



Síntesis de alúminas de transición,  
a partir de material de reciclaje no ferroso  
*Synthesis of alumina's transition  
from non-ferrous recycling material*

ROSA MARÍA RODRÍGUEZ<sup>1</sup>  
[rodriguez@unimet.edu.ve](mailto:rodriguez@unimet.edu.ve)  
Universidad Metropolitana

JORMARIES TORREALBA<sup>2</sup>  
[jormaries@gmail.com](mailto:jormaries@gmail.com)  
Universidad Metropolitana

Recibido: 28/01/2015  
Aceptado: 19/02/2015

## Resumen

En el presente trabajo se propone desarrollar una metodología que permita obtener  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alúmina de transición), exenta de sodio, a partir de material de desecho de aluminio (latas, papel). El material de reciclaje no ferroso, es la fuente del aluminio como tal, el cual al ser sometido a un proceso de disolución ácida y posterior precipitación controlada genera un precursor, sin contenido de sodio asociado, que, cuando se somete a un tratamiento térmico, permite la obtención de alúminas de transición. La presencia de

<sup>1</sup> Licenciada en Química. MsC en Ciencias Administrativas (gerencia general). Profesor titular a tiempo completo, en el Dpto. de Química de la Universidad Metropolitana. Área de trabajo: Ciencia de los Materiales

<sup>2</sup> Ingeniero Químico, egresada de la Universidad Metropolitana. Ingeniero en el área de desarrollo de la empresa Bigott



sodio afecta negativamente ciertas propiedades (conductividad eléctrica, por ejemplo) de la alúmina, por lo que un bajo contenido en este elemento es deseable al momento de evaluar ciertas propiedades fisicoquímicas. Se evaluaron las características fisicoquímicas de los productos, antes y después del tratamiento térmico, haciendo uso de técnicas tales como EDS, DRX, MEB y BET, lo que permitió identificar el precursor y el tipo de alúmina generada.

**Palabras clave:**  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , alúmina, precursor.

## Abstract

The present work aims to develop a methodology to obtain  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (transition alumina) without sodium, from scrap aluminum (cans, paper). Nonferrous material recycling is the source of aluminum as such, which when subjected to acid dissolution process and subsequent controlled precipitation, generates a precursor, containing no associated sodium which, when subjected to heat treatment, allows the obtaining transition alumina. The presence of sodium adversely affects certain properties (electrical conductivity, for example) of alumina, so low in this element is desirable when evaluating certain physicochemical properties. The physicochemical characteristics of the products were evaluated before and after heat treatment, using techniques such as EDS, XRD, SEM and BET, which allowed to identify the precursor and alumina type generated.

**Key words:**  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , alúmina, precursor.

## Introducción

En la naturaleza, el aluminio se encuentra en abundancia a lo largo de toda la corteza terrestre, lo que lo ubica como uno de los primeros elementos con mayor distribución en el planeta. Este se encuentra en gran cantidad de minerales y rocas, formando parte de la estructura química de los alúmino silicatos (Nesse y Garbossa, 2003).

Hoy en día el aluminio puede obtenerse por diversas vías o procedimientos, como por ejemplo, proceso Hall-Heroult, donde la alúmina,



proveniente del tradicional proceso Bayer (Chacón, 2008), puede transformarse electroquímicamente en aluminio (Gil, 2004). Otra más novedosa es el reciclaje de materiales no ferrosos, este último, se puede llevar a cabo de manera tal que se garantice la calidad del producto final; además, en comparación con la producción del aluminio primario, el reciclaje consume aproximadamente un 5% de la energía requerida para el proceso de producción primaria y, adicionalmente, la cantidad de residuos generados es mucho menor (Gil, 2004).

## Reciclaje de material no ferroso

La producción de aluminio primario está garantizada debido a que las reservas conocidas de bauxita aseguran la producción del metal durante cientos de años. Sin embargo, la industria de producción de aluminio primario involucra un elevado consumo energético, ya que más del 55% de la producción mundial de aluminio utiliza energía hidroeléctrica, lo cual conduce a la generación de grandes emisiones de gases de efecto invernadero y que están asociados a esta actividad industrial. Ya en el año 1997, estas actividades eran responsables de la emisión de más de 110 millones de toneladas de gases de efecto invernadero (Rubinos, s.f.).

Cabe destacar las normas internacionales establecidas para el comportamiento nocivo de ciertos materiales con el ambiente:

Existe una clasificación de materiales de acuerdo a su comportamiento como residuos peligrosos, según lo establecido por la Agencia Americana del Medio Ambiente (EPA, 40CFR 1980) donde define como residuo peligroso cualquier material que muestre una de las siguientes propiedades: ser normalmente inestable y reaccionar de forma violenta e inmediata sin detonar; reaccionar violentamente con agua; generar gases, vapores y humos tóxicos en cantidades suficientes para provocar daños a la salud o al ambiente cuando es mezclado con agua; poseer, entre sus componentes, cianuros o sulfuros que, por reacción liberan gases, vapores o humos tóxicos en cantidades suficientes para poner en riesgo a la salud humana o al ambiente; y finalmente, ser

capaz de producir una reacción explosiva o detonante bajo la acción de un fuerte estímulo inicial o de calor en ambientes confinados (López, G. y López, D., 2004).

La Unión Europea (UE) define en su directiva 91/689/CEE como residuo peligroso aquel que cumpla al menos una de las siguientes propiedades: ser explosivo; comburente; fácilmente inflamable, que, en concreto, se aplica a sustancias y preparados que, en contacto con agua o humedad ambiental, emitan gases fácilmente inflamables en cantidades peligrosas; inflamable; irritante; nocivo; cancerígeno; corrosivo; infeccioso; sustancias o preparados que emiten gases tóxicos o muy tóxicos al entrar en contacto con el aire, con el agua o con un ácido; y finalmente ecotóxico.

El material de desecho de aluminio se define como un residuo peligroso (RTP) por la EPA y por la UE. Es tóxico, reactivo y contaminante (López, G. y López, D., 2004) y, en presencia de agua o humedad ambiental, desprende, espontáneamente, hidrógeno ( $H_2$ ), de acuerdo a la siguiente reacción:



En algunas ocasiones se han descrito episodios de aluminotermia y combustión espontánea en vertederos (López, G. y López, D., 2004).

Todas estas características descritas convierten a este desecho en un material nocivo para el medio ambiente, no sólo desde el punto de vista de su peligrosidad, pues una reacción espontánea, como la mencionada, en un vertedero puede ser una catástrofe de gran magnitud; sino porque, al incluir en la composición de algunas de sus aleaciones, metales tóxicos (como el plomo o el zinc) puede darse el caso de percolación al suelo, subsuelo y a las aguas subterráneas, así como un posible envenenamiento de los manantiales y biomas cercanos, ya sea en una ciudad o en un medio rural donde el suelo es uno de los mayores bienes.

Priorizar al aluminio a través del reciclaje de residuos no ferrosos constituye un ahorro energético del 95% (Bou y Atiachian, 2010), en

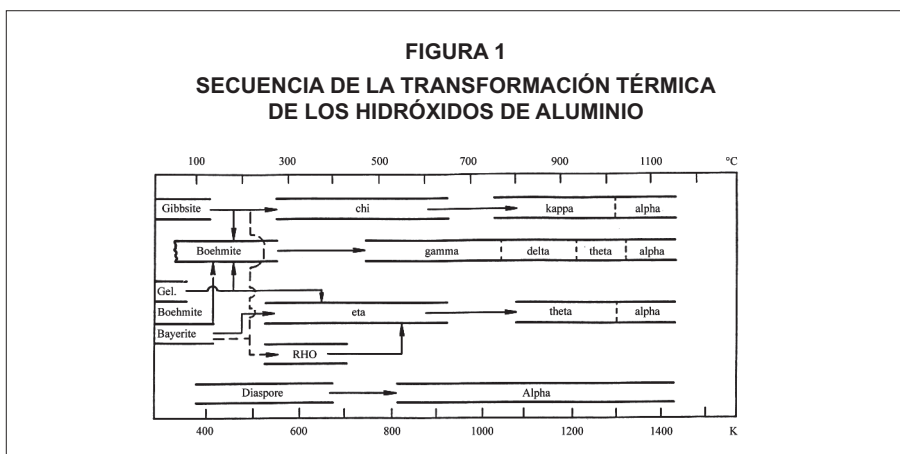


comparación con la producción del aluminio obtenido electrolíticamente, a partir de óxido de aluminio ( $Al_2O_3$ ) generado por el proceso Bayer.

Mención aparte, está el hecho de que al utilizarse hidróxido de sodio en el proceso Bayer, las propiedades en la alúmina se ven afectadas, por la presencia del sodio, pues éste se considera como una especie poco deseable en el material. Por ello se hace necesario un tratamiento térmico a altas temperaturas, de manera de garantizar la eliminación del óxido de sodio que pueda existir. Esto significa un alto consumo energético, que a su vez se traduce en costos elevados de producción para las alúminas de alta pureza.

### Transformación térmica del hidróxido de aluminio

De acuerdo al grado de hidratación e impurezas, el óxido de aluminio puede presentar con el distintas estructuras cristalinas (Benítez, *et al*, 2013). La fase o la estructura de cada alúmina es determinada por el hidróxido precursor (gibbsita, bayerita, nordstrandita, boehmita o diásporo), de acuerdo a su transformación térmica, tal como se observa en la figura 1 (Souza, Souza y Toledo, 2000).



Fuente: Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies (Souza, Souza y Toledo, 2000).

## Alúminas de transición

### *Chi* $Al_2O_3$

La gibbsita es considerada como el único hidróxido de aluminio precursor por el cual puede originarse la Chi-alúmina, luego del tratamiento térmico adecuado, tal y como se observa en la Figura 1 (Souza, Souza y Toledo, 2000).

### *Kappa* $Al_2O_3$

La kappa-alúmina se puede obtener a través de la transformación de la Chi-alúmina, además puede obtenerse una transformación a la alúmina-alfa cuando ésta se realiza en un tratamiento térmico a una temperatura por encima de los 1000°C (Souza, Souza y Toledo, 2000).

### *Gamma* $Al_2O_3$

La gamma-alúmina puede producirse a través de la transformación de la boehmita (ver Fig. 1) (Souza, Souza y Toledo, 2000).

## Aplicación de las alúminas

A través de los años el campo de aplicación de las alúminas se ha ido ampliando considerablemente. En la actualidad, ya no es únicamente utilizada para la producción de aluminio, sino que ahora, gracias a sus diversas propiedades, como estabilidad, pureza, refractariedad e inercia química, es utilizada a escala industrial en aplicaciones de materiales. En el caso particular de la gamma alúmina, ésta encuentra aplicación importante en el área de catálisis, pues puede actuar como adsorbente, catalizador o soporte catalítico, debido a que presenta una alta área superficial, un tamaño de partícula pequeño y actividad catalítica en su superficie (Di Prinzio y Ng Lee, 2008), (Ozawa, *et al*, 1990 y Guillen, *et al*, 1991).



En la industria de la cerámica, las alúminas de bajo contenido en sodio son de alto valor agregado ya que pueden ser utilizadas en partes cerámicas que requieran exhibir una alta estabilidad, alta resistencia a la abrasión y una considerable resistencia mecánica (Díaz, 1998).

## Métodos de obtención de alúmina

Adicional al proceso Bayer, se pueden mencionar otros métodos de obtención de alúmina.

### *Proceso sol-gel*

El proceso sol-gel se caracteriza por ser un método mediante el cual es posible la síntesis de materiales, fibras, laminas, cadenas, geles y polímeros tridimensionales a partir de precursores moleculares, tales como alcóxidos metálicos o sales inorgánicas, de las que se obtiene un óxido a través de las reacciones de hidrolisis y polimerización que se llevan a cabo a bajas temperaturas (Rojas, 2012).

### *Método de precipitación*

El método de precipitación consiste en la formación de una fase nueva a partir de una fase superficialmente homogénea. Puede considerarse como un proceso de cristalización rápida, donde las propiedades de los productos son fijadas por los mecanismos y las velocidades relativas de nucleación, crecimiento de los núcleos y transformación de la fase (Rodríguez, 2000). Se forma un hidrogel que posteriormente se lava y se seca para transformarse así en un xerogel, que se deshidroxila y finalmente es calcinado (Montoya, 1996).

### *Precipitación controlada*

Esta es una forma de controlar la solubilidad de una sustancia, ya sea por la variación del pH o por la adición de un ión común (Wilches, et al, 2007).

Se parte de una solución que contenga una sal soluble del catión de interés en un medio acuoso, y posteriormente se obtiene una solución homogénea a la que se le adiciona el agente precipitante de forma controlada, manteniendo el sistema en agitación continua. En el momento en el que es añadido el agente precipitante, se registran las variaciones de pH, conductividad, temperatura, así como las modificaciones físicas que experimenta el sistema (Cobo, *et al*, 2006).

Posteriormente se llevan a cabo las etapas de envejecimiento (crecimiento de cristales), filtración, secado y calcinación.

## Metodología experimental

- *Equipos*

**TABLA 1**  
**EQUIPOS EMPLEADOS EN LAS DISTINTAS FASES**  
**DE LA METODOLOGÍA EXPERIMENTAL**

<b>Equipo</b>	<b>Marca</b>	<b>Características</b>
Balanza analítica	Sartorius	Apreciación: 0,1 mg
Estufa	Memmert	Temp.máx.=250 °C
Mufla	Dubuque	Temp.máx.=1200 °C
pH metro portátil	Thermo Electron	Modelo: Orión 4 Star
Microscopio	Philips	Modelo: SEM 505
Edax	Philips	Modelo OV9100/60
Difractómetro	Philips	Modelo 1840
BET	Asap 2020	Modelo: Micromeritics



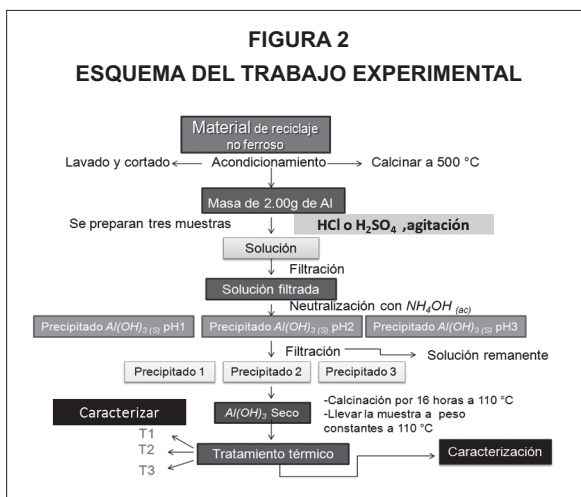
• *Reactivos*

**TABLA 2**  
**REACTIVOS UTILIZADOS**

Reactivo	Fabricante	Peso molecular (g/mol)	Concentración (mol/ L)
Hidróxido de amonio	Aldrich Chemical Company	35.0456	2,00
Ácido clorhídrico (Técnico)		36.4609	4,00
Ácido sulfúrico (Técnico)		98,00	9,00

• *Método utilizado*

El método a utilizar es el de precipitación controlada (MPC). Se parte de una solución generada a partir del material de reciclaje no ferroso. La Figura 2, hace referencia a las fases o etapas en el trabajo experimental.



### *El proceso consta de cuatro fases:*

**Fase 1:** Condiciones experimentales para la disolución del material de reciclaje no ferroso: se trabajó con latas de refresco (pepsico), y papel de aluminio. Inicialmente se acondicionó el material de reciclaje no ferroso, de la siguiente manera:

- Lavado con agua y posterior secado, para eliminar residuos de las bebidas, en el caso de las latas de refresco.
- Cortado del manto de la lata.
- Calcinación, a una temperatura aproximada de 500 °C en una mufla por 2 horas, con el fin de eliminar la resina, pintura y restos de materia orgánica presentes en el material.
- Cortado en cuadros pequeños de aproximadamente 5.00 mm\* 5.00 mm, de manera tal que se facilitara la disolución de los mismos en medio ácido.

### *Disolución del material de reciclaje no ferroso (previamente acondicionado):*

Para la disolución del material se trabajó con HCl 4 M (técnico) y H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 9M (técnico) a temperatura ambiente (aproximadamente 25 °C). Gracias a su carácter anfótero, el aluminio puede disolverse tanto en ácidos, formando sales de aluminio, como en bases fuertes, formando aluminatos en ambos casos se libera hidrógeno (Hernández, 2009). La experiencia se realizó por triplicado:

- Se colocan en un Beakerre cortes de las latas (previamente acondicionadas) y en otro recortes de papel de aluminio (previamente acondicionado); este último experimento se llevó a cabo de manera referencial, sólo para comparar resultados en cada caso. Fueron disueltos, con agitación continua, en HCl las latas y en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> el papel de aluminio.



- Se filtra para obtener soluciones libres de residuos no disueltos del material de reciclaje no ferroso.

### **Fase 2:** Obtención del precipitado de hidróxido de aluminio.

Neutralización con hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 2M hasta obtener distintos precipitados a valores de pH, en un rango de 7-9 (Souza, 2000).

- Se generan los geles, los cuales se dejan envejecer por 24 horas para favorecer el crecimiento de los cristales y obtener los precipitados finales.
- Los precipitados se lavan con abundante agua para eliminar productos secundarios de la precipitación y luego se filtran.
- Las muestras se secan en la estufa a  $110\text{ }^\circ\text{C}$ , para eliminar el exceso de agua presente en los precipitados.

### **Fase 3:** Tratamiento térmico

Cada precipitado (seco) fue sometido a una variación de temperatura, en el que fue calcinado a temperaturas entre  $350\text{ }^\circ\text{C}$  y  $800\text{ }^\circ\text{C}$  correspondientes a las temperaturas de la secuencia de la deshidratación de alúminas, presentadas en la Figura 1 (Souza, Souza y Toledo, 2000).

### **Fase 4:** Etapa de caracterización

Se utilizaron técnicas como difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, análisis por dispersión de energía y determinación del área superficial mediante BET. Fue caracterizado tanto el precursor como el producto final obtenido luego de la fase de tratamiento térmico.

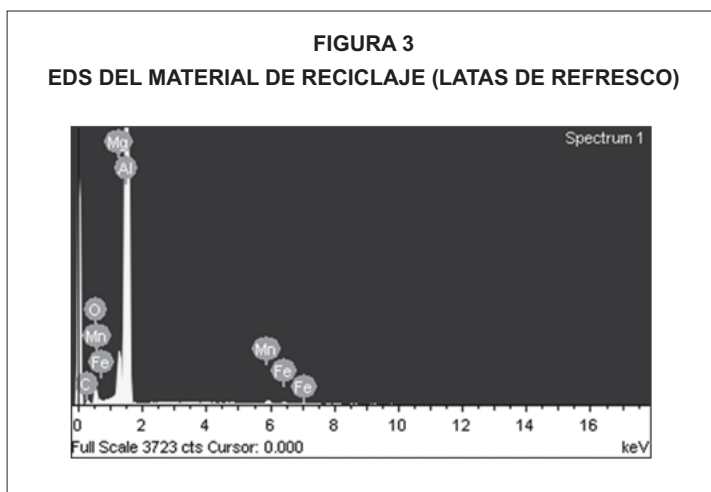
## Resultados y discusión

Antes de iniciar la discusión de los resultados, es importante destacar que las condiciones de trabajo manejadas fueron las de menor costo

posible, como por ejemplo la disolución y generación del precipitado a temperatura ambiente (menor consumo energético), y el uso de reactivos grado técnico. La mayoría de los resultados mostrados son referentes a la utilización de latas de refresco.

### *Caracterización de la materia prima*

La materia prima a caracterizar fueron las latas de bebida comercial o refresco después de su calcinación, a través del análisis de espectrometría de dispersión de energía (EDS), el cual permite conocer de manera semicuantitativa su composición química. En el espectro se observan los picos correspondientes a cada elemento existente en el material, así como la presencia de elementos tales como carbono y oxígeno productos de la calcinación (Figura 3).



En la Tabla 3, se muestran los valores obtenidos. Se puede apreciar que el elemento en mayor proporción es el aluminio, sin embargo este porcentaje puede considerarse relativamente bajo en comparación con lo señalado por Hosford y Duncan (1994), en donde muestra en la disec-



ción de una lata de refresco las composiciones de los elementos presente en ella que corresponden a las siguientes: Mg 1%, Mn, 0.4% Fe, 0.2% Si y Cu 0.15%; estando presente en mayor proporción el aluminio con un 98,1%. Sin embargo, el análisis realizado destaca que luego de la calcinación, el 78.79% del material es aluminio, lo que indica que un 21.21% está conformado por impurezas que pueden influir en el producto deseado.

**TABLA 3**  
**COMPOSICIONES OBTENIDAS DEL MATERIAL**  
**DE RECICLAJE A TRAVÉS DEL ANÁLISIS EDS**

<b>Elemento</b>	<b>% en peso</b>
C	9.77
O	8.10
Mg	2.30
Al	78.79
Mn	0.63
Fe	0.42
<b>Total</b>	<b>100</b>

Para la elaboración de latas de bebidas mayormente son utilizadas aleaciones de aluminio de la serie 3xxx, las cuales contienen elementos de aleación tanto de magnesio como de manganeso. Estas cantidades presentes en el cuerpo de la lata se encuentran aproximadamente en el 1% en peso (Ortolá, 2009) (Maffia, 2013). En esta investigación, esta proporción es casi del 3%.

Mención aparte constituye el caso del papel de aluminio, está incluido dentro de los productos asociados a aleaciones ligeras del grupo 1000,

con un 99% de aluminio (Ortolá, 2009). En este trabajo no se caracterizó el papel de aluminio pues solo se utilizó en un análisis referencial, como ya se mencionó en el procedimiento experimental.

### *Precipitado precursor*

Las muestras se identificaron como: A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>. La Tabla 4 hace referencia a los diferentes pH (promedio) asociados a los precipitados generados. Es importante destacar que se parte del material de desecho no ferroso (latas), excepto en la muestra D, donde a diferencia de las demás, se parte de papel de aluminio (se llevó a cabo esta experiencia como referencia comparativa).

**TABLA 4**  
**PH ASOCIADOS A LOS PRECIPITADOS**  
**DE HIDRÓXIDO DE ALUMINIO**

<b>Muestra</b>	<b>pH</b>
A <sub>1</sub>	8.09
A <sub>2</sub>	8.36
B <sub>1</sub>	7.31
B <sub>2</sub>	8.12
C <sub>1</sub>	7.18
C <sub>2</sub>	7.92
D	7.87

Adicionalmente, a los precipitados obtenidos a partir de las muestras A<sub>1</sub>, B<sub>1</sub> y C<sub>1</sub> (escogidas aleatoriamente), se les realizó un análisis ICP plasma con el objeto de verificar la cantidad de hierro determinada por

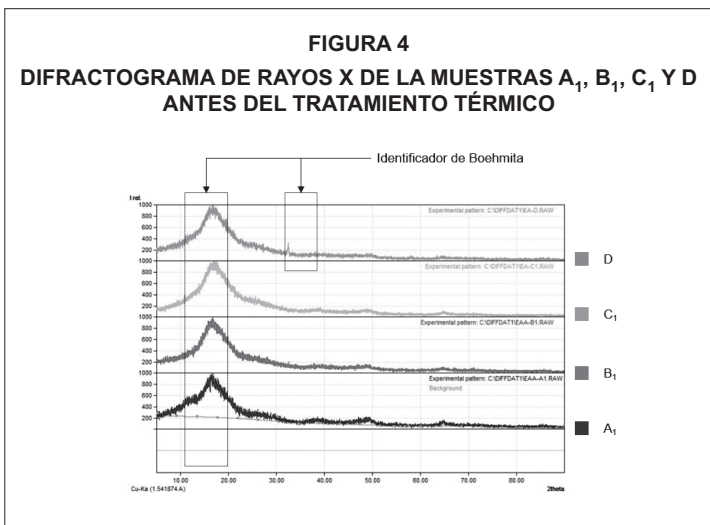


EDS en la materia prima. El valor arrojado fue 1,5% de hierro. El hecho de que el porcentaje de hierro reportado en este análisis sea mayor que el encontrado en la materia prima podría ser atribuido, posiblemente; a la utilización del ácido grado técnico, lo que pudiese sumarle más impurezas a las muestras, en este caso, la cantidad de hierro presente en las muestras luego del proceso de precipitación.

## Caracterización del precursor previa al tratamiento térmico

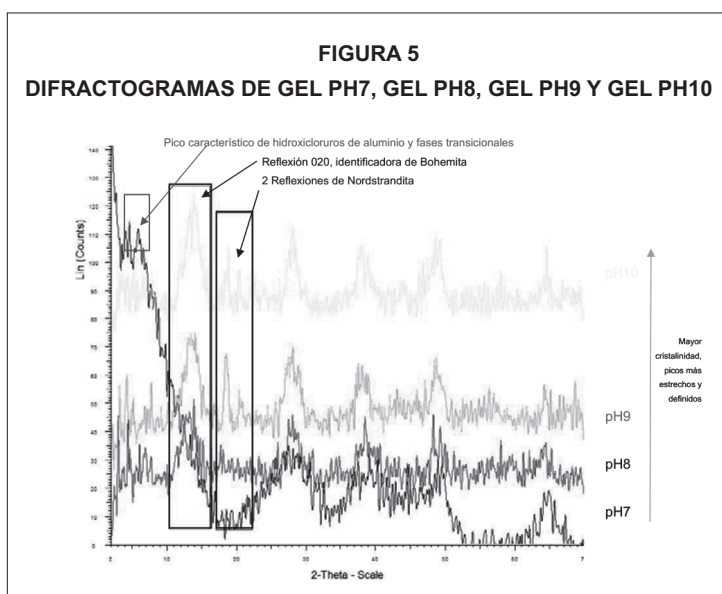
### *Difracción de rayos X*

- Precipitado seco. La Figura 4 corresponde al DRX realizado a las muestras A<sub>1</sub>, B<sub>1</sub>, C<sub>1</sub> y D.



El difractograma de la Figura 4 muestra cómo la estructura presente en cada una de las muestras analizadas (A<sub>1</sub>, B<sub>1</sub>, C<sub>1</sub>, D antes del tratamiento térmico) se presenta como amorfa. Es importante destacar que

las muestras analizadas se prepararon en un rango de  $\text{pH} > 7$ , muy cercano a  $\text{pH} 8$ . En este sentido, de acuerdo con la investigación realizada por Delgado (2008), como se observa en la Figura 5, el  $\text{pH}$  juega un papel fundamental en la aparición de la fase bohemita, por lo que en  $\text{pH}$  cercanos a 8, la fase logra identificarse claramente en la escala  $2\theta$  entre 10 y 20.



Fuente: Delgado (2008).

De esta manera, en los espectros de la Figura 5 se logra apreciar, a pesar del poco ordenamiento de la estructura, posiblemente por la presencia de impurezas en la muestra que suponen superposición de picos que interfieren con la correcta identificación de la estructura, algunos picos característicos de la bohemita, aunque en los recuadros de identificador de bohemita en ambas figuras puede apreciarse cierta cristalinidad que coincide con los rangos  $2\theta$  evidenciados en la literatura, en investigaciones como las de Ariza y Mesa (2010) y García, *et al.* (2010).



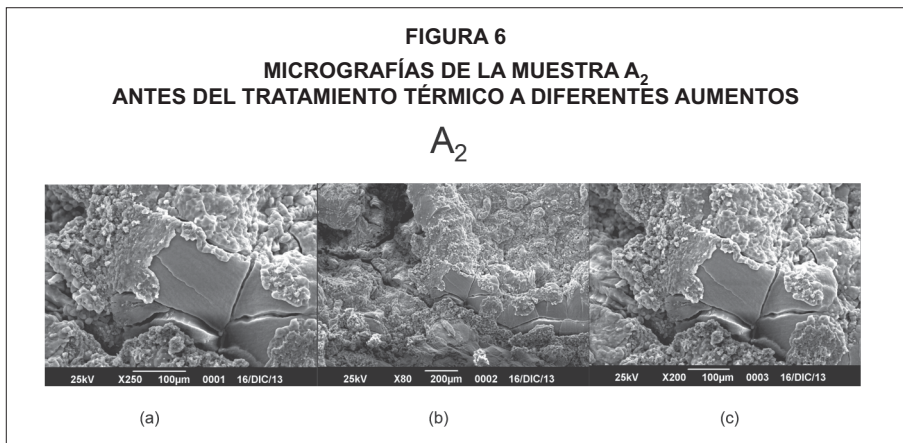
De acuerdo con esto, Sharma, *et al.* (2002) destaca que la formación de bohemita como precursor, se puede apreciar en los derivados a  $\text{pH} > 7$ .

Por otra parte, Mirzaee, *et al.* (2004) señala que la fase bohemita que es obtenida a temperaturas inferiores a los  $50\text{ }^\circ\text{C}$  posee una estructura pobremente cristalizada; es por ello, probablemente, que el precursor que se obtuvo tiene estas características, ya que las muestras analizadas fueron preparadas a temperatura ambiente (aproximadamente  $25\text{ }^\circ\text{C}$ ). Díaz (1998), reporta formación de bohemita cuando las temperaturas de síntesis están alrededor de  $80\text{ }^\circ\text{C}$ , pero como se mencionó al comienzo de esta presentación de resultados y discusión, se trabajó con condiciones de mínimos costos (menor consumo energético).

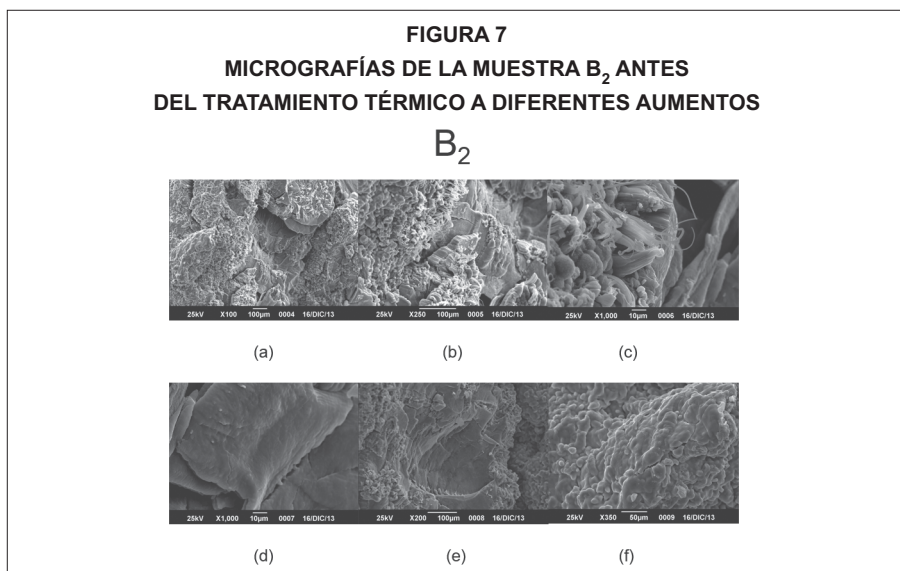
### *Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)*

Se presentan las micrografías realizadas a las muestras  $A_2$ ,  $B_2$ ,  $C_1$  y D. La Figura 6 muestra las micrografías tomadas a la muestra  $A_2$  a diferentes aumentos.

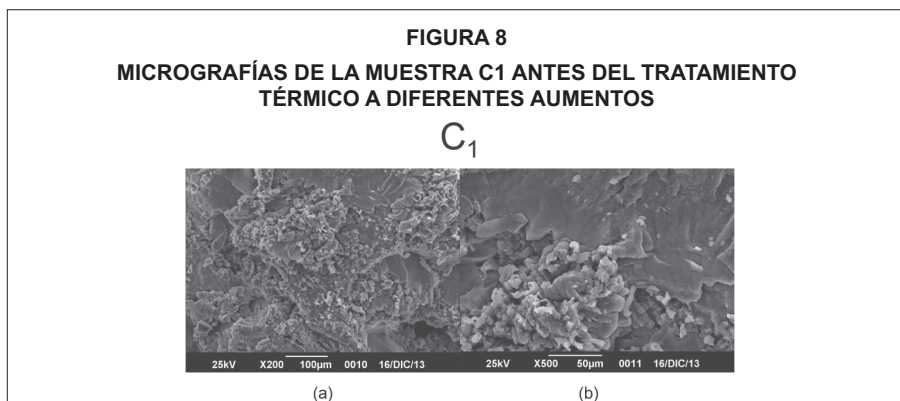
En las micrografías (a), (b) y (c) se observa cómo la zona laminar se encuentra recubierta por partículas aglomeradas. No se distingue carácter cristalino alguno.



La Figura 7 muestra la morfología de la muestra  $B_2$ . Prácticamente es similar a la anterior, ya que lo observado también corresponde a partículas aglomeradas.

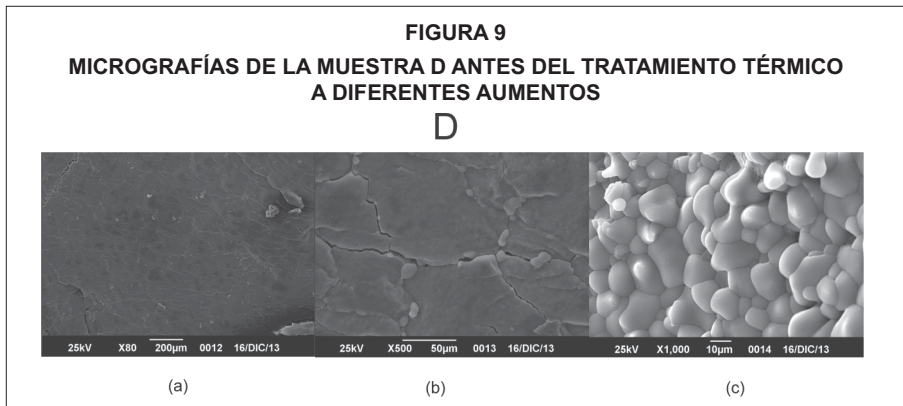


La Figura 8 muestra en dos micrografías, (a) y (b), cómo las partículas son de forma más irregular que las mostradas en las Figuras 6 y 7, además de que el recubrimiento no es uniforme.





Por último, en la Figura 9, en las micrografías realizadas a la muestra D, se aprecia en la micrografía (C) el aglomeramiento de las partículas, con menos espacios de separación entre las mismas.



## Caracterización del producto final

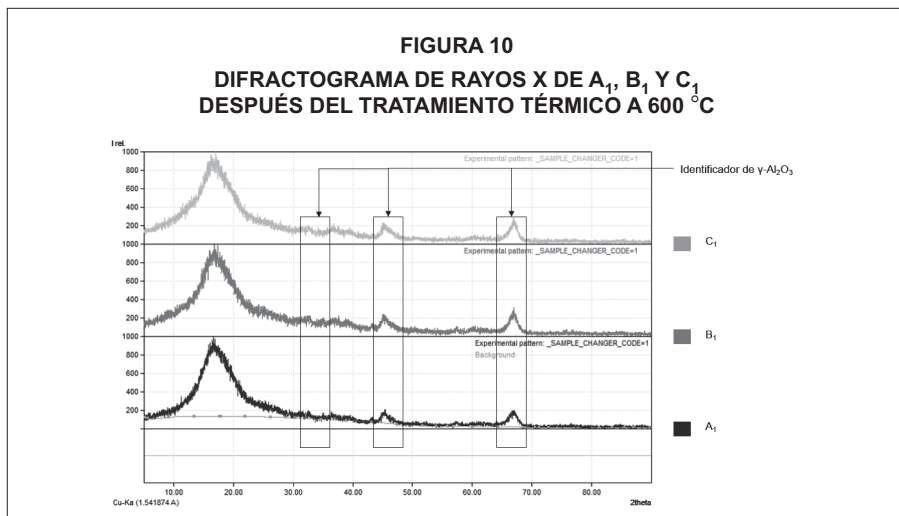
En la Tabla 5 se presentan las variables tomadas en consideración: pH al cual se generó el precursor y temperatura del tratamiento térmico, variable responsable de la transición del precursor a gamma-alúmina (Figura 1).

Tabla 5. Condiciones experimentales de las muestras en las que se llevó a cabo el tratamiento térmico.

Muestra	pH	Tratamiento térmico
A <sub>1</sub>	8.09	600 °C
A <sub>2</sub>	8.36	450 °C
B <sub>1</sub>	7.31	600 °C
B <sub>2</sub>	8.12	450 °C
C <sub>1</sub>	7.18	600 °C
C <sub>2</sub>	7.92	450 °C

### *Difracción de rayos X después del tratamiento térmico*

En las Figuras 10 y 11 se pueden observar los difractogramas de las muestras  $A_1$ ,  $B_1$  y  $C_1$ ;  $A_2$ ,  $B_2$  y  $C_2$ , respectivamente. El criterio considerado para hacer la comparación entre las estructuras, fue el pH. En el caso de las muestras  $A_1$ ,  $B_1$  y  $C_1$  correspondientes a la Figura 10, el tratamiento térmico fue realizado a 600 °C por un tiempo de 6 horas; mientras que para las muestras  $A_2$ ,  $B_2$  y  $C_2$ , les fue realizado el tratamiento térmico pero a una temperatura inferior, a 450 °C, durante 6 horas, con el objeto de observar si existía alguna diferencia.

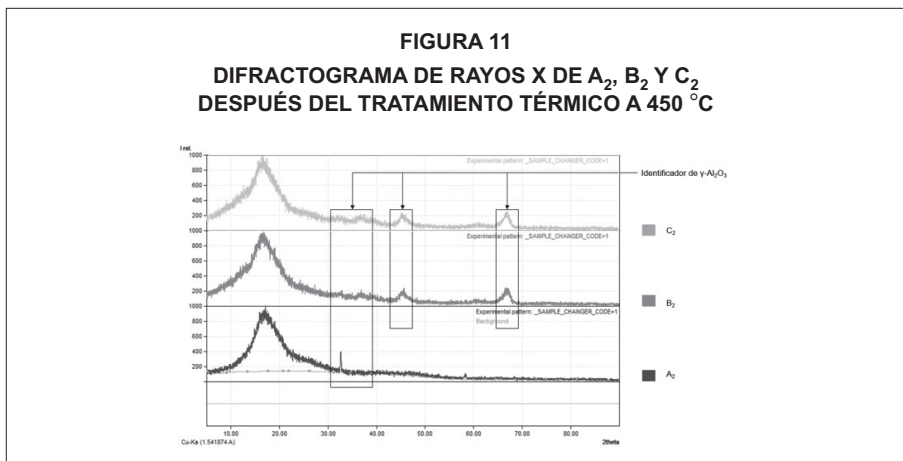


De acuerdo con Piña (2012), en el patrón característico de gamma-alúmina se definen picos característicos de cristalinidad para los siguientes  $2\theta$ : 32°, 37°, 46° y 67°. También Souza (2000) hace mención a los rangos de  $2\theta$  para los cuales puede identificarse la fase gamma. En este sentido, en los espectros de las Figuras 10 y 11 se puede apreciar ligeramente alguno de estos picos, que de manera parcial hacen posible la identificación de la estructura de la  $\gamma$ -alúmina, aun cuando el espectro se ve muy interrumpido por los ruidos generados posiblemente por las impurezas presentes en el material.



Sharma, *et al.* (2002) destaca que la formación de bohemita como precursor puede dar origen a la fase metaestable  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , y ésta a su vez a la fase estable  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Por otra parte, aún se mantiene la presencia de la bohemita, pero también se observa la transformación en gamma-alúmina. Pareciera ser necesario aplicar un tratamiento térmico a mayor temperatura, debido a la gran cantidad de impurezas presentes que pudiesen imposibilitar la transformación total en gamma-alúmina.



Es importante destacar que en los espectros de las muestras B<sub>1</sub>, C<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> y C<sub>2</sub>, la diferencia entre los picos no es muy notable, aunque para las muestras B<sub>1</sub> y C<sub>1</sub> la intensidad de los picos es un poco mayor. Esto puede atribuirse al hecho de que la temperatura a las que fueron tratadas fue mayor, a diferencia de las muestras B<sub>2</sub> y C<sub>2</sub>. Las muestras B<sub>2</sub> y C<sub>2</sub> se trataron a una temperatura inferior pero a un pH un poco mayor, por lo que pudiese pensarse que de alguna manera estas diferencias en cuanto a las condiciones de tratamiento se vieron compensadas unas a otras tanto por el pH como por la temperatura, siendo el tiempo de tratamiento el único parámetro fijo para ambas. Por otra parte, en el caso de las muestras A<sub>1</sub> y A<sub>2</sub>, se aprecia una diferencia más significativa. En el

espectro de la muestra  $A_1$  en la Figura 10 se observan picos similares a las muestras  $B_1$  y  $C_1$ , por lo que en este caso el pH de las muestras no tuvo mayor incidencia sobre el resultado, ya que las tres muestras se trataron a la misma temperatura, sin embargo, el espectro de la muestra  $A_2$  solo se aprecia un pico bien definido en el rango de  $2\theta$ :  $30^\circ$ - $40^\circ$ , lo que pudiese indicar un mayor grado de cristalinidad. Adicionalmente, en el caso de las muestras  $A_2$ ,  $B_2$  y  $C_2$ , se destaca el hecho de que los pH de las muestras fueron más cercanos entre sí que los de las muestras  $A_1$ ,  $B_1$ , y  $C_1$ . En la muestra  $A_2$ , aparece un pico dudoso en la zona marcadora de gamma-alúmina, a pesar de tener un tratamiento con una temperatura inferior, corresponde a la muestra de mayor pH, pero como se dijo, es dudoso.

No se realizó el análisis por DRX a la muestra D: se asumió que no debería haber mucha variación, pues la formación de precipitado involucró un pH también cercano a 8, y el DRX del precursor también era similar al obtenido para el caso de las latas.

Es de suma importancia destacar que de acuerdo a la Figura 1, para la obtención de gamma-alúmina se parte del precursor bohemita, hecho que corrobora la hipótesis de la investigación. Sin embargo, no se debe pasar por alto que el diagrama mostrado en la Figura 1, representa las transformaciones para alúminas puras, a partir de precursores de similar grado de pureza, por lo que en el caso de esta investigación era de esperarse que el bajo grado de pureza del precursor, y en su efecto de la materia prima, afectara adversamente la visualización de los picos en los espectros de las muestras (superposición ocasionada posiblemente por la presencia de impurezas).

### *Área superficial del producto final, a través del método BET*

Los resultados se exponen en la Tabla 6, que además del área superficial de cada muestra, también muestra las condiciones experimentales a las cuales se obtuvieron.



**TABLA 6**  
**ÁREA SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS DESPUÉS DEL TRATAMIENTO TÉRMICO,**  
**A TRAVÉS DE LA TÉCNICA DE CARACTERIZACIÓN BET**

Muestra	pH	Tratamiento térmico	Área superficial (5%)
A <sub>1</sub>	8.09	600 °C	56 m <sup>2</sup> /g
A <sub>2</sub>	8.36	450 °C	68 m <sup>2</sup> /g
B <sub>1</sub>	7.31	600 °C	72 m <sup>2</sup> /g
B <sub>2</sub>	8.12	450 °C	32 m <sup>2</sup> /g
C <sub>1</sub>	7.18	600 °C	97 m <sup>2</sup> /g
C <sub>2</sub>	7.92	450 °C	102 m <sup>2</sup> /g

Conocer el área superficial de un material es de suma importancia, y más en el caso de aquellos materiales que son utilizados ampliamente a escala industrial. Tanto el área superficial como la porosidad son características muy importantes en el caso de catalizadores, de manera que una elevada área superficial aumenta el área o la superficie de reacción, y en efecto la velocidad de reacción (Martínez, *et al*, 2010)

En este sentido, la gamma-alúmina es utilizada industrialmente por tener una alta área superficial específica, que oscila entre 150-400 m<sup>2</sup>/g. Sin embargo, la disminución del área superficial puede originarse como consecuencia del aumento de temperatura, o por otros fenómenos que involucran el proceso mediante el cual ésta fue obtenida, como por ejemplo, generación de una elevada proporción de poros estrechos, el empleo de hidróxidos de aluminio amorfos o mal cristalizados, entre otros. De acuerdo con esto, es posible encontrar gamma-alúmina con área superficial comprendida entre 100-800 m<sup>2</sup>/g e inclusive entre 90-100 m<sup>2</sup>/g. (Benítez, *et al*, 2013).

Por tanto, es importante señalar que en líneas generales el área superficial obtenida es baja en comparación con el rango que mayormente requieren las alúminas tipo gamma a nivel industrial, siendo la muestra con mayor área superficial la C<sub>2</sub>, con un valor de 102 m<sup>2</sup>/g, lo que puede dar indicios de que esta muestra tiene una mayor porosidad, y en consecuencia mayor área o superficie de reacción; mientras que la muestra B<sub>2</sub> posee el valor más bajo de área superficial, correspondiente a 32 m<sup>2</sup>/g, valor que puede ser dudoso, con base en que no hay certeza de una distribución uniforme en los elementos que conforman el producto de partida. Es probable que el área superficial específica del material se haya visto afectada por las impurezas presentes en las muestras, e inclusive puede pensarse que de alguna manera las condiciones experimentales de preparación del producto final hayan impedido que la porosidad de la superficie aumentara, y con ésta el área de contacto.

## Conclusiones y recomendaciones

- El precursor generado a partir del material de reciclaje no ferroso para dar origen a la alúmina de transición pudo identificarse **parcialmente** como hidróxido de aluminio correspondiente a la fase bohemita.
- La alúmina de transición obtenida a partir del tratamiento térmico apropiado para la estructura bohemita fue identificada **parcialmente** como la correspondiente a la estructura  $\gamma$ -alúmina.
- La mayor área superficial obtenida fue de 102 m<sup>2</sup>/g, correspondiente a la muestra C<sub>2</sub> preparada a pH 7.92 y calcinada a 450 °C, valor aceptado para gamma-alúminas.
- La presencia de hierro en las muestras, en especial en la materia prima, podría originar óxido férrico, lo cual pudo afectar la caracterización del producto obtenido.
- Para investigaciones futuras, sería interesante:



- Realizar un proceso de purificación previa, para eliminar impurezas, al material de reciclaje no ferroso y hacer las comparaciones del procedimiento experimental tanto con el material de desecho purificado como con sales de aluminio puras.
- Realizar la síntesis en un rango de temperatura de entre 50 °C y 80 °C para una mayor garantía de producción de la fase bohemita.
- Aumentar el rango de variabilidad de los parámetros tiempo y temperatura en la fase de tratamiento térmico, para así generar un ordenamiento mayor de la estructura y hacer posible una mejor identificación de la misma.
- Aumentar la porosidad de la superficie, aplicando un método de generación de porosidad controlada, como por ejemplo inyectando un material surfactante.

## Referencias

- ARIZA, C. y MESA, A. (2010). *Evaluación de alúminas y bohemitas sintetizadas por el método sol-gel y sulfatadas con ácido sulfúrico en la reacción de esterificación de ácidos grasos*. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. [14, Octubre de 2014] Recuperado de <http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/6600/2/133780.pdf>
- BENÍTEZ, M.; PÉREZ, L.; PENA, P. y COSP, J. (2013). "Alúminas porosas: El método de bio-réplica para la síntesis de alúminas estables de alta superficie específica". *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 52(6), 251-267.
- BOU, E.; GARCÍA, J.; PÉREZ, R.; ARRUFAT, S. y ATIACHIAN, G. (2010). *Influencia de las características de las alúminas en las propiedades del esmalte*. Catellon: Qualicer. [20, Septiembre de 2013] Recuperado de <http://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdf/2010225.pdf>
- CHACÓN, M. (2008). *Propuesta de procedimiento físico para el tratamiento del hidróxido de sodio en desechos industriales. Caso: CVG BAUXILUM*. Ciudad Guayana: Universidad Nacional Experimental de Guayana. [17, Julio de 2014] Recuperado de [http://www.cidar.uneg.edu.ve/DB/bcuneg/EDOCs/TESIS/TESIS\\_POSTGRADO/MAESTRIAS/CIENCIAS\\_AMBIENTALES/TGMTDC43M372008MariaChacon.pdf](http://www.cidar.uneg.edu.ve/DB/bcuneg/EDOCs/TESIS/TESIS_POSTGRADO/MAESTRIAS/CIENCIAS_AMBIENTALES/TGMTDC43M372008MariaChacon.pdf)
- COBO, J.; VILLAQUIRAN, C.; SCIAN, A. y RODRÍGUEZ, J. (2006). "Síntesis de nanopartículas de  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a partir de Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O: Estudio de los mecanismos de formación de las partículas". *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 26(2), 95-106
- DELGADO, L. (2008). *Obtención y caracterización de bohemita a partir de un residuo peligroso de la industria del aluminio*. Madrid: Universidad Complutense de Madrid. [14, Octubre de 2014] Recuperado de <http://digital.csic.es/bitstream/10261/6195/1/Bohemita.pdf>
- DÍAZ, J. (1998). *Síntesis de geles de alúmina a partir de hidróxido de aluminio industrial*. Caracas: Universidad Simón Bolívar.
- DI PRINZIO y NG LEE (2008). "Preparación y caracterización de soportes catalíticos esféricos de  $\gamma$ -alúmina". *Revista de la Facultad de Ingeniería de UCV*, 23(4), pp. 47-54.



- EPA (1980) Definition of hazardous waste, Federal Register, 40 CFR, Part. 261.3  
Directiva del Consejo Relativa a Residuos Peligrosos: 91/689/CEE
- GARCÍA, G.; FALCO, M.; SEDRAN, U. y CABRERA, S. (2010). "Alúminas mesoporosas obtenidas por la ruta de los atranos para su aplicación como matrices en craqueo catalítico". *Revista Bolivariana de Química*. [9, Octubre de 2014] Recuperado de [http://www.bolivianchemistryjournal.org/QUIMICA%202010%20PDF/7\\_ALUMINAS\\_MESOPOROSAS\\_OBTENIDAS.pdf](http://www.bolivianchemistryjournal.org/QUIMICA%202010%20PDF/7_ALUMINAS_MESOPOROSAS_OBTENIDAS.pdf)
- GIL, A. (2004). *Gestión de las escorias salinas de los procesos de segunda fusión del aluminio*. Pamplona.
- GUILLÉN, L.; AYVAR, R.; MONJARAS, A. (1991). *Soportes de alúmina-titania por el proceso sol-gel*. Iztapalapa: Universidad Autónoma Metropolitana. [11, Julio de 2014] Recuperado de <http://148.206.53.84/tesiuami/UAM7569.pdf>
- HERNÁNDEZ, X. (2009). *Estudio técnico-económico de la implantación de una planta de reciclaje de aluminio en la ciudad de Coatzacoalcos*, ver. [12, Septiembre de 2014] Recuperado de <http://cdigital.uv.mx/bitstream/12345678/945/1/Xochitl%20Hernandez%20Silva.pdf>
- HOSFORD, W.; DUNCAN, J. (1994). *The Aluminum Beverage Can*. [13, Septiembre de 2014] Recuperado de <http://www.chymist.com/Aluminum%20can.pdf>
- LÓPEZ-GÓMEZ, A. y LÓPEZ-DELGADO, A. (2004) *Inventores. Procedimiento de estabilización/compactación de polvos de aluminio*.
- MAFFIA, E. (2013). *Estructuras y propiedades de las aleaciones*. [1, de Octubre de 2014] Recuperado de <file:///C:/Users/Jormaris/Downloads/ALUMINIIO%20y%20SUS%20ALEACIONES.pdf>
- MARTÍNEZ, O.; ÁVILA, P.; YATES, M. y GARCÍA, L. (2010). "Modificación de las propiedades texturales y estructurales de una esponja cerámica de alúmina para ser utilizada como catalizador para reacciones de oxidación de VOC". *Revista Ingeniería UC* 17(3) 75-84 [11, Octubre de 2014] Recuperado de <http://servicio.bc.uc.edu.ve/ingenieria/revista/v17n3/art08.pdf>
- MIRZAEI, M.; AMINI, M.; SADEGHI, M.; YEGANEH, F. y SHARBATDARAN, M. (2004). *Preparation and characterization of boehmite, CuO, TiO<sub>2</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> by hydrothermal assisted sol-gel processing of metal alkoxides*. *Ceramics-Silikaty* 49 (1) 40-47. [16, Octubre de 2014] Recuperado de [http://www.ceramics-silikaty.cz/2005/pdf/2005\\_01\\_040.pdf](http://www.ceramics-silikaty.cz/2005/pdf/2005_01_040.pdf)

- MONTOYA, J. (1996). *Propiedades estructurales, texturales y ácido-base de óxidos metálicos mixtos de  $Al_2O_3$ - $TiO_2$* . Iztapalapa: Universidad Autónoma Metropolitana. [2, Agosto de 2014] Recuperado de <http://148.206.53.84/tesiuami/UAM0148.pdf>
- NESSE, A.; GARBOSSA, G.; PÉREZ, G.; VITTORI, D. y PREGI, N. (2003). "Aluminio: ¿culpable o no?". *Revista Química Viva*, pp. 9-16.
- ORTOLÁ, S. (2009). *Manual de aluminio y sus aleaciones*. [29, Septiembre de 2014] Recuperado de <http://ingenieriademateriales.wordpress.com/2009/04/17/manual-del-aluminio-y-sus-aleaciones/>
- OZAWA, M. y KIMURA, M. (1990). "Effect of cerium addition on the thermal stability of gamma alumina support". *Journal of Materials Science Letters*, 9, pp. 291-293. [17, Noviembre de 2013] Recuperado de <http://link.springer.com/static-content/lookinside/906/art%253A10.1007%252FBF00725828/000.png>
- PIÑA, Y. (2012).  *$Al_2O_3$  como fotocatalizador en la mineralización de fenol*. México D.F.: Universidad Autónoma Metropolitana.
- RODRÍGUEZ, J. (2000). "Síntesis de polvos cerámicos por el método de precipitación". *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*.
- ROJAS, M. (2012). *Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método sol-gel*. Madrid: Universidad Nacional a Distancia. [1, Agosto de 2014] Recuperado de <http://books.google.co.ve/books?id=F-OkjCUfe0MC&pg=PT15&dq=proceso+sol+gel&hl=es&sa=X&ei=78XgU4zDCIHmsATcqICAaw&ved=0CCoQ6AEwAw#v=onepage&q=proceso%20sol%20gel&f=false>
- RUBINOS (s.f.). *Utilización de lodos rojos de bauxita en la contención e inactivación de residuos tóxicos y peligrosos*. Universidad Santiago de Compostela. [2, Agosto de 2014] Recuperado de [http://books.google.co.ve/books?id=Z8XynuC\\_ySEC&pg=PA35&lpg=PA35&dq=estructura+cristalina+de+la+bohemia&source=bl&ots=sbisbmeylS&sig=appbjkil7\\_NKg9wjPnSkR3IYCDU&hl=es&sa=X&ei=abLrU7\\_pOobnsAT-pILgBQ&ved=0CDAQ6AEwBDgK#v=onepage&q=estructura%20cristalina%20de%20la%20bohemia&f=false](http://books.google.co.ve/books?id=Z8XynuC_ySEC&pg=PA35&lpg=PA35&dq=estructura+cristalina+de+la+bohemia&source=bl&ots=sbisbmeylS&sig=appbjkil7_NKg9wjPnSkR3IYCDU&hl=es&sa=X&ei=abLrU7_pOobnsAT-pILgBQ&ved=0CDAQ6AEwBDgK#v=onepage&q=estructura%20cristalina%20de%20la%20bohemia&f=false)
- SHARMA, P.; VARADAN, V.V. y VARADAN, V.K. (2002). Sharma (2002) en su investigación: "Critical role of pH in the colloidal synthesis and phase transformation of nano size  $\alpha$ - $Al_2O_3$  with high surface area". *Journal of the European Ceramic Society*, 23, pp. 662-663.



- SOUZA, P.; SOUZA, H. y TOLEDO, S.P. (2000). "Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies". *Materials Research*, 3, pp. 104-114.
- WILCHES, M.; RUIZ, F. y HERNÁNDEZ, M. (2007). *Bioingeniería VI. Fundamentos de instrumentación para la química clínica y las radiaciones ionizantes*. Universidad de Antioquia. [3, Agosto de 2014] Recuperado de [http://books.google.co.ve/books?id=2DZYwx7p8csC&pg=PR12&lpg=PR12&dq=precipitación+controlada&source=bl&ots=7dBcTk0emE&sig=hWyHX7EyBmtCXbj9KZyMEW\\_AJFvk&hl=es&sa=X&ei=NJTiu73plvLhsATf3YCYBg&ved=0CEAQ6AEwBzgU#v=onepage&q=precipitación%20controlada&f=false](http://books.google.co.ve/books?id=2DZYwx7p8csC&pg=PR12&lpg=PR12&dq=precipitación+controlada&source=bl&ots=7dBcTk0emE&sig=hWyHX7EyBmtCXbj9KZyMEW_AJFvk&hl=es&sa=X&ei=NJTiu73plvLhsATf3YCYBg&ved=0CEAQ6AEwBzgU#v=onepage&q=precipitación%20controlada&f=false)