

Precipitación de hierro (III) utilizando óxido de magnesio en lecho fluidizado*

P. A. Esteban-Bocardo** y S. D. Ferreira-Rocha**

Resumen

En esta investigación se ha desarrollado un proceso para la eliminación de hierro (III), de un efluente inorgánico sintético ácido, utilizándose como álcali alternativo óxido de magnesio para la precipitación en lecho fluidizado. El proceso consiste en alimentar un efluente inorgánico sintético con características ácidas ($\text{pH} = 1,0$) de concentraciones de 100 y 200 mg/l de hierro, a un reactor de material acrílico conteniendo el álcali (MgO), durante 180 min. Las dimensiones del reactor fueron de 30 cm. de longitud y 2 cm. de diámetro. Ha sido utilizada una pulpa de óxido de magnesio (3% v/v) para dar inicio a la precipitación. Los valores de concentración y pH presentaron un comportamiento inversamente proporcional en sus curvas, mientras, el de pH se eleva, el de concentración de metal disminuye, debido a la precipitación de los hidróxidos metálicos. Se han alcanzado elevados porcentajes de eliminación de hierro (superior a 99 %). Se obtuvo un efluente final con concentraciones de hierro menores de 10 mg/l, que es el límite de concentración para el vertido de efluentes acuosos conteniendo hierro soluble, establecido en el Estado de Minas Gerais, Brasil, por la ley DN 10/86 COPAM-Conselho de Política Ambiental do Estado de Minas Gerais.

Palabras clave

Precipitación. Lecho fluidizado. Óxido de magnesio. Metales. Eliminación de hierro.

Precipitation of iron (III) using magnesium oxide in fluidized bed

Abstract

A process for iron (III) removal by hydroxide precipitation from an acid synthetic inorganic effluent using magnesium oxide as an alternative precipitant agent in a fluidized bed was developed. An acid synthetic inorganic effluent containing 100 and 200 mg/l of ferric ions ($\text{pH} = 1.0$) was continuously fed up to the acrylic column (30 cm high and 2 cm diameter) during 180 minutes. Magnesium oxide pulp (3% v/v) was injected at the beginning of the experiment in order to allow the iron hydroxides precipitation. The concentration and pH profiles agreed in their curves, while the pH profile rose, the concentration profile decreased and a high percentage of iron removal (higher to 99%) was reached. Extremely low iron concentrations have been reached, thus permitting to attend to the environmental standard of 10.0 mg/l for discharge of effluent containing ferric ions established by the law DN 10/86 of COPAM (Conselho de Política Ambiental do Estado de Minas Gerais-Brazil).

Keywords

Precipitation. Fluidized bed. Magnesium oxide. Wastewater treatment. Iron removal.

1. INTRODUCCIÓN

La contaminación de masas de agua, ocasionada por el vertido de efluentes líquidos conteniendo metales pesados, ha sido considerada como una de las for-

mas más nocivas de polución ambiental, debido a que aquellos son no-biodegradables, tienden a acumularse en los organismos vivos, ocasionando la desaparición de la biota hasta la intoxicación y envenenamiento de los seres vivos^[1].

* Trabajo recibido el día 14 de marzo de 2005 y aceptado en su forma final el día 21 de febrero de 2006.

** Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG. Rua Espírito Santo, 35 – 6º andar – Centro – CEP 30.160-030. Belo Horizonte – MG. percyesteban@yahoo.com, sdrocha@deq.ufmg.br.

La presencia de elementos potencialmente tóxicos en efluentes acuosos, es responsable de efectos adversos sobre el medio ambiente^[2] y viene agravándose con la expansión de determinados sectores industriales^[3].

El Estado de Minas Gerais presenta un perfil minero-metalúrgico destacable en el contexto nacional brasileño, debido al procesamiento de una gran variedad de minerales y metales. Los efluentes líquidos generados en estos procesos industriales contienen, en la mayoría de casos, diferentes metales en soluciones ácidas. Estudios de la Fundação Estadual do Meio Ambiente de Minas Gerais – FEAM, divulgados a través del mapa de calidad de las aguas, indican que los principales contaminantes metálicos presentes en las cuencas hidrográficas del Estado de Minas Gerais son el hierro soluble, cadmio, cinc, cobre, níquel, plomo y otros^[4].

Por consiguiente, la eliminación de metales pesados es muy importante, y necesaria antes del vertido de los efluentes al medio ambiente^[5]. El método estándar para la eliminación de metales pesados en efluentes acuosos, generalmente, es un proceso de precipitación química^[6]. Este método, usualmente, ha sido realizado con álcalis, tales como sosa cáustica (NaOH), cal (CaO) y carbonato de sodio (Na₂CO₃)^[7], para controlar las fluctuaciones de pH del efluente, y alcanzar el punto donde los metales exhiben una solubilidad mínima^[6].

La precipitación se realiza en tanques de agitación, donde se favorece la formación de un sólido muy fino, que requiere de etapas adicionales de coagulación y floculación, para lograr una separación eficaz de la solución tratada.

El lecho fluidizado es la técnica más moderna, y representa una de las mayores conquistas de la ingeniería química, en el campo de las operaciones unitarias. En los últimos treinta años, ha existido una variedad de aplicaciones de esta operación, para resolver los problemas más difíciles de contacto entre sólidos y fluidos. El método de lecho fluidizado consiste en una suspensión de sólido, finamente dividido, en contacto con una corriente ascendente de fluido, a una velocidad suficientemente elevada para ocasionar una fuerte agitación de las partículas. El sistema fluidizado es una suspensión, que tiene la mayoría de las características presentadas en general por los fluidos verdaderos, pudiendo pasar a través de tuberías, válvulas y hasta de un recipiente a otro por diferencia de presión hidrostática. Las características de transferencia de calor y masa son mejores en este tipo de operación.

Por lo tanto, los reactores de lecho fluidizado, vienen siendo utilizados como una técnica atractiva para la eliminación de metales pesados^[8], permitiendo alcanzar una precipitación más eficiente, con una

mayor formación de sólido, más denso y, consecuentemente, con mejores características de sedimentación.

Según Jones (2002)^[9], un agente precipitante debe presentar las siguientes características primarias:

- Generar un aumento del pH, a los niveles requeridos, según las características químicas de la solución.
- Favorecer la eliminación del metal, como una función del pH.
- Ser de fácil preparación.
- Favorecer la obtención de un bajo volumen de lodos, con una elevada velocidad de sedimentación.
- Bajo costo (consumo y almacenamiento).

La cal es ampliamente usada como agente precipitante para el tratamiento de efluentes líquidos conteniendo metales, debido a su bajo costo y fácil preparación^[10]. Según Bhattacharyya *et al*^[11], la precipitación de sulfuros es, también, altamente efectiva, por obtenerse un alto grado de separación de algunos metales pesados (cadmio, zinc, cobre y plomo). La alta reactividad de los sulfuros (S²⁻, HS⁻) con los iones de metales pesados y su baja solubilidad sobre un amplio intervalo de pH, son características atractivas cuando se compara con el proceso de precipitación de hidróxidos. Debido a la toxicidad del sólido formado, la precipitación de sulfuros se usa sólo en casos especiales.

Según Rubio y Tessele^[12], el método de precipitación estándar, desde un punto de vista técnico, presenta varias limitaciones, como precipitación incompleta, inestabilidad química del precipitado y formación de grandes volúmenes de lodos de difícil filtración.

El óxido de magnesio tiene ventajas significativas comparándolo con otros materiales comúnmente utilizados en el tratamiento de metales presentes en aguas residuales industriales^[7]. La disolución acuosa del óxido de magnesio es un proceso lento^[13], al contrario de la precipitación de hidróxidos metálicos. Una vez que los valores de pH entre 8,0 y 10,0 pueden obtenerse en solución con el óxido de magnesio, la precipitación de diversos metales es posible y propiciada.

Con cal y sosa cáustica de mayor solubilidad, pueden alcanzarse valores más elevados de pH, como 12,5 y 14,0, respectivamente, por otro lado, la disolución lenta del MgO posibilita una menor sobresaturación, favoreciendo también el crecimiento del cristal asociado a la nucleación y, consecuentemente, propiciando la formación de partículas de mayores dimensiones. Por consiguiente, se genera un lodo de mejores características de sedimentación.

La aplicación industrial del óxido de magnesio depende de diversos factores, siendo el más importante el costo asociado a la productividad. Por ello,

el conocimiento detallado de la cinética de precipitación de los metales con hidróxido de magnesio posibilitará la determinación del tiempo de reacción, cantidad de MgO necesario y el cálculo de reactores. Esto, depende también de las características químicas y físicas de los efluentes acuosos. El óxido de magnesio disponible en el mercado internacional es producido a partir de salmuera/agua de mar. Sin embargo, Brasil dispone de reservas significativas de magnesita, materia prima para la producción de magnesia cáustica, el agente precipitante que ha sido utilizado en el presente trabajo.

La innovación, en la utilización del MgO como agente precipitante en lecho fluidizado, consiste en reunir, en un único sistema, las ventajas anteriormente destacadas del MgO, junto a la eficiencia operativa de los reactores de lecho fluidizado, que pueden ser considerados como reactores de mezcla completa. Otra innovación consiste en la utilización del MgO, para el tratamiento *in-situ* de aguas contaminadas con metales. El óxido de magnesio en disolución acuosa se hidrata, formando hidróxido de magnesio, el álcali que provee los iones hidróxido para la reacción de precipitación. La bibliografía aporta información acerca de la utilización del hidróxido de magnesio en tratamiento de efluentes^[4-7].

Para esa aplicación es importante destacar las características del óxido de magnesio, como la baja solubilidad en agua, que favorece una pequeña sobresaturación para la precipitación de hidróxidos metálicos. El sólido formado, de mayores dimensiones, posee características muy buenas para ser vertido y sedimentado. También, el óxido de magnesio es poco reactivo en el agua, pudiéndose añadir en exceso, sin necesidad de dosificación y cuidado continuo.

Por tanto, el presente estudio asocia las buenas características del óxido de magnesio con las ventajas del reactor de lecho fluidizado. El trabajo realizado se sitúa en un contexto donde el desarrollo sostenible es un desafío, con la constante búsqueda por caminos que conlleven a la reducción de los impactos ambientales provenientes de las actividades industriales.

2. METODOLOGIA

2.1. Caracterización del óxido de magnesio

La muestra de óxido de magnesio utilizada en los experimentos ha sido proporcionada por la empresa Magnesita S.A; dicho óxido ha sido obtenido a partir de la calcinación de magnesita (carbonato de magnesio), en un horno vertical de bandejas múltiples operando entre temperaturas de 900 y 1000 °C.

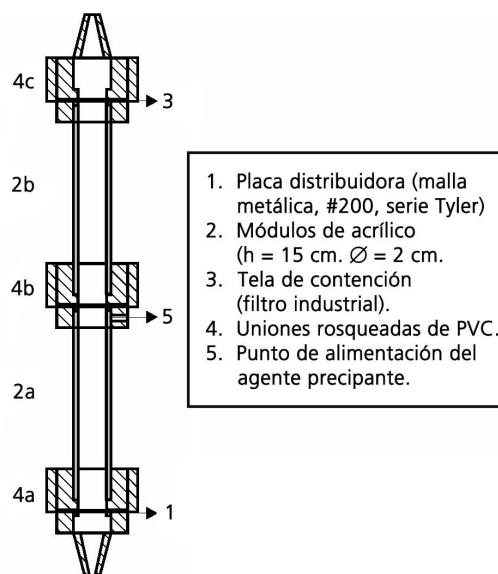


Figura 1. Columna de acrílico en detalle.

Figure 1. Acrylic column in detail.

La muestra de MgO ha sido caracterizada con relación al área superficial específica, según modelo BET; distribución de tamaños de partícula, presencia de fases cristalinas, a través de difracción de rayos X, y composición química. La caracterización completa ha sido efectuada en el Centro de Pesquisa y Desarrollo de la empresa Magnesita S.A.

Otros análisis complementarios, tales como determinación de la densidad, en picnómetro a gas Quantachrome, modelo NOVA 2200; morfología, utilizando un microscopio electrónico de barrido marca JEOL, modelo JSM 35C; y determinación de tamaño de las partículas, por distribución granulométrica, se han realizado en los Laboratorios de Hidrometalurgia, Microscopía Electrónica y Operaciones Unitarias de los Departamentos de Ingeniería Metalúrgica DEMET, Ingeniería de Minas e Ingeniería Química DEQ de la Escuela de Ingeniería de la Universidad Federal de Minas Gerais EEUFMG, respectivamente.

2.2. Definición del sistema de precipitación en lecho fluidizado

El sistema de precipitación en lecho fluidizado ha sido establecido a partir de investigaciones sobre precipitación en lecho fluidizado^[8 y 14] y procesos de eliminación de metales pesados^[8 y 15-18].

El sistema experimental ha estado constituido por una columna de tubo de acrílico de 30 cm de longitud y 2 cm de diámetro. La columna se divide en dos áreas interconectadas a cada 15 cm con unio-

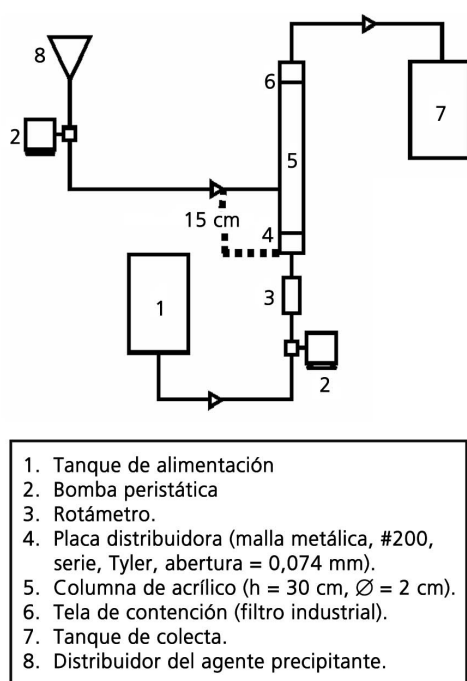


Figura 2. Diagrama del sistema de precipitación en lecho fluidizado.

Figure 2. Diagram of the precipitation system in fluidized.

nes roscadas de PVC. En la parte inferior de la columna, existe una placa difusora para la entrada de la solución sintética, que consta de una malla metálica N° 200 de la serie Tyler (abertura libre = 0,074 mm), y en la parte superior hay una membrana de filtro industrial con permeabilidad de 12

$\text{m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{min})$, para aumentar la retención de las partículas. Se ha instalado una bomba peristáltica para adicionar el óxido de magnesio en forma de una pulpa (3 % v/v). La pulpa ha sido adicionada a 15 cm de la base de la columna. El esquema del montaje experimental se muestra en las figuras 1 y 2.

2.3. Diagrama de solubilidad

El hierro puede estar presente en soluciones acuosas, como iones férricos y ferrosos, dependiendo del potencial de oxidación y del pH del medio. Si existe oxígeno suficiente disuelto en el medio, los iones férricos predominarán en el sistema. La Figura 3 muestra el diagrama de solubilidad del hidróxido férrico, donde se puede observar que el hierro forma hidróxidos en valores muy bajos de pH. En el presente estudio, han sido investigados los procesos de eliminación de hierro de disoluciones acuosas.

Se conoce que el principal proceso de eliminación de este metal es la precipitación. La adsorción del hierro en diversos adsorbentes es también posible y, según Ortiz^[15], los propios compuestos de hierro presentan una estructura cristalina favorable para ser utilizados como materiales adsorbentes.

2.4. Ensayos de precipitación

La solución acuosa sintética de hierro (100 y 200 mg/l Fe^{+3}) se preparó a partir de su sal (sulfato férrico) químicamente pura, acondicionada con ácido sulfúrico concentrado para alcanzar un pH cercano a 1,0.

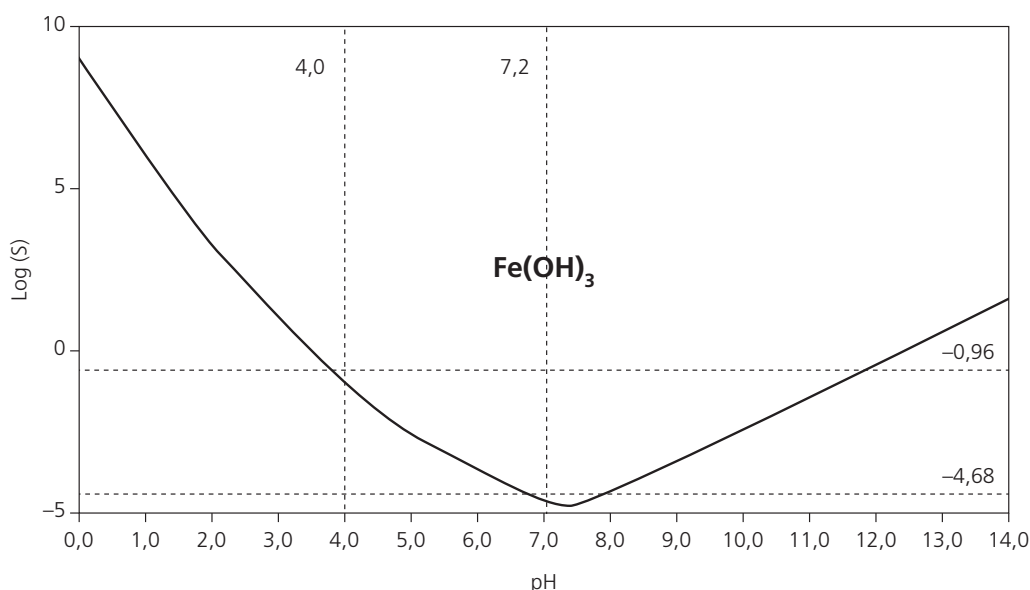


Figura 3. Diagrama de solubilidad (298 K) del Fe(OH)_3 (Pessim, 2000).

Figure 3. Fe(OH)_3 solubility diagram (298 K) (Pessim, 2000).

La solución sintética se bombeó a través de la columna, utilizando una bomba peristáltica (*Masterflex*, modelo 7518-10). Los caudales de alimentación de la solución fueron de 0,023 y 0,046 l/min, los cuales se midieron en un medidor de flujo de 60 mm (*Cole Parmer*, modelo N014-96).

Cuando la columna se llenó totalmente con la solución sintética, se activó, entonces, la otra bomba peristáltica (*Masterflex*, modelo 7518-10), que alimentó durante 10 min toda la pulpa de MgO (3% v/v) a la columna. La pulpa se preparó con una masa constante de 10,0 g para todos los experimentos. Se consideró como tiempo de operación cero, el instante en que se ingresó la pulpa de MgO a la columna. Los experimentos se realizaron por duplicado (A y B).

Se tomaron muestras y registraron valores de pH a la salida de la columna, en los tiempos de 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50, 60, 75, 90, 105, 120, 140/150, 160 y 180 min. Las muestras recogidas se filtraron en un sistema al vacío Millipore, utilizando un filtro de membrana de 0,8 µm de diámetro. El filtrado se recogió y se pipeteó una alícuota de 10 ml y se colocó en un frasco de muestras conteniendo 2 ml de solución 1% v/v de ácido sulfúrico, con la finalidad de mantener la estabilidad de la solución colectada. La concentración de hierro en disolución acuosa se determinó por espectrofotometría de absorción atómica (GBC, modelo 932 plus).

Después del tiempo de operación, para cada uno de los experimentos, se procedió a la cuantificación del sólido total retenido en la columna. Previamente, se ha filtró el material retenido en la columna, en un sistema al vacío Millipore, utilizándose papel filtro y, enseguida, la torta se secó en una estufa a una temperatura de 60 °C, aproximadamente durante 7 h. El sólido seco se observó en un microscopio electrónico de barrido (JEOL JSM 35C).

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Caracterización de la muestra de óxido de magnesio

La tabla I muestra la caracterización detallada del óxido de magnesio, que se ha utilizado para favorecer la precipitación del hierro. Se observa que, aproximadamente, 97 % del sólido es ocasionado por la presencia de periclásio (MgO), encontrándose en un estado más puro. La pérdida por calcinación de, aproximadamente 6%, es debido a la presencia de magnesita no calcinada.

En la figura 4, se observa la morfología de la partícula de óxido de magnesio, en un formato cúbico. Cabe resaltar, que la esfericidad de las partículas es

Tabla I. Caracterización del óxido de magnesio

Table I. Characterization of magnesium oxide

Análisis Físico	
Área superficial B.E.T. (m ² /g)	25,72
Diámetro de poros (mm)	0,021
Volumen de poros (mL/g)	0,14415
Diámetro medio (mm) (d ₁₀)	9,79
Diámetro medio (mm) (d ₅₀)	24,93
Diámetro medio (mm) (d ₉₀)	52,84
Fases cristalinas presentes	Periclásio (MgO)
DRX	Magnesita (MgCO ₃)
Análisis Químico (%)	
P.P.C.	5,85
MgO	97,44
Fe ₂ O ₃	0,94
SiO ₂	0,46
MnO	0,43
CaO	0,35
Al ₂ O ₃	0,12
SO ₃	0,11
Na ₂ O	0,10
Cl	0,02
K ₂ O	0,01
TiO ₂	0,01
Cr ₂ O ₃	0,01
*Reactividad (s)	70

d₁₀, d₅₀, d₉₀ = diámetro en el cual 10, 50 y 90% de las partículas son pasantes.

P.P.C. = pérdida por calcinación.

* Tiempo en segundos para neutralización de una cantidad padronizada de ácido acético.

una de las variables que conlleva la formación de lechos más homogéneos en el momento de la fluidización, siendo una variable importante para el cálculo de la velocidad mínima de fluidización. Por tanto, las partículas cúbicas necesitaran mayor velocidad de fluidización. La velocidad mínima de fluidización se calculó a partir de un balance de fuerzas en la columna y utilizando la ecuación de *Ergun*. Se obtuvo el valor de 0,05 cm/s, correspondiente a un caudal de 0,01 l/min y número de *Reynolds* igual a 0,07. El caudal de operación fue más elevado que el caudal mínimo y fue seleccionado para mantener un buen contacto sólido-líquido, considerando experimentos preliminares.

3.2. Precipitación de hierro

La Figura 5, muestra el efecto del tiempo de operación de la columna y de la concentración inicial del metal sobre la concentración final del efluente. Cuando la concentración inicial de hierro es de 100 mg/l con caudal de 0,023 l/min, y variando sola-

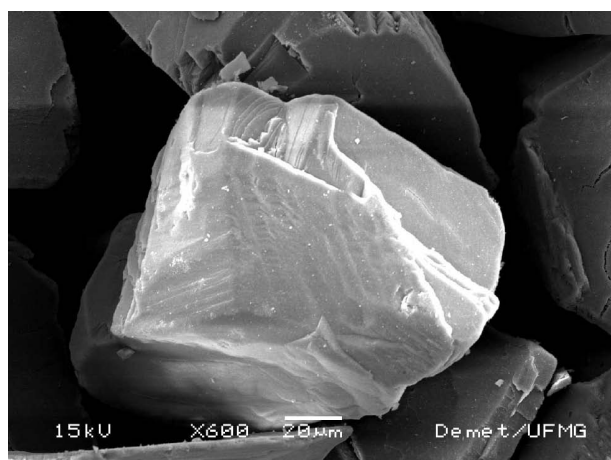


Figura 4. Micrografía de MEB, de la partícula de MgO, imagen por electrones secundarios.

Figure 4. Micrography of MgO particle obtained by secondary electrons in MEV.

mente el tiempo de operación de la columna; se ha observado que para ambos experimentos en 2 minutos de operación, ya se alcanza una elevada precipitación de hierro, reduciéndose la concentración de hierro soluble a valores de 2,0 y 7,6 mg/l respectivamente, valores aceptables de acuerdo con la legislación vigente en el país. Comparando los perfiles, en la misma figura 5, cuando la concentra-

ción inicial de hierro tiene un valor de 200 mg/l con el mismo caudal de 0,023 l/min; se ha observado que a pesar de diferencias en los perfiles de pH, no se ha encontrado una variación significativa en el perfil de las concentraciones.

En general, el pH, después de 4 min de operación, se mantuvo en valores superiores a 4,5. Este valor del pH es suficiente para una buena precipitación del hidróxido férrico, de acuerdo con el diagrama de solubilidad del hidróxido de hierro (III) (Fig. 3). Las concentraciones, después de 2 min de operación, presentan valores diferentes (8,1 y 1,5 mg/l) y, también, son inferiores a los valores límites exigidos por la Ley ambiental.

Se observó que, durante todo el tiempo de operación de la columna, ocurre una efectiva precipitación de compuestos de hierro, a pesar de haber alimentado al sistema una cantidad limitada de óxido de magnesio. Para la primera condición experimental, de concentración inicial de 100 mg/l de hierro y con una caudal de 0,023 l/min, durante un tiempo de operación de 180 min, se determinó que la cantidad estequiométrica necesaria de MgO para propiciar la precipitación de todo el hierro es de 8,72 g. Se ha utilizado un exceso en masa de 15 %. Para 0,046 l/min y concentración inicial de hierro de 200 mg/l, la masa estequiométrica de MgO es de 18,2 g, mas bajo que el valor adicionado en la columna. También, se observó que la capacidad de elimina-

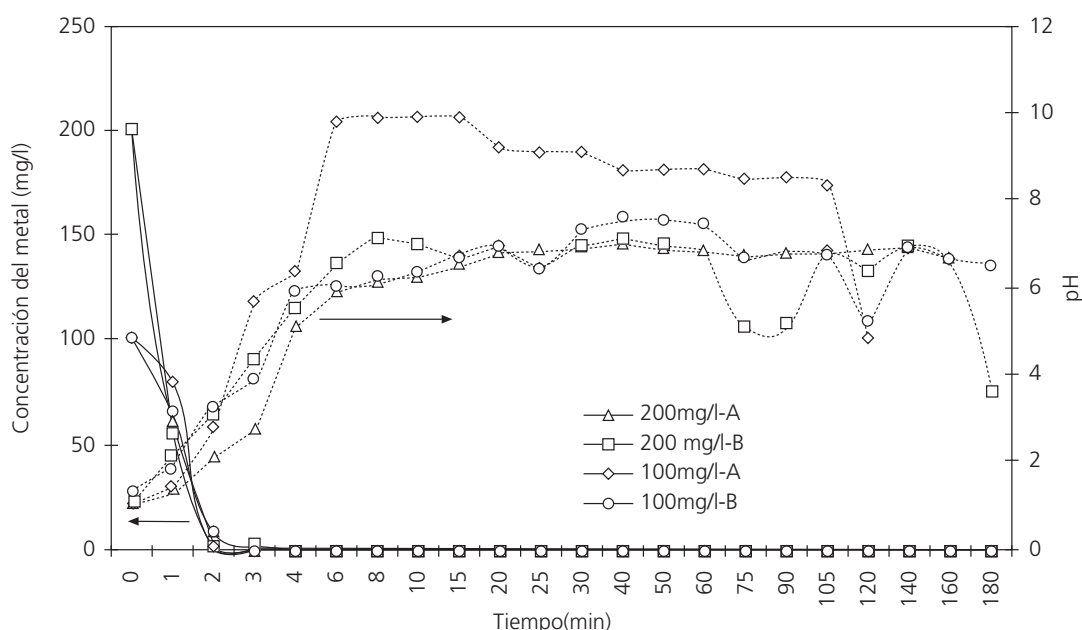


Figura 5. Efecto del tiempo de operación de la columna y de la concentración inicial de hierro, sobre la concentración final de hierro y pH en la salida de la columna. Caudal de alimentación 0,023 l/min.

Figure 5. The effect of operation time and ferric ions initial concentration on final concentration and pH in the column effluent solution. Flow rate 0.023 l/min.

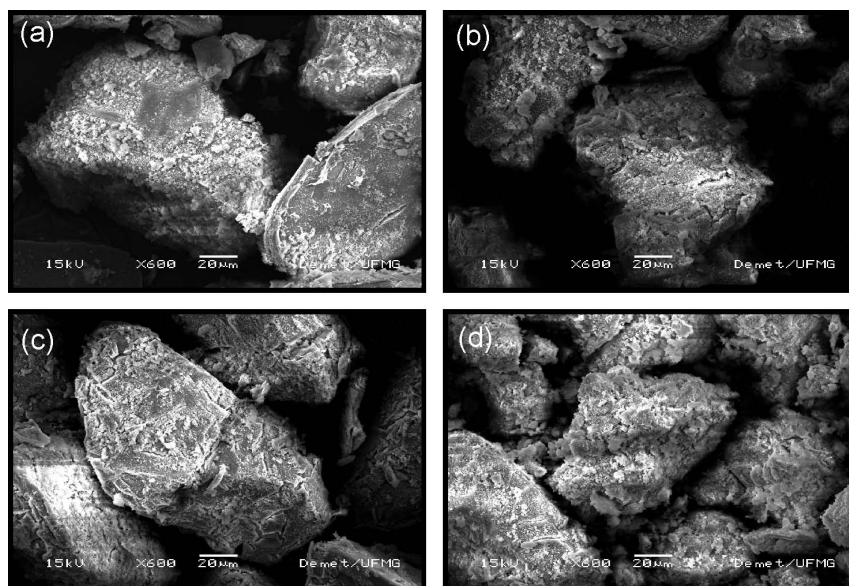


Figura 6. Micrografías de MEB, de los productos de precipitación, imagen por electrones secundarios. Caudal de alimentación 0,023 l/min.

Figure 6. Microographies of precipitation products obtained by secondary electrons in MEV. Feed flow rate of 0.023 l/min.

ción de hierro se mantuvo, lo cual está relacionado con el efecto tampón del MgO.

En la figura 6, se muestran las micrografías de los precipitados obtenidos en los experimentos. Se ha identificado la formación de sólidos (hidróxido férrico) en la superficie del óxido, formando una película rugosa. El análisis realizado en microscopio electrónico de barrido por EDS (Espectrometría de Dispersión de Energía), mostró valores elevados de hierro en la superficie de la partícula. No se observó alteración alguna de la forma de la partícula, lo que indica, por tanto, la existencia de una cantidad considerable de óxido de magnesio, que puede estar impedido de reaccionar debido a la resistencia ocasionada por la presencia de una película de compuestos de hierro. Sin embargo, este aspecto merece una investigación adicional, para establecer si la película es pasivadora, impidiendo la continuación de la reacción.

Un proceso innovador para eliminar metales pesados de efluentes acuosos sintéticos conteniendo cobre, cinc y níquel ha sido desarrollado por Zhou *et al.*^[6]. Este proceso, se fundamenta en la inducción de la precipitación de metales pesados, sobre partículas de arena en un reactor de lecho fluidizado. Según Zhou *et al.*^[6] ocurren dos reacciones en el interior del reactor, “precipitación en el núcleo” y “precipitación discontinua o heterogénea”. La primera reacción permite que la precipitación del metal se efectúe sobre la superficie de arena; en cuanto la segunda reacción, se refiere al fenómeno que ocurre en la solución, en vez de realizarse en la superficie de la arena. Haciendo una analogía entre los resulta-

dos de Zhou *et al.*^[6] y los obtenidos en el presente trabajo, se puede concluir que el mecanismo de precipitación del metal puede ocurrir de dos formas: (i) nucleación primaria heterogénea, donde la deposición del sólido se produce en la superficie de MgO presente en el sistema, (ii) nucleación secundaria y crecimiento de cristales.

En el primer caso, se verifica una gran deposición de hidróxido férrico en la superficie del MgO. En el segundo fenómeno, se genera una gran formación de finos, una vez que la nucleación predomina sobre el crecimiento; entonces, se dificulta la operación del sistema.

La figura 7, muestra el efecto del tiempo de operación de la columna y de la concentración inicial del metal sobre la concentración final del efluente, en la salida de la columna. Cuando la concentración inicial de hierro es de 100 mg/l, con caudal de 0,046 l/min y variando, solamente, el tiempo de operación de la columna, se ha observado que para ambos experimentos, en 1 min de operación, ya se alcanza una elevada precipitación de hierro, reduciéndose la concentración de hierro soluble a valores de 0,05 y 1,2 mg/l, respectivamente. Comparando ambas curvas de concentración de la misma figura 7, cuando la concentración inicial de hierro se aumenta a 200 mg/l, con el mismo caudal de 0,046 l/min y variando, solamente, el tiempo de operación de la columna, se determinó que, en ambas condiciones experimentales, después de 1 min de operación, también se alcanza una elevada precipitación de hierro, reduciendo la concentra-

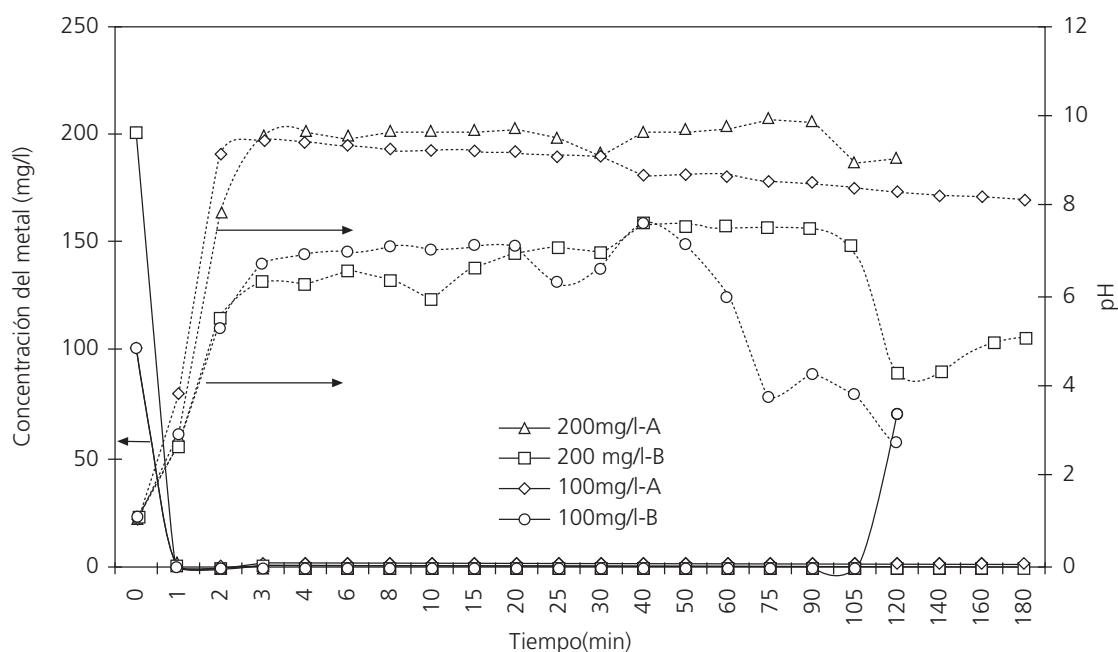


Figura 7. Efecto del tiempo de operación de la columna y de la concentración inicial de hierro, sobre la concentración final de hierro y pH en la salida de la columna. Caudal de alimentación 0,046 L/min.

Figure 7. The effect of operation time and ferric ions initial concentration on final concentration and pH in the column effluent solution. Flow rate 0.046 l/min.

ción de hierro soluble a valores de 0,3 y 0,06 mg/l, respectivamente. Se ha verificado que, con el aumento del caudal y la concentración inicial del hierro se obtienen valores extremadamente bajos de concentración de hierro, en un tiempo muy corto de operación de la columna (1 min). También, se ha observado que con un mayor caudal y un menor tiempo de residencia en la columna se consigue una mejor precipitación del hierro. Esto, se debe a la generación de una mayor turbulencia en la columna, que optimiza el contacto sólido-líquido y, consecuentemente, proporciona mayores tasas de reacción. El aumento de la concentración inicial del metal también favorece mayores rendimientos, siempre y cuando se opere la columna con una mayor sobresaturación.

Igualmente, se ha verificado que, una elevada eficiencia en la precipitación se alcanzó en pocos minutos de reacción. Fue posible una operación bastante estable de la columna, necesaria para una aplicación industrial, obteniéndose elevados de valores de pH en la salida de la columna, lo que favoreció bajos valores finales de concentraciones de hierro. El tiempo de operación de la columna se ha mantenido hasta 180 min. Será objeto de otros estudios, la determinación del tiempo, en el cual el lecho pierde su capacidad de eliminación de hierro, debido a la cantidad limitada de MgO introducida en el reactor al inicio del experimento. La figura 8 muestra las imágenes de

los productos sólidos obtenidos en los experimentos realizados con el mayor caudal (0,046 l/min). Esta película formada en la superficie, es mucho más espesa que aquella mostrada en la figura 6, lo que reafirma que alcanzando mejores condiciones de contacto en el lecho fluidizado, se propicia una mejor precipitación en el sistema.

4. CONCLUSIONES

El hierro ha sido eliminado con eficacia de una solución acuosa sintética ácida (pH=1), por precipitación con óxido de magnesio, en un reactor de lecho fluidizado. El proceso de precipitación ha sido realizado con éxito, utilizando como agente precipitante magnesia cáustica de elevada pureza, alimentada en la forma de pulpa después de llenar el reactor con la solución sintética conteniendo el hierro soluble. Se han estudiado dos diferentes concentraciones de hierro en la solución (100 a 200 ppm) y dos diferentes caudales de alimentación, 0,023 y 0,046 l/min. Se lograron alcanzar porcentajes de eliminación de hierro superiores a 99 %, en relación a los valores de pH observados, variando entre 6 y 9. Las concentraciones de hierro en las soluciones finales alcanzaron valores muy bajos comparados con los valores límites establecidos por la legislación vigente en el país (15 mg/l) y en el Estado de Minas Gerais (10 mg/l).

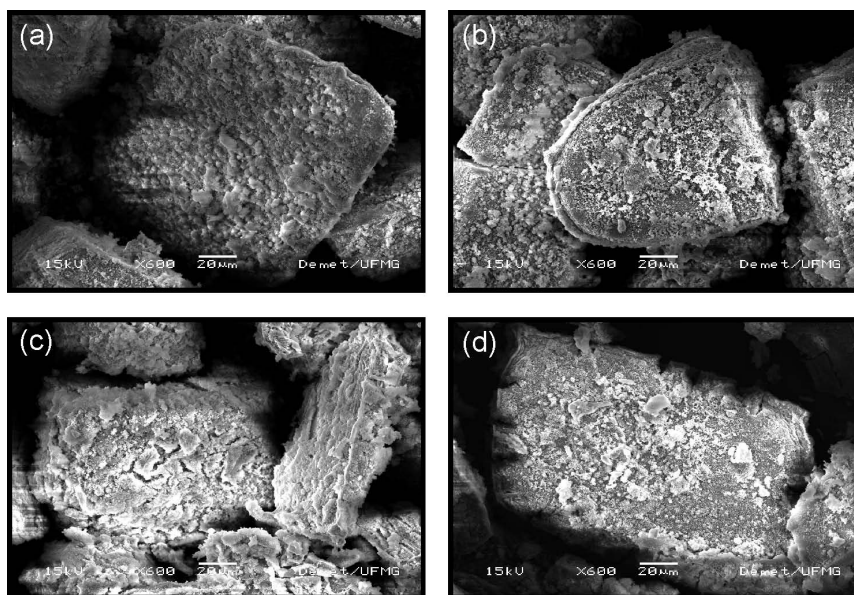


Figura 8. Micrografías de MEB, de los productos de precipitación, imagen por electrones secundarios. Caudal de alimentación 0.046 l/min.

Figure 8. Micrographies of precipitation products obtained by secondary electrons in MEV. Feed flow rate of 0.046 l/min.

Los productos de precipitación obtenidos formaron una película rugosa en la superficie del óxido y fueron detectados por EDS valores elevados de hierro en la superficie de la partícula. No se ha observado alteración alguna de la forma de la partícula lo que, por tanto, indica la existencia de una cantidad considerable de óxido de magnesio que puede estar impedido de reaccionar, debido a la resistencia ocasionada por la película de compuestos de hierro. Sin embargo, los mecanismos de eliminación de hierro con MgO en lecho fluidizado deben ser investigados.

Agradecimientos

Los autores desean agradecer a la Fapemig- Fundação do Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais-Brasil el apoyo económico recibido para la realización de este estudio.

REFERENCIAS

- [1] W. DE FIGUEIREDO, *Rev. Bras. Tec.* 14 (1983) 41-45.
- [2] M. J. SANTOS y E. OLIVEIRA, *Quím. Nova* 21 (1998) 551-556.
- [3] A. SANTOS et al., *Quím. Nova* 17 (1994) 277-280.
- [4] B. MORAIS y S. FERREIRA, *XIX Encontro Nacional de Tratamento de Minérios e Metalurgia Extrativa, I Simpósio de Minerais Industriais do Nordeste*, Pernambuco, Brasil, 2002.

- [5] L. CHARERNTANYARAK, *Water Sci. Technol.* 39 (1999) 135-138.
- [6] P. ZHOU et al., *Water Res.* 33 (1999) 1.918-1.924.
- [7] J. TERINGO III, *Pollut. Eng.* (1987) 78-83.
- [8] A. E. LEWIS y D. GUILLARD, *Ind. Eng. Chem. Res.* 40 (2001) 5.564-5.569.
- [9] D. JONES, *Project MM204.2*, EWL Sciences Pty. Ltd., 2002.
- [10] Y. WANG y P. ANDERSON, *Water Sci. Technol.* 26 (1992) 2.141-2.143.
- [11] D. BHATTACHARYYA, *Separ. Sci. Technol.* 14 (1979) 441-452.
- [12] J. RUBIO y F. TESSELE, *Miner. Eng.* 10 (1997) 671-679.
- [13] V.S. BIRCHAL, S.D.F. ROCHA, M.B. MANSUR Y V.S.T. CIMINELLI, *Can. J. Chem. Eng.* 79 (2001) 507-511.
- [14] M. SECKLER, Tesis Doctoral, Faculty of Mechanical Engineering, Delft University of Technology, 1994.
- [15] R. SIQUEIRA et al., *Congresso Brasileiro de Engenharia Química*, 14, Natal, Brasil, 2002.
- [16] M. GURGUEL, *Congresso Brasileiro de Engenharia Química*, 14, Natal, Brasil, 2002.
- [17] N. ORTIZ, Tesis Doctoral, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, 2000.
- [18] M.I. MARTÍN, F.A. LOPEZ, A.LÓPEZ-DELGADO, C. PÉREZ Y F.J. ALGUACIL, *Rev. Metal. Madrid* 40 (2004) 324-328.