

## Escalamiento de prueba electroquímica para blanqueamiento de arcillas caoliníticas Electrochemical test scaling for kaolinite clay bleaching

A. Trujillo-Estrada <sup>a,b\*</sup>, V. E. Reyes-Cruz <sup>a</sup>, J. A. Cobos-Murcia <sup>a</sup>, Q. L. Reyes-Morales <sup>a</sup>, F. Legorreta-García <sup>a</sup>,  
J. C. Juárez-Tapia <sup>a</sup>

<sup>b</sup> Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, Depto. de Cátedras, Av. Insurgentes Sur 1582, Col. Crédito constructor, Deleg. Benito Juárez, Ciudad de México, CP. 03940, México.

<sup>a</sup> Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, 42184, Pachuca, Hidalgo, México.

### Resumen

Las arcillas caoliníticas son una de las materias primas, no metálicas, de mayor consumo e importancia industrial; la aplicación de varias técnicas de purificación provoca que el costo para su tratamiento se incremente, por el uso de ácidos y algunos otros materiales que se utilizan en dichos procesos. En este trabajo se presentan resultados del escalamiento del proceso electroquímico de blanqueamiento de arcillas caoliníticas para utilizarlo a nivel industrial, y se verifica con los análisis que los resultados sean coherentes entre sí. Se logró el depósito de Fe, Ti, Co y Se, entre otros de forma potenciostática, en un sistema de 2 electrodos. La blancura máxima alcanzada de la arcilla caolinítica para este sistema fue 84.4 u.a. Se demostró con los análisis de DXR que los procesos de reducción que se llevan a cabo en la superficie de los discos de latón se dan de forma selectiva, ya que en uno se encuentra el Fe y en otro el Se.

### Palabras Clave:

Escalamiento, arcillas caoliníticas, proceso electroquímico.

### Abstract

The kaolinitic clays are one of the raw materials, non-metallic, of greater consumption and industrial importance; The application of various purification techniques causes the cost for its treatment to increase, due to the use of acids and some other materials that are used in these processes. In this work, results of the scaling of the electrochemical bleaching process of kaolinitic clays are presented for use at an industrial level, and it is verified with the analyses that the results are consistent with each other. The deposit of Fe, Ti, Co and Se among others was achieved in a potentiostatic way, in a 2-electrode system. The maximum achieved whiteness of the kaolin clay for this system was 84.4 u.a. It was demonstrated with the RDX analyzes that the reduction processes carried out on the surface of the brass discs occur selectively since Fe is found in one and Se in another.

### Keywords:

Scaling, kaolinitic clays, electrochemical process.

### 1. Introducción

Los usos del caolín o arcillas caoliníticas son muy numerosos y variados hasta el punto que el empleo de esta importante materia prima llega a cubrir más de un centenar de aplicaciones en productos industriales muy diferentes entre sí. Este es una de las materias primas, no metálicas, de mayor consumo e importancia industrial (Bartolomé J. F., 1997).

Los procesos de purificación para el blanqueamiento del caolín que han adquirido mayor importancia son: el proceso de

lixiviación, que consiste en tratar el caolín con ácidos a fin de reducir los óxidos de hierro presentes y el proceso de flotación,

que consiste en agregar un surfactante hidrófobo a la solución para atrapar las impurezas del caolín mediante burbujas de aire.

Sin embargo, la aplicación de estas técnicas de purificación genera un incremento en los costos de producción. Además, al utilizar ácidos o sustancias especiales se generan residuos que no se pueden reutilizar, y por lo tanto, contaminan el medio ambiente.

\*Autor para la correspondencia: ariadnat@gmail.com

Correo electrónico: reyesacruz16@yahoo.com (V. E. Reyes-Cruz), catseven78@gmail.com (J. A. Cobos-Murcia), quinik15@hotmail.com (Q. L. Reyes-Morales), felegorreta@hotmail.com (F. Legorreta-García), jcuarez@uaeh.edu.mx (J. C. Juárez-Tapia).

El empleo de un proceso electroquímico para el blanqueamiento de arcillas caoliníticas, tiene la ventaja de ser eco amigable, ya que se puede utilizar el electrolito una y otra vez, sin afectar el costo de producción de la arcilla caolinítica, evitando la contaminación del medio ambiente (Flores Segura ,2012. Melo López, 2014).

Por lo tanto, en este trabajo se presentan los resultados del escalamiento del proceso electroquímico de blanqueamiento del caolín para emplearlo a nivel industrial. Además, el escalamiento de estas pruebas que se realizaron en el laboratorio de procesos electroquímicos de la UAEH, fue con la finalidad de promover la tecnología generada y transferirla a la industria minera.

## 2. Metodología

Las pruebas de macroelectrólisis se realizaron en una celda electroquímica de dos electrodos, a un potencial controlado de 4V, durante 3 horas y con una velocidad de agitación de 64 rpm. Los análisis de DRX de los polvos de las arcillas y los residuos de los discos se realizaron en un equipo Inel Equinox 2000 con fuente de Cobalto. La blancura de las arcillas se determinó con un espectrómetro Ocean Optics USB 4000, y conductividad se midió con un potenciómetro marca ORION Thermo SCIENTIFIC con la celda de Conductividad 013010MD.

Para llevar a cabo un escalamiento de la prueba electroquímica del blanqueamiento de arcillas caoliníticas se llevaron a cabo varias pruebas a nivel laboratorio, donde se determinó el porcentaje en peso de la arcilla caolinítica, el ácido oxálico y el dispersante que se utilizó en la prueba de macroelectrólisis; además del total de agua purificada que el sistema necesita.

En un recipiente de al menos 500 litros de capacidad, se agregan 1.836 kg del ácido oxálico, 522 gramos de dispersante y 230 litros de agua purificada; después se va agregando poco a poco 30.6 K de arcilla caolinítica. El sistema electroquímico se compone de 4 discos de latón comercial con un diámetro de 30 cm cada uno, de tal manera que todos los discos hagan contacto entre ellos, pero sin que hagan contacto eléctrico con las 4 láminas de grafito (cuadradas de 30 cm por lado y de 1" espesor). Una vez que todo esté conectado se prende la fuente y se lleva hasta 4V, registrando los datos de cambio de corriente.

Se tomaron muestras de aproximadamente 80ml de alícuota del sistema electroquímico cada 30 minutos, se midió la conductividad en cada una de ellas y después se filtraron y se lavaron, de modo que solo quedo la arcilla caolinítica para realizar pruebas de blancura.

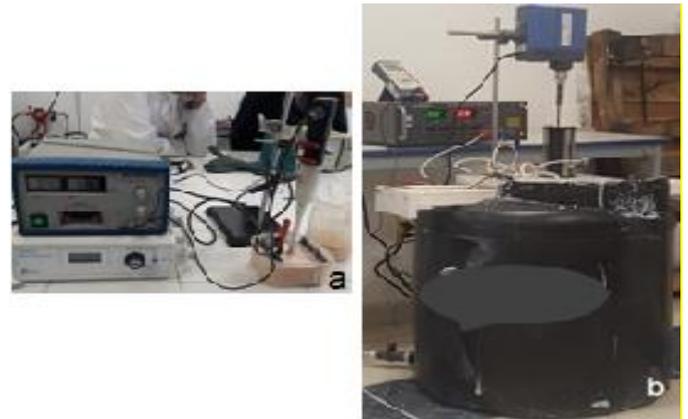
Además, cada hora se detiene el proceso para sacar los discos y darles un pulido mecánico con lija de agua número de grano 400. El polvo que se obtuvo sobre la superficie de los discos, se almacenó por separado para analizarlo mediante DRX. Por último, se instala nuevamente los discos al sistema electroquímico hasta completar 3 horas de proceso.

## 3. Resultados y discusión

La Figura 1 muestra las imágenes de las celdas electroquímicas utilizadas para el blanqueamiento de las arcillas caoliníticas.

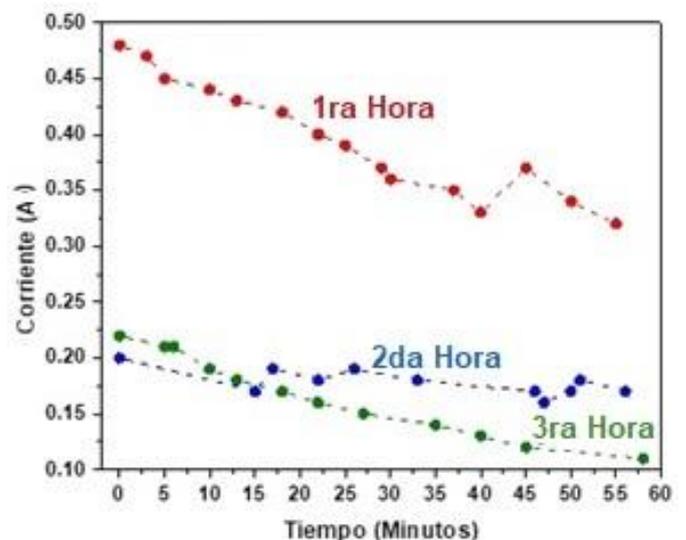
En la Figura 1a, se muestra la celda electroquímica de microelectrólisis utilizada para el blanqueamiento de las arcillas

caoliníticas con dimensiones de proceso en el laboratorio de 100 ml de electrolito y 30 gramos de arcilla caolinítica; con un potencial aplicado de 4V. Mientras que en la Figura 1b se muestra la celda electroquímica de macroelectrólisis, con dimensiones correspondientes a 230 litros de electrolito y 30.6 kilos de arcilla caolinítica. Ambas celdas permanecieron en agitación a 64 rpm, durante todo el proceso. La prueba de microelectrólisis en laboratorio mostró que, con 4V impuestos en la celda electroquímica, la corriente disminuye hasta la segunda hora del proceso. Mientras que la mejor blancura se obtiene a los 120 minutos de tratamiento, esperando obtener el mismo resultado en el escalamiento.



**Figura 1:** (a) Prueba de laboratorio: 100 ml solución y 30 gramos de arcilla y b) Escalamiento de prueba electroquímica 230 lt de solución y 30.6 kg de arcilla.

En la Figura 2 se muestran los transitorios potenciostáticos de los cronoamperogramas aplicadas a tiempos de 1 hora en un sistema de macroelectrólisis con 2 electrodos, cuando se impone un potencial de celda de 4V. Los valores de corriente registrada en cada hora de proceso, se observan relativamente separadas; es decir, se presenta un comportamiento diferente por cada hora de tratamiento.

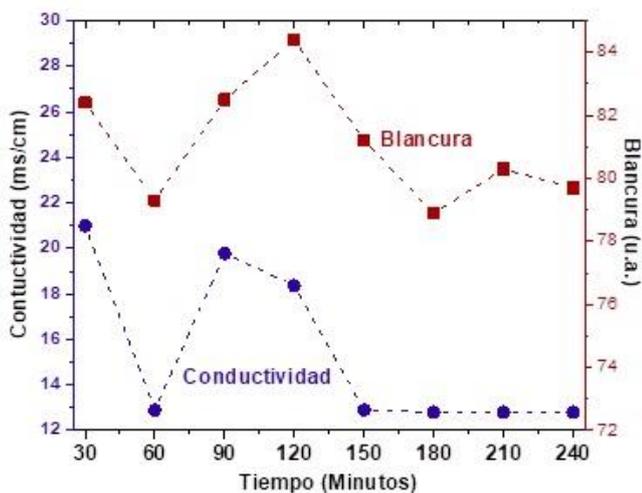


**Figura 2:** Corrientes obtenidas durante el blanqueamiento electroquímico de arcillas caoliníticas durante tres horas (pulido cada hora los discos de latón).

Además, se observa que para la primera hora la corriente inicia en 0.48 A y conforme se incrementa el tiempo de electrolisis la corriente registrada desciende a 0.32A en un lapso de 55 minutos. La segunda señal que corresponde a la hora 2, inicia en 0.2A y desciende de la misma forma como se incrementa el tiempo, hasta llegar a solo 0.17 A en un tiempo de 56 minutos. Lo mismo ocurre para la tercera señal que corresponde a la hora 3, que inicia en 0.22 A y desciende a 0.11 A en 58 minutos.

Por otra parte, se aprecia que la corriente de todo el proceso cambio de 0.48 a 0.11 A, por lo que es importante señalar que los cambios en la corriente podrían atribuirse a que el sistema electroquímico alcanzó una saturación del electrolito. Esto debido a que eventualmente las especies iónicas que provienen de la arcilla, mueve la condición energética de potencial, en donde se llevan a cabo la reducción de las mismas y con una menor transformación de estas. Además, puede ser atribuido a que la distribución de corriente se da para cada una de las especies presentes en el electrolito y la reducción de los iones metálicos en los discos sea de manera selectiva, es decir que los diferentes iones encuentren la zona ideal para adherirse a la superficie de los discos y estos se saturan en un lapso de 40 o 50 minutos.

La Figura 3 muestra los datos de conductividad (ms/cm) y blancura (u.a.) para 8 muestras del sistema electroquímico. En ella se aprecia el comportamiento de la conductividad eléctrica, donde se observa que en los primeros 30 minutos se presenta 21 ms/cm con 21 mg·L de sólidos disueltos en el electrolito. Sin embargo, a los 60 minutos la conductividad desciende hasta 12.9 ms/cm y a los 90 minutos los sólidos disueltos en el electrolito aumentan a 19.77 ms/cm. Mientras que a los 120 minutos la conductividad disminuye a 18.36 ms/cm y a partir de los 150 minutos hasta los 240 minutos la conductividad permanece en un valor de 12.8 ms/cm.

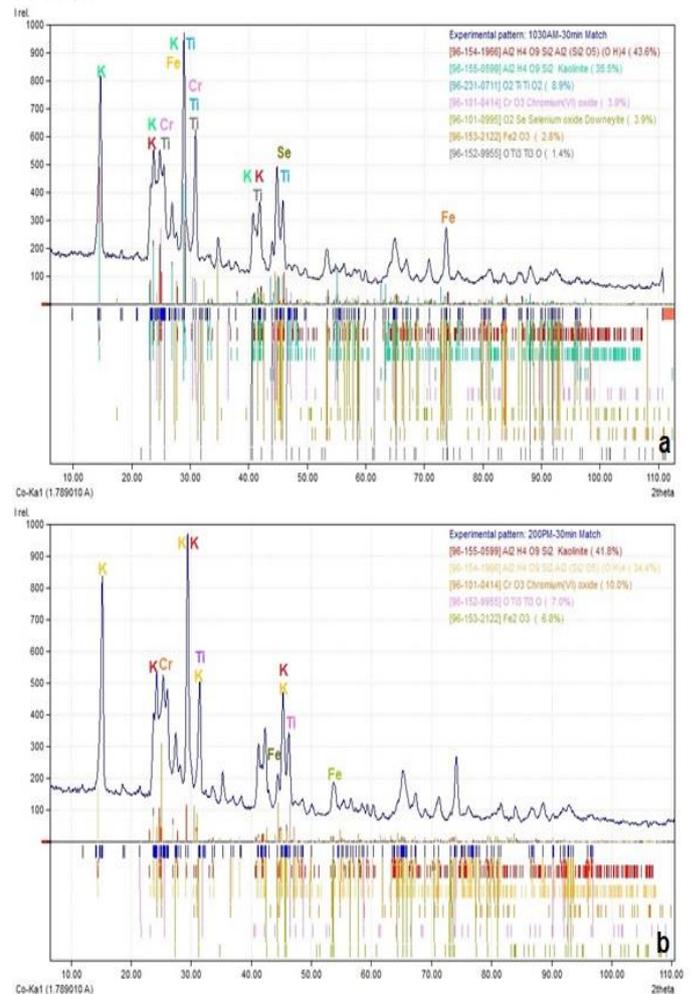


**Figura 3:** Conductividad del electrolito y blancura de la arcilla, muestras tomadas cada 30 minutos.

Este comportamiento en la conductividad se atribuye a que las especies metálicas en la estructura del caolín, son forzadas por el sistema electroquímico, a salir del mismo, por consiguiente, se tiene una mayor cantidad de iones metálicos dispuestos a adherirse a los discos de latón. Por otra parte, cuando la superficie de los discos se satura con las especies depositadas, y al no poder obtener un lugar en la superficie del disco para depositarse, estas especies saturan el electrolito y se reintegran nuevamente a la estructura del caolín.

Por otra parte, a los 30 minutos la blancura de la muestra de arcilla caolinítica es de 82.4 u.a. y disminuye a 79.3 u.a. a los 60 minutos. Mientras que a partir de los 60 minutos la blancura aumenta nuevamente y alcanza posteriormente un máximo de 84.4 u.a. en los 120 minutos de proceso. Además, a partir de los 150 minutos y hasta los 240 minutos del proceso, la blancura tiende a bajar nuevamente hasta valores de 79.7 u.a. Este comportamiento se atribuye a que los contaminantes regresan nuevamente a la estructura de la arcilla caolinítica, es decir, las especies de hierro disueltas se incorporan nuevamente a la estructura de caolín.

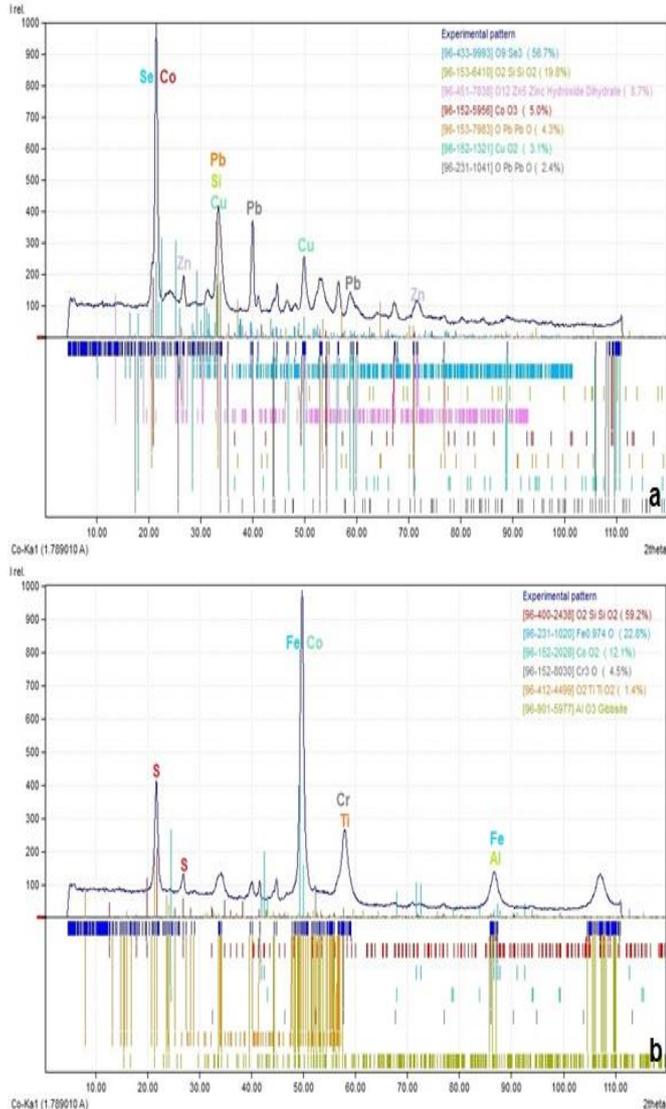
Por otra parte, la Figura 4 muestra los resultados del análisis de DRX del (a) caolín inicial y del (b) caolín al final del proceso. En la Figura 4a, se aprecia que la arcilla contiene: dos tipos de caolinita (K), dos tipos óxido de Titanio (Ti), óxido de cromo (Cr), óxido de Selenio (Se) y óxido de hierro (Fe). Mientras que en la Figura 4b se aprecia que la muestra contiene dos tipos de caolinita (K), dos tipos óxido de titanio (Ti), óxido de cromo (Cr) y óxido de hierro (Fe), pero ya no aparece el óxido de Selenio (Se), que se encuentra presente en la muestra inicial. Esto indica que el selenio se retiró por completo de la arcilla al depositarse sobre los discos de latón.



**Figura 4:** DRX de las muestras de arcilla caolinítica: a) inicial; b) final.

La Figura 5 muestra el análisis de DRX a los depósitos obtenidos sobre 2 de los 4 discos de latón utilizados en el sistema electroquímico para el blanqueamiento de arcillas caoliníticas. En

la Figura 5a, se muestra el análisis de DRX de los depósitos del disco 1 que contiene óxido de selenio (Se) en un 56.7% del total de la muestra y óxido de cobalto (Co) en menor proporción, este último no se observó en los análisis de la Figura 4. Además, también se observó óxido de zinc (Zn), dos tipos óxido de plomo (Pb) y óxido de cobre (Cu).



**Figura 5:** DRX de las muestras obtenidas con tratamiento mecánico, de los discos de la prueba: a) disco 1; b) disco 2.

La Figura 5b muestra que los depósitos del disco 2 contienen óxido de silicio (Si), óxido de cobalto (Co), óxido de cromo (Cr), óxido de hierro (Fe), óxido de titanio (Ti) y óxido de aluminio (Al), que de la misma forma algunos de ellos no fueron registrados en los análisis de la figura 4. Estos resultados muestran en principio que el proceso de reducción de las especies sobre los discos de latón se puede llevar de forma selectiva, cuando los iones se encuentran un lugar ideal de la superficie (Peláez Cid, 2012). Además, el análisis comprueba que dos discos en el mismo sistema pueden tener diferentes óxidos adheridos en su superficie, aun cuando sea del mismo material.

#### 4. Conclusiones

El proceso electroquímico para blanqueamiento de arcillas caolínicas ha demostrado que con un escalamiento bien planeado se puede transferir la tecnología a los industriales mineros interesados en ella. Los resultados muestran que el tiempo máximo del proceso de blanqueamiento de ser de 120 minutos, en el cual se alcanza el máximo valor de blancura (84.4 u. a). Los cambios que se dan en la conductividad del electrolito y la blancura, se atribuyen a que el sistema disuelve otra vez los iones no solo de hierro, sino de todas las especies metálicas contenidas en la arcilla.

#### 5. Referencias

- Bartolomé J. F., 1997. El Caolín: composición, estructura, génesis y aplicaciones. Boletín De La Sociedad Española De Cerámica Y Vidrio. Artículo de revisión, ISSN 0366-3175, Vol. 36, N° 1, 1997, págs. 7-20.
- Flores Segura J.C., Reyes Cruz V.E., Legorreta García F., Hernández Cruz L.E. y Veloz Rodríguez M., (2012). Purificación de arcillas de caolín mediante técnicas electroquímicas. Desarrollos Recientes en Metalurgia, Materiales y medio ambiente. Capítulo 26, 277-286. DOI: [https://www.uaeh.edu.mx/investigacion/productos/6447/capitulo\\_26.pdf](https://www.uaeh.edu.mx/investigacion/productos/6447/capitulo_26.pdf)
- Melo Lopez Andy Alan, Veloz Rodríguez Maria Aurora, Reyes Cruz Victor Estéban, 2014. Study of Clays Electrochemical Purification. Chemical Engineering Transactions, 41, 55–60. DOI: 10.3303/CET1441010
- Peláez Cid A. Alicia, Teutli León Margarita, 2012. Lignocellulosic Precursors Used in the Elaboration of Activated Carbon. Ebook (PDF) ISBN : 978-953-51-6127-1. DOI: 10.5772/39364.