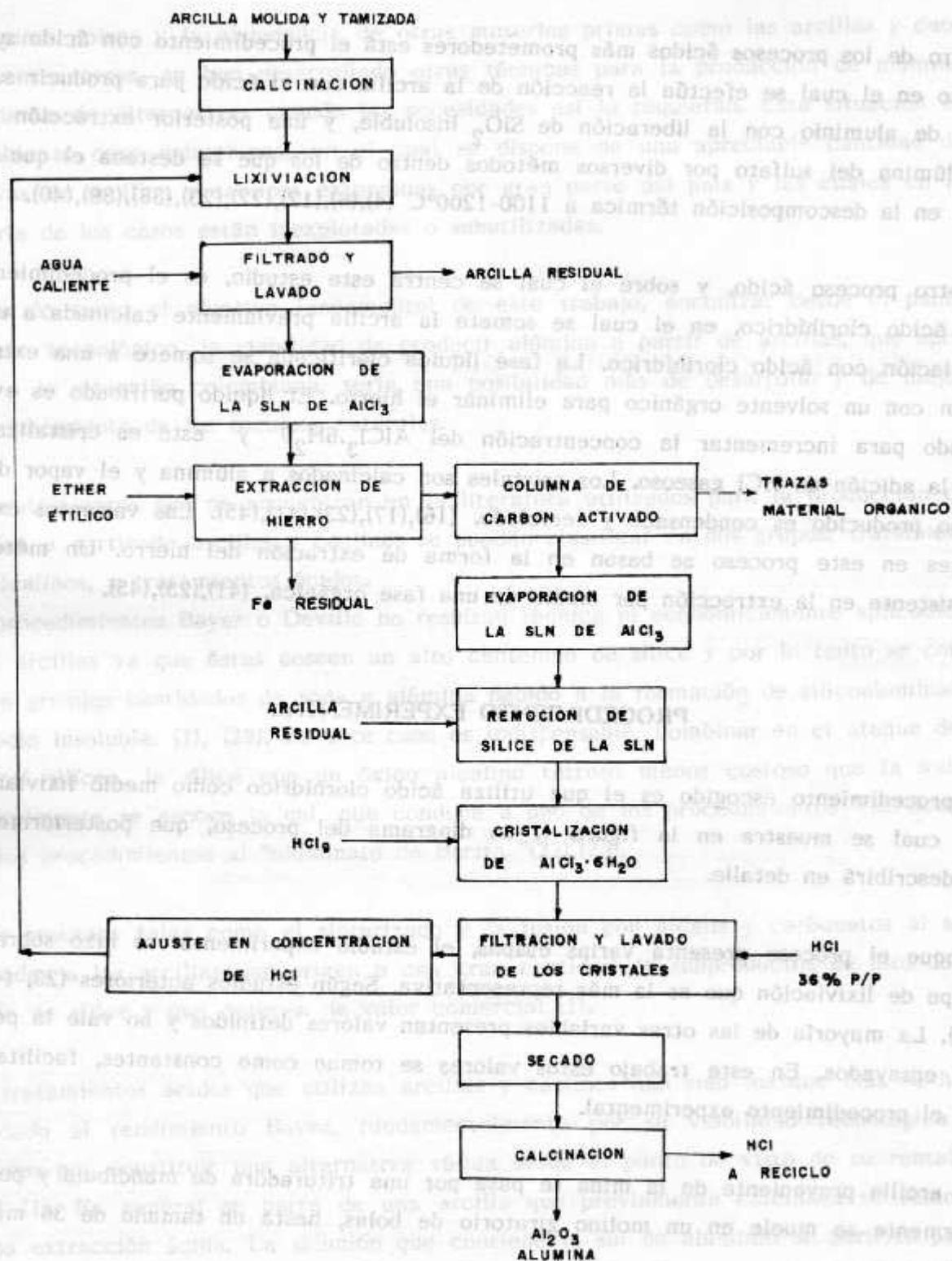


FIGURA 1. DIAGRAMA DE FLUJO DEL PROCESO DE OBTENCION DE ALUMINA A PARTIR DE ARCILLA CON ACIDO CLORHIDRICO.

óxido de hierro presentan su máximo valor (45). Este rango se encuentra comprendido entre 600 y 800° C, el cual se toma como el rango de experimentación. El tiempo de calcinación es de 90 minutos.

Las variables adicionales que se consideran además de la temperatura de calcinación de la arcilla son: La temperatura de lixiviación, la concentración del ácido, la relación ácido arcilla y el tiempo de lixiviación.

Para este trabajo se toman como constantes: la temperatura de lixiviación en un valor de 105 ± 2° c que corresponde a la temperatura de ebullición de la mezcla reaccionante, y el tiempo de reacción en 2 horas.

La concentración de ácido clorhídrico se ensaya en un rango entre 16 y 28% en peso de ácido clorhídrico. Este rango se toma con base en los valores óptimos reportados por varios estudios. (23),(41),(45).

La relación ácido-arcilla se toma entre el valor correspondiente a la relación estequiométrica y el 50 % de ácido en exceso del necesario para extraer tanto el aluminio como el hierro.

La lixiviación se lleva a cabo por cochadas, con agitación continua, en un balón de vidrio provisto de una serie de condensadores abiertos a la atmósfera y enfriados por agua con el fin de condensar los vapores de ácido y agua y producir un reflujo de estos. El calentamiento se lleva a cabo de una manera controlada de tal forma que se mantenga en un estado de ebullición moderada.

La principal reacción en esta etapa es:



La solución resultante es filtrada para remover la sílice residual. El residuo se somete a lavado con agua caliente con el objeto de asegurar la recuperación total del

cloruro de aluminio. Esta filtración se hace al vacío en un embudo con capa filtrante y erlenmeyer de filtración. Posteriormente se somete a una evaporación para eliminar el exceso de agua y ajustar la concentración del cloruro de aluminio a las condiciones requeridas en la etapa siguiente (41), (45).

La remoción del hierro de la solución de cloruro de aluminio se lleva a cabo por medio de una extracción con un solvente orgánico que sea fácilmente recuperable: se utiliza ether-etílico. Las condiciones óptimas para esta operación son : concentración de cloruro de aluminio y de ácido clorhídrico en 345 gr/l y 145 gr/l respectivamente y una relación en volumen solución-solvente 100:100. La mezcla se agita durante 5 minutos en un embudo de separación para que el cloruro férrico disuelto pase a la fase orgánica; luego se deja reposar y se separan las dos fases. La capa orgánica se recupera por simple adición de agua. El ether después de lavado puede ser usado nuevamente.

La solución de cloruro de aluminio se pasa por una columna de carbón activado para remover las trazas de material orgánico.

Para remover la sílice disuelta se utiliza arcilla residual de la etapa de lixiviación como coagulante. Las condiciones óptimas para la remoción son : concentración de la solución de cloruro de aluminio de 430 gr/l, que corresponde al grado de saturación; y una cantidad de coagulante equivalente al 2% en peso con respecto a la solución (45). Para ajustar estas condiciones es necesario someter la solución a una nueva evaporación.

La cristalización se lleva a cabo por esparcimiento de HCl gaseoso a través de la solución saturada de cloruro de aluminio. Este tipo de cristalización es muy selectiva (45). La base de esta separación está en que al disminuir el pH, la solubilidad del cloruro de aluminio disminuye, mientras que la del cloruro férrico se incrementa (45). Según Bakr M.Y., incrementando la concentración de ácido clorhídrico hasta el 40% (480 gr/l), el 98% del  $\text{AlCl}_3$  cristaliza. Los cristales obtenidos presentan una pureza del 98%. Se lleva a cabo en un recipiente de vidrio a presión atmosférica provisto de un esparcidor de ácido clorhídrico y de un sistema de enfriamiento con agua para mantener la temperatura alrededor de los 50 °C, ya que los calores de

disolución del ácido y el de hidratación son altos. Este proceso se realiza con agitación lenta y en un tiempo aproximado de 3 horas.

El ácido clorhídrico usado en la etapa anterior fué producido por reacción entre el ácido sulfúrico y el cloruro de sodio.

Los cristales del cloruro de aluminio Hexahidratado se separan del líquido madre por filtración al vacío y se lavan con HCl al 36% para remover las impurezas adheridas, por lo que se debe usar un ácido de alta pureza. El filtrado se ajusta a la concentración requerida para ser usado en la etapa de lixiviación.

Posteriormente estos cristales se someten a secado en una estufa a 95 ° C por un tiempo de 6 horas, con el fin de eliminar el agua y el ácido residuales.

La etapa final del proceso es la calcinación de los cristales del cloruro hexahidratado, la cual se hace en una mufla para producir la alúmina con el desprendimiento de vapores de HCl de acuerdo a la siguiente reacción (11), (23), (41).



La temperatura de calcinación se escoge dependiendo de la clase de alúmina que se desea obtener. En este trabajo se calcina a 700 ° C por un tiempo de 2 horas para producir alúmina gamma (11). La alúmina producida se somete a ebullición con ácido clorhídrico al 0.25 % en peso durante 30 minutos para aumentar su pureza. Posteriormente se separa por filtración y se lava con agua caliente.

Esta alúmina se puede convertir a alúmina alfa por una calcinación posterior a 1200 ° C durante 30 minutos.

## RESULTADOS Y DISCUSION

Como se dijo antes las variables a experimentar son la temperatura de calcinación de la arcilla, la concentración del ácido y la relación ácido-arcilla, las cuales fueron seleccionadas de estudios anteriores.

La selección de la arcilla a utilizar se hizo teniendo en cuenta las posibilidades de explotación del Departamento de Santander, y su análisis químico se reporta en la Tabla 1. Se escogió la de las minas de Barro Blanco del municipio de Oiba, por su mayor contenido de  $Al_2O_3$ .

TABLA 1. Análisis Químico de las Arcillas.

Muestra	% $SiO_2$	% $Al_2O_3$	% $Fe_2O_3$	% Humedad	% Perdida por calcinación
Arcilla blanca de Piedecuesta	77.06	16.59	0.8	1.36	4.03
Arcilla blanca de Oiba	60.80	28.04	1.04	2.95	6.45
Arcilla Roja de Piedecuesta	58.56	20.04	8.8	4.33	6.71

Se hicieron pruebas preliminares para determinar el rango de temperatura de calcinación y delimitar la relación ácido-arcilla. El rango de concentración se toma con base a los datos reportados por la literatura. Los resultados de las pruebas preliminares se muestran en la Tabla 2.

TABLA 2. Resultado de la Pruebas preliminares.

No. de Co-Corrída	Temperatura de calcinación de la Arcilla (°C)	Concentración de HCl en la Sln lixivante (%p/p)	Relación ácido-arcilla en Sln lixivante	% Extracción de alúmina.
1	500	28	1.5	60.65
2	600	28	1.5	72.44
3	700	28	1.5	75.31
4	800	28	1.5	74.12
5	600	28	2.0	73.85
6	800	28	2.0	76.23

Las cuatro primeras corridas se realizan a una misma concentración de ácido y la misma relación ácido-arcilla, variando la temperatura de calcinación. Como se puede observar, se encuentra un máximo en extracción de alúmina en el rango entre 600 y 800 ° C, por lo tanto se escoge este para la experimentación.

Se puede también observar al comparar las corridas 2 y 5, 4 y 6, que existe un aumento en la extracción cuando se aumenta la relación ácido-arcilla.

Teniendo en cuenta las pruebas preliminares, y los valores reportados en la literatura, se fijan los niveles de cada variable que serán usados en el diseño factorial, así:

Temperatura de calcinación	600 - 800 ° C
Relación Acido-Arcilla	1.0 - 1.5
Concentración de HCl	16 % - 28 % en peso.

La determinación del porcentaje de extracción de alúmina de la arcilla se hizo por absorción atómica, para el aluminio.

### Diseño Factorial

Se preparó un diseño factorial a dos niveles, y el resultado de las pruebas experimentales que se acogen a él, se reportan en la Tabla 3.

La expresión desarrollada de acuerdo a un modelo propuesto de segundo orden y tres variables que representa la superficie de repuesta, es como sigue :

$$Y = b_0 + b_1T + b_2C + b_3R + b_{11}T^2 + b_{22}C^2 + b_{33}R^2 + b_{12}TC + b_{13}TR + b_{23}CR$$

donde,

T, representa la temperatura de calcinación de la arcilla (oC).

C, representa la concentración de ácido clorhídrico (%p/p).

R, representa la relación ácido-arcilla.

Y, representa el porcentaje de alúmina extraída.

Las corridas identificadas como Cp en la tabla corresponden al punto central del di-

seño.

TABLA 3. Pruebas para el diseño factorial a dos niveles.

No. de Co-Corrida	Temperatura de calcinación de la Arcilla	Concentración de HCl en la Sin lixivante	Relación ácido arcilla en la Sin lixivante	% Extracción de alúmina
Cp	700	22	1.25	75.81
1	600	16	1.0	68.23
2	800	16	1.0	69.49
3	600	28	1.0	69.91
4	800	28	1.0	71.60
Cp	700	22	1.25	76.65
5	600	16	1.5	73.28
6	800	16	1.5	73.70
7	600	28	1.5	74.12
8	800	28	1.5	74.97
Cp	700	22	1.25	74.55

Para evaluar los coeficientes de esta ecuación se realizaron corridas adicionales que junto con el diseño factorial ya realizado (Tabla 3), completan el diseño compuesto central. Los resultados de estas corridas se muestran en la Tabla 4.

TABLA 4. Corridas adicionales del diseño compuesto central.

No. de Co-Corrida	Temperatura de calcinación de la Arcilla (oC)	Concentración de HCl en la Sin lixivante (%p/p)	Relación ácido-arcilla en la Sin lixivante	% Extracción de alúmina
10	578.5	22	1.25	72.86
11	821.5	22	1.25	74.12
12	700	14.71	1.25	69.07
13	700	29.29	1.25	72.44
14	700	22	0.94625	71.18
15	700	22	1.57375	76.65

Con los datos experimentales y el correspondiente desarrollo del modelo matemático

co propuesto, se obtiene la siguiente ecuación:

$$Y = -7.643 + 0.7058T + 3.06489C + 24.39288R - 4.4959 \times 10^{-5}T^2 - 0.06392C^2 - 2.59024R^2 + 2.6666 \times 10^{-4}TC - 6.3 \times 10^{-3}TR - 0.245CR$$

La ecuación anterior representa el modelo matemático ajustado que expresa el porcentaje de alúmina extraída, a diferentes valores de temperatura de calcinación, concentración de ácido y relación ácido-arcilla; para los rangos preestablecidos en el diseño experimental propuesto.

Al optimizar la ecuación correspondiente al modelo matemático ajustado, buscando los valores que den la máxima eficiencia en la extracción de alúmina, se encuentran los siguientes valores:

- T = 631.31 °C
- C = 19.51 % en peso
- R = 3.018

Al reemplazar estos valores en la ecuación se encuentra un porcentaje de extracción de alúmina de 81.34%, pero este punto no es válido ya que el valor correspondiente a la variable ácido-arcilla se encuentra fuera del rango para el cual es válida la ecuación deducida. Esto indica que la variable en cuestión, no presenta un valor óptimo en esta zona, por lo cual se toma como constante y se hace la optimización de las otras dos variables.

Relación Acido-Arcilla	Temperatura óptima (oC)	Concentración óptima (%p/p)	% Extracción de alúmina
1	785.15	23.70	72.80
1.25	766.09	23.18	74.79
1.5	747.04	22.66	76.51

Según estos resultados se observa que tanto la temperatura como la concentración de ácido presentan máximos relativos dentro de los rangos de experimentación, lo que

no ocurre con la variable relación ácido-arcilla.

Las figuras 2, 3 y 4 muestran el comportamiento del sistema en cuanto a porcentaje de extracción de alúmina, en función de cada una de las variables estudiadas.

### **Efecto de la Temperatura**

En la figura 2 se ve el efecto de la temperatura sobre el porcentaje de extracción de alúmina a diferentes relaciones ácido-arcilla, para una concentración de ácido clorhídrico de 22.5 % p/p. Se puede concluir que :

- El porcentaje de extracción de alúmina presenta un máximo en el rango en consideración, para el cual la temperatura se encuentra alrededor de los 750 °C.
- Se observa además un ligero incremento de la temperatura correspondiente al óptimo, cuando la relación ácido-arcilla disminuye.

### **Efecto de la concentración de ácido clorhídrico**

La figura 3 muestra la variación en el porcentaje de extracción de alúmina con el cambio en la concentración de ácido-clorhídrico a diferentes relaciones de ácido-arcilla y a una temperatura de 750°C. Se observa que el porcentaje de extracción aumenta a medida que aumenta la concentración de ácido hasta alcanzar un valor máximo, que para varias relaciones ácido-arcilla, queda alrededor del 23% en peso de ácido. Este valor se toma como óptimo.

### **Efecto de la relación ácido-arcilla.**

La relación ácido-arcilla es la variable que más afecta la extracción de alúmina. La figura 4 representa la variación del porcentaje de extracción de alúmina a 750°C y a una concentración de 22.5% en peso de ácido clorhídrico.

El porcentaje de extracción de alúmina aumenta progresivamente con la relación ácido-arcilla, este efecto también se puede observar en las Figuras 2 y 3. Se puede

decir que esta variable no presenta un óptimo específico dentro del rango de experimentación ; es decir siempre se obtiene una mayor extracción cuando se trabaja a valores mayores de esta variable.

Se puede concluir en términos generales que la máxima extracción de alúmina se obtiene bajo las siguientes condiciones:

T = 750° C

C = 23 % en peso

R = 1.5

con estos valores se obtiene una extracción de alúmina de 76.5% (al ser reemplazados en la ecuación general), pero es conveniente sacrificar un poco este porcentaje de extracción, disminuyendo un poco la relación ácido-arcilla, debido a la dificultad que se presenta en recuperar el ácido en exceso desde el punto de vista operacional. Esto trae como consecuencia, elevados costos del producto por altas pérdidas de ácido y problemas de contaminación ambiental.

### Caracterización del producto.

Los análisis químicos se efectuaron por absorción atómica y análisis gravimétricos. Los resultados se reportan en la Tabla 5.

TABLA 5. Resultados de análisis químicos al Producto Obtenido.

	% humedad	%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%Na <sub>2</sub> O	%Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% K <sub>2</sub> O	%MgO	%SiO <sub>2</sub>
Base húmeda	3.457	94.107	1.053	0.094	0.1	0.0217	0.194
Base Seca	-	97.48	1.09	0.0968	.103	.02247	0.2

Los dos tipos de alúmina obtenidos por calcinación a 700° C y 1200° C se expusieron a la difracción de rayos X, y se les efectuó el análisis de bandas típico para

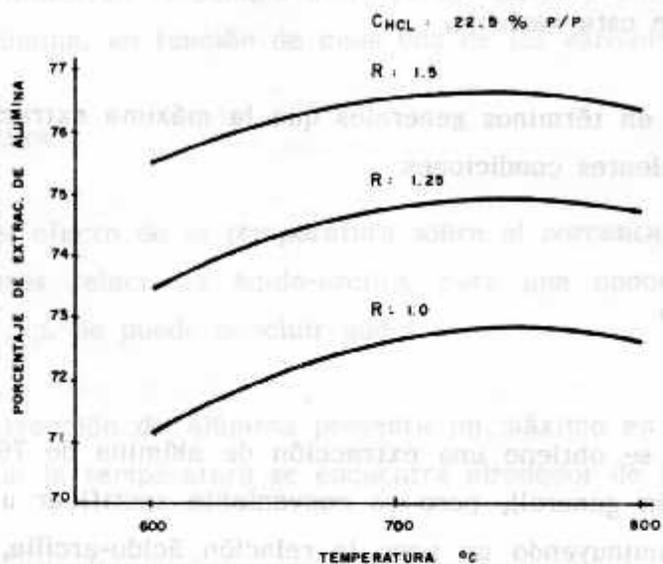


FIGURA 2 PORCENTAJE DE EXTRACCION DE ALUMINA VS. TEMPERATURA

DE CALCINACION DE LA ARCILLA.

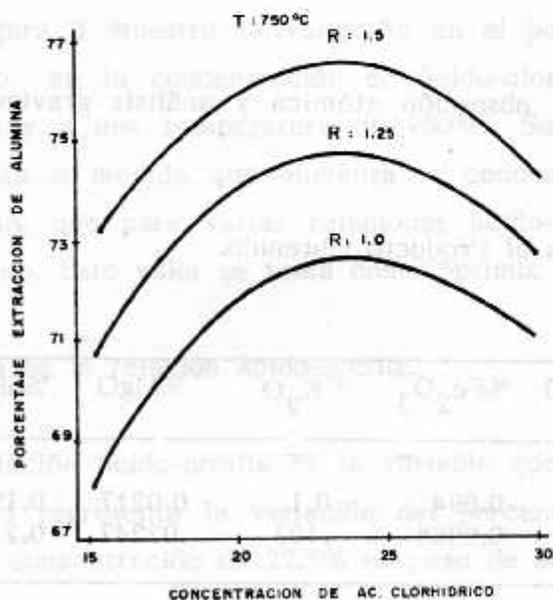


FIGURA 3 PORCENTAJE DE EXTRACCION DE ALUMINA VS.

CONCENTRACION DE ACIDO CLORHIDRICO

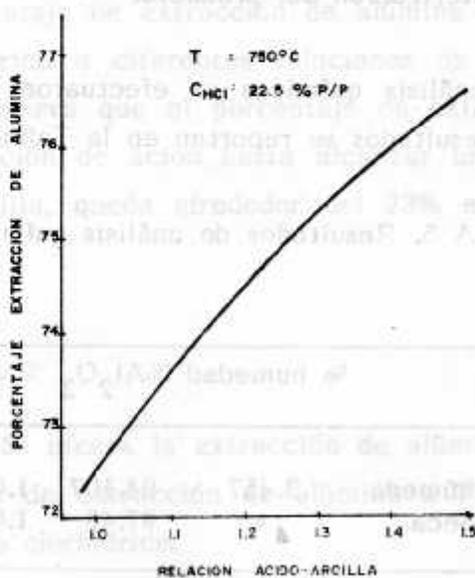


FIGURA 4 PORCENTAJE DE EXTRACCION DE

ALUMINA VS. RELACION ACIDO - ARCILLA

Los resultados del análisis de bandas fueron comparados con los datos reportados en el Power Diffraction File (37) y los patrones de difracción de rayos X para varios tipos de alúminas, se concluye que la alúmina obtenida por calcinación del  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  a  $700^\circ\text{C}$  corresponde a una alúmina "gamma" y la obtenida por calcinación a  $1200^\circ\text{C}$  corresponde a una alúmina "alfa".

La medición del área superficial se llevó a cabo en un equipo BET de la Universidad Nacional de Colombia (Bogotá), y los resultados fueron:

$$\text{Producto calcinado a } 700^\circ\text{C} = 140 \text{ m}^2\text{gr.}$$

$$\text{Producto calcinado a } 1200^\circ\text{C} = 12 \text{ m}^2\text{gr}$$

Como se puede observar, la alúmina "gamma" obtenida por la calcinación a  $700^\circ\text{C}$  presenta un área relativamente baja comparada con los valores que normalmente se encuentran en este tipo de alúminas comerciales; sin embargo el valor del área en nuestro caso puede aumentarse considerablemente optimizando los valores de la temperatura y el tiempo de calcinación entre otros.

El valor del área de la muestra calcinada a  $1200^\circ\text{C}$ . También como en el caso anterior, se puede cambiar un poco optimizando el tiempo y temperatura de calcinación.

### CONCLUSIONES

Las conclusiones del presente estudio, se enumeran a continuación:

- El proceso seleccionado (Lixiviación con ácido clorhídrico) presenta viabilidad tecnológica, y se obtiene un producto de buena calidad, comparable con los productos existentes en el mercado (21) como se muestra en la Tabla 6.

Aunque los valores del área superficial y contenido de sílice están un poco desviados, se puede decir que estos se pueden mejorar considerablemente efectuando una optimización de las variables temperatura y tiempo de calcinación para el caso del área, y realizando un tratamiento más riguroso en

**TABLA 6.- Resumen comparativo de propiedades de alúminas**

Propiedad	Alúmina F-1	Alúmina Gr-A	Alúmina Prod.
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % peso	92 min	95 min	94.1
Na <sub>2</sub> O % peso	0.9 máx	0.6 max	1.05
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> % peso	0.08 max	-	0.094
Sílice % peso	0.09 max	0.03 max	0.194
Area Sup. m <sup>2</sup> gr	210 min	210 min	140

la etapa de remoción de sílice.

- Es posible la producción de alúmina a partir de arcillas que se encuentran en el territorio colombiano, dando así una posibilidad de desarrollo de las regiones, mejor utilización de los recursos, fuentes de empleo, así como también la sustitución de importaciones. Se requieren sin embargo estudios de factibilidad a nivel industrial y de optimización de la calidad del producto final.
- El modelo matemático ajustado que representa el comportamiento de la extracción de alúmina en función de las variables: Temperatura de calcinación, concentración de ácido y relación ácido-arcilla, tiene un rango de validez aceptable entre los siguientes valores:

Temp. de calcinación de la arcilla	600 - 800°C
Concentración de HCl % en peso	16 - 28 %
Relación ácido-arcilla	1 - 1.5

- De las variables experimentadas en la etapa de lixiviación, el conjunto de estas que da los mejores resultados en cuanto a porcentaje de extracción de alúmina es:

Temperatura de calcinación de la arcilla	750 °C
--	--------

Concentración de ácido 23 % en peso

Relación ácido-arcilla 1.5

Esto da un porcentaje de extracción de 76.5%

Los valores reportados para la temperatura de calcinación y para la concentración de ácido, corresponden a máximos relativos, mientras que la relación ácido-arcilla no presenta un máximo dentro de la región de experimentación ya que la extracción de alúmina siempre se favorece cuando aumenta esta variable. A pesar de esto se recomienda trabajar con relaciones ácido-arcilla moderadas, por la dificultad de recuperación del ácido agregado en exceso.

#### ABSTRACT

A method for obtaining alumina from clay was developed. This method uses chlorhidric acid as a leaching agent. A factorial method with two levels was used for optimizing the most important stage.

#### BIBLIOGRAFIA

1. AGLETTI, F. Esteban; PEREIRA, Enrique. Extracción de aluminio de arcillas por vía hidrotérmica. Revista Latinoamericana de Ingeniería Química y Química Aplicada. 12(3):1982.
2. ALTABA, Funt M. Atlas de Mineralogía, 5a. ed., No. 1, Serie A, Ediciones Javier S.A. Barcelona, 1967.
3. -----, Aluminum News. Notas técnicas, aluminum Limited Sale; Junio, No. 148-172, Buenos Aires, Nueva York.
4. ALVAREZ, R. Hugo; BERRIO A., ALvaro; MEZA, Adela. Algunos ensayos para la obtención de sulfat de aluminio a partir de caolín, Tesis UIS; Bucaramanga, 1963.
5. ARTHUR, Rose E. Diccionario de Química de productos químicos. Ediciones Omega S.A., Barcelona, España, 1959.
6. BOTERO O., Maricela; MATTOS M., Myriam María. Estudio de factibilidad de producción de sulfato de aluminio, Tesis UIS. Bucaramanga, 1979.
7. BLUCHR, H. Enciclopedia de Química Industrial. Editorial Tecnos, S.A., Madrid, España, 1958.

8. BOX, George. Statics for experiments. John Wiley and sons, Nueva York, 1978.
9. CALVET, Enrique. Química General Aplicada a la Industria con prácticas de laboratorio. Tomo III, 2a. ed. Salvat Editores S.A., Barcelona, 1944.
10. CAMACHO, M. José Uriel.; CAMARGO A. Elizabeth. Estudio de mezclas de arcillas del Norte de Santander para fabricar materiales de construcción, UIS. Bucaramanga, 1986.
11. CRANE S.R., George; D.R. HIGBIE, K.B. Recovery and production of alumina from waste solutions by solvent extraction, Journal of Metals, septiembre, 1968.
12. -----, Chemical Engineering. Big crystals open way to aluminium from Clay, Mayo 1, de 1961.
13. -----, Chemical Engineering, Flyash from coalburning: Tomorrow's source of metals, abril 5, 1982.
14. -----, Chemical Engineering, Recovery of alumina from coal, agosto 20, 1984.
15. -----, Chemical Engineering, alcoa alumina Chloride process is being advanced, septiembre 3, 1984.
16. -----, Chemical Engineering, Hichlor process recovers alumina from flyash vía carbochlorination; octubre 17, 1983.
17. -----, Chemical Engineering, New Process: aluminum from clay, diciembre 12, 1983.
18. -----, Chemical & Metallurgical engineering, alumina from coal ashes, junio, 1946.
19. -----, CHOPEY, N.P. Arnold, T.H. I New ideas refresh alumina process Chemical Engineering, noviembre 28, 1960.
20. DAVIES, Owen L. The desing analysis of industrial experiments, Oliver and Boyd, London, 1963.
21. -----, ECOPETROL. Especificaciones de calidad de los productos químicos de clase 83.
22. -----, Enciclopedia del aluminio, Ediciones Urmo, bilbao, Vol. 1, 1967.
23. HIGBIE, B., KIRBY, R.C.; PETERS, F.A. Methods for production alumina from Clay. Journal of Metals, 19(10), 1967.
24. HISLCH, H.P. Alcoa laboratories, Alcoa Center, Extracting alumina fro anthracite Coal Waste, Chemical Engineering Progress, 77(9), 1981.
25. -----, International Critical tables of numerical data, physics, chemistry and

- technology; New York, Mc Graw-Hill, 1926.
26. KERN, Donald Q. Process heat transfer. Mc Graw-Hill Book Company, Nueva York, Toronto, Londres, 1950.
  27. KOLB Karl. Scientific supplies Catalogue 83, 6a. ed. Editado en West Germany.
  28. Mc CABE, Warren L. SMITH, Julian C. Operaciones básicas de Ingeniería Química. Editorial Reverté, s.a. Barcelona, España, 1981.
  29. MURPHY, T. Design and analysis of industrial experiments, Chemical Engineering 84(12), 1977.
  30. MUTIS, J. Vicente. Catálogo de los yacimientos, prospectos y manifestaciones minerales de Colombia. Publicaciones geológicas especiales de Ingeominas. No. 13, Bogotá, 1983.
  31. NUÑEZ, Alberto. Recursos minerales de Colombia. Especial de Ingeominas publicación geológica, No. 1, Bogotá 1978.
  32. OTAMER, Kirk. encyclopedia of Chemical Technology. 2a. ed. Vol. 2, Editorial Board, Nueva York, Londres, 1963.
  33. PARKER, A. Norman. Mixing Chemical Engineering. Junio 6, 1964.
  34. PEDRAZA ROSAS, Juan Francisco. Análisis de mineral de hierro y arcillas, prácticas de laboratorio de análisis cualitativo.
  35. PETERS, S. Max., TIMMERHUS D. Klaus. Plant Design and Economics for Chemical Engineers, a. ed. Mc Graw-Hill book Company, Nueva York 1980.
  36. FERRY, H. Robert., CHILTON, H. Cecil. Manual del Ingeniero Químico. 2a. ed. en español, Mc Graw-Hill. Tomo I y II, Bogotá, Colombia, 1982.
  37. -----, Power Diffraction File; Search Manual Hanowalt Method Inorganic, Published by the J.C.P.D.S., International Centre for Diffraction Data, 1979.
  38. SAEMAN, W.C. Alumina from Crystallized Aluminum Sulfate. Journal of Metals, 18(7), 1966.
  39. SCOTT, T.R. Acid Processes for alumina Extraction. The Australasian Institute of Mining and Metallurgy proceedings. No.209, marzo 1964.
  40. -----, Alumina by acid extraction. Journal of metals. Vol. 14, 1962.
  41. SHANKS, D.E., EISELE, J.A., BAUER, D.J. Bench scale studies to recover alumina from clay by hydrochloric acid process. 22(1), marzo 1983.
  42. SMITH, J.M., VAN NESS, H.C. Introducción a la termodinámica en Ingeniería Química, 3a. ed. Mc Graw-Hill Book Co. USA, México, 1981.

43. STUMPI, H.C., KUSELL, A.S., NEWSOME, J.W. TUCKER C.M. Thermal Transformation of aluminos and alumina hidrates, Industrial and engineering, 42(7), 1950.
44. TREYBAL, Robert E. Operaciones de transferencia de masa. 2a. ed. Mc Graw-Hill, México, 1981.
45. WAHAB, Z. EL ABD, BAKR, M.Y. Extraction of alumina from Egyptian Kaolins & Clays alumina Extraction by Hydrochloric acid method. Indian Journal of Tecnology, 7(12); 1969.
46. NAVARRO, U., BALDRICH, C. y OVIEDO, A. Un aparato sencillo, de alta precisión para la determinación de áreas específicas y del tamaño de poro de sólidos. Revista Colombiana de Química. Vol. 13, No. 1 (1984).
37. PEDRAZA ROSA, Juan Francisco. Análisis de minerales en el laboratorio y en el campo. Editorial de la Universidad de los Andes, Bogotá, 1978.
38. FERRY, H. Robert, CHITTON, H. Coal. Manual del Ingeniero Químico. 2a. ed. en español, Mc Graw-Hill Tomo I y II Bogotá, Colombia, 1982.
39. SCOTT, T.R. Acid Processors for bauxite extraction. The Australasian Institute of Mining and Metallurgy procedure. No. 208 marzo 1984.
40. Aluminas by acid extraction. Journal of Metals, Vol. 14, 1982.
41. SHANKS, D.E. EISELE, J.A. BAUER, J.T. Batch scale studies to recover alumina from clay by hydrochloric acid process. 28(1) marzo 1983.
42. SMITH, J.M. VAN NEST, H.C. Introduction a la technologie de l'aluminium en Algérie. 1981.
33. PARKER, A. Norman. Mining Chemical Engineer. Junio 6, 1984.
34. PEDRAZA ROSA, Juan Francisco. Análisis de minerales en el laboratorio y en el campo. Editorial de la Universidad de los Andes, Bogotá, 1978.
35. PETERS, S. Max, TIMMERHUIS, G. Klaus. Plant Design and Economics for Chemical Engineers, 2. ed. Mc Graw-Hill Book Company, Nueva York, 1980.
36. FERRY, H. Robert, CHITTON, H. Coal. Manual del Ingeniero Químico. 2a. ed. en español, Mc Graw-Hill Tomo I y II Bogotá, Colombia, 1982.
37. PEDRAZA ROSA, Juan Francisco. Análisis de minerales en el laboratorio y en el campo. Editorial de la Universidad de los Andes, Bogotá, 1978.
38. FERRY, H. Robert, CHITTON, H. Coal. Manual del Ingeniero Químico. 2a. ed. en español, Mc Graw-Hill Tomo I y II Bogotá, Colombia, 1982.
39. SCOTT, T.R. Acid Processors for bauxite extraction. The Australasian Institute of Mining and Metallurgy procedure. No. 208 marzo 1984.
40. Aluminas by acid extraction. Journal of Metals, Vol. 14, 1982.
41. SHANKS, D.E. EISELE, J.A. BAUER, J.T. Batch scale studies to recover alumina from clay by hydrochloric acid process. 28(1) marzo 1983.
42. SMITH, J.M. VAN NEST, H.C. Introduction a la technologie de l'aluminium en Algérie. 1981.