

Análisis de la precipitación de especies químicas en la superficie de residuos industriales al  
contacto con aguas contaminadas

Julián Camilo Téllez Peña

Trabajo de Grado para Optar al Título de Ingeniero Metalúrgico

Director

Dr. Pedro Luis Delvasto Angarita

Doctorado en Ciencia y Tecnología de los Materiales

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales

Bucaramanga

2022

### **Dedicatoria**

A Dios en primer lugar porque me fortalece siempre y su palabra me guía por el camino del éxito.

A mis padres, Indira Peña y Daniel Téllez por el esfuerzo y acompañamiento, quienes han sido mi primera escuela, mi apoyo incondicional, por no dejarme desfallecer ante las diferentes adversidades y dificultades, por su amor sin medidas, su motivación, ejemplo, perseverancia y lucha para afrontar la vida y todo lo que conlleva, mil gracias jamás tendré como compensarles.

A mis viejos y abuelos Daniel Téllez Domínguez, Ofelia Navarro, José Peña y Ninfa Obeso, por sus enseñanzas, apoyo incondicional, amor, carácter y decisión para luchar por mis sueños.

A Marya Delgado por su amor, por permanecer junto a mí en los momentos oportunos, para no desfallecer ante la adversidad, quien me orientó en la toma de decisiones que contribuyeron en mi crecimiento personal.

A mi hermano, tíos, tías y padrinos por sus apoyos y consejos para asumir con certeza las distintas situaciones que surgieron a través del tiempo.

A mis compañeros de carrera, selección de fútbol UIS, grupo juvenil JESUA y demás entidades que acompañaron mis procesos vividos en la universidad, cuyos aportes dejaron aprendizajes durante todo mi proceso académico y social.

A cada profesor, que con sus diferentes talentos apoyaron mi crecimiento profesional e hicieron de mi paso por la universidad una gran anécdota más para contar.

### **Agradecimientos**

Al profesor Pedro Luis Delvasto Angarita por todas sus enseñanzas, apoyo incondicional, colaboración, tiempo dedicado, confianza y paciencia para abordar este proyecto. Gracias por ser un maestro y una motivación para luchar por causas justas e impulsarme en este camino de la ingeniería y la investigación.

A la Universidad Industrial de Santander, la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales y todo el personal docente que me ayudó en mi formación profesional.

Al laboratorio de rayos X, del Parque Tecnológico Guatiguará de la Universidad Industrial de Santander, por los servicios prestados en difracción de rayos X, en la realización del proyecto.

Al Laboratorio de Microscopia, de la Universidad Industrial de Santander, al doctor Carlos Alberto Ríos Reyes y al geólogo Carlos Alberto Villarreal Jaimes, por los servicios prestados de microscopia electrónica de barrido (SEM) en la presente investigación.

A Yury López, Javier Gaitán, Juan Domingo, Mario y demás técnicos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica por el apoyo y colaboración brindada en cada uno de los laboratorios cursados durante la carrera y el desarrollo del presente proyecto.

Al grupo de investigación GIMBA, por permitir el desarrollo del proyecto y a su personal técnico y administrativo por su ayuda y servicios prestados.

Al ingeniero Carlos Arias y al profesor Jhon Palacios por ser un apoyo y consecuente para la realización y acompañamiento de este proyecto.

**Tabla de contenido**

	Pág.
Introducción .....	10
1. Objetivos .....	12
1.1. Objetivo General .....	12
1.2. Objetivos Específicos.....	12
2. Marco teórico y estado del arte .....	13
3. Metodología experimental .....	18
3.1. Origen y características de los residuos. ....	18
3.2. Formulación del agua ácida simulada y experimentos de puesta en contacto con los residuos.20	
3.3. Análisis químico de los líquidos sobrenadantes .....	22
3.4. Caracterización de los sólidos obtenidos .....	24
3.4.1. Ensayo FTIR (Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier) .....	24
3.4.2. Ensayo DRX (Difracción de rayos X) .....	24
3.4.3. Ensayo SEM (Microscopio electrónico de barrido).....	25
4. Resultados y discusión .....	26
4.1. Resultados de la capacidad neutralizante y de remoción de metales pesados en los residuos26	
4.2. Identificación de fases presentes en el polvo de acería por FTIR-ATR .....	28
4.3. Análisis mineralógico del polvo de acería por DRX .....	28
4.4. Estudio micro-químico del polvo de acería por SEM-EDS.....	30
4.5. Discusión de resultados.....	33
5. Conclusiones .....	34
Referencias Bibliográficas .....	35
Apéndices.....	39

**Lista de Tablas**

	<b>Pág.</b>
<b>Tabla 1.</b> <i>Información y características de cada residuo</i> .....	18
<b>Tabla 2.</b> <i>Ubicación y tipos de empresas generadoras de residuos</i> .....	19
<b>Tabla 3.</b> <i>Rango de valores reportados en la caracterización de DAM generados en Santander</i> ..	21
<b>Tabla 4.</b> <i>Formulaciones para la preparación del agua ácida simulada</i> .....	22
<b>Tabla 5.</b> <i>Comparación residuos sin contacto vs residuos en contacto con sulfatos de Fe, Al, Cu y Mn, durante 48 horas</i> .....	27
<b>Tabla 6.</b> <i>Comparación residuos sin contacto vs residuos en contacto con agua ácida durante 1 semana</i> .....	27
<b>Tabla 7.</b> <i>Fases del polvo de acería identificadas por el análisis mineralógico DRX</i> .....	29
<b>Tabla 8.</b> <i>Composición micro-química del polvo de acería sin contacto con agua ácida</i> .....	31
<b>Tabla 9.</b> <i>Composición micro-química del polvo de acería en contacto con agua ácida</i> .....	31
<b>Tabla A1. 1.</b> <i>Artículos de investigaciones sobre drenajes ácidos de mina</i> .....	39
<b>Tabla A4. 1.</b> <i>Puntos de calibración de la curva concentración vs turbidez</i> .....	44

## Lista de Figuras

	<b>Pág.</b>
<b>Figura 1.</b> <i>Residuos de acería sin contacto, (a) Polvo de acería, (b) Roca caliza, (c) Ceniza volante</i> .....	19
<b>Figura 2.</b> <i>Procedimiento experimental de puesta en contacto y caracterización.</i> .....	21
<b>Figura 3.</b> <i>Comparación de curvas FTIR-ATR del polvo de acería antes y después de 48 horas de contacto.</i> .....	28
<b>Figura 4.</b> <i>Difractograma de rayos X del polvo de acería antes y 7 días después de puesta en contacto con agua ácida.</i> .....	29
<b>Figura 5.</b> <i>a) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 400X. b) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 400X. c) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 13000X. d) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 13000X</i> .....	30
<b>Figura 6.</b> <i>a) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 400X. b) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 400X. c) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 1600X. d) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 1600X. e) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 15000X. f) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 15000X.</i> .....	32
<b>Figura A4. 1.</b> <i>Curva de calibración Concentración vs Turbidez</i> .....	44

**Lista de Apéndices**

	<b>pág.</b>
<b>Apéndice 1.</b> Resumen de investigaciones acerca de tratamientos de drenajes ácidos de mina (AMD) relacionados con el presente proyecto de grado. ....	39
<b>Apéndice 2.</b> Procedimiento de fabricación del agua ácida.....	40
<b>Apéndice 3.</b> Ecuaciones y cálculo tipo para %remoción de sólidos .....	42
<b>Apéndice 4.</b> Procedimiento de análisis químico para la determinación de sulfato en solución de cada una de las muestras líquidas .....	43

## Resumen

**Título:** ANÁLISIS DE LA PRECIPITACIÓN DE ESPECIES QUÍMICAS EN LA SUPERFICIE DE RESIDUOS INDUSTRIALES AL CONTACTO CON AGUAS CONTAMINADAS \*

**Autor:** JULIÁN CAMILO TÉLLEZ PEÑA \*\*

**Palabras Clave:** Residuos, neutralización, drenajes, tratamiento, precipitación, aguas, ácidos.

### Descripción:

Los drenajes ácidos de mina son una realidad contaminante generada a gran escala en la minería, los residuos en las siderúrgicas y termoeléctricas también son aquella parte poco recuperable en la industria, por ende, la reutilización de estos residuos para la remediación ambiental ha empezado a implementarse como alternativa en la recuperación y neutralización de aguas contaminadas y afectadas por organismos que contienen cantidades de sustancias tóxicas y nocivas para el medio ambiente. En el presente proyecto de investigación, se llevó a cabo un análisis y estudio de la puesta en contacto de un agua ácida simulada con residuos como polvos de acería, cenizas volantes y comparativamente la roca caliza, donde la preparación del agua ácida se llevó a cabo simulando condiciones cercanas a las de un drenaje ácido de mina, para luego proceder a poner al contacto cada residuo y posteriormente a ello medir pH, conductividad, sólidos disueltos, porcentaje de remoción de sólidos y disminución de sulfatos antes y después del tiempo estipulado para cada formulación planeada. Se desarrolló luego de esto, una caracterización mediante los ensayos FTIR, SEM, DRX a la parte sólida resultante de la puesta en contacto, aquella que fue filtrada y tamizada nuevamente. Finalmente, los residuos y en especial el polvo de acería que fue el mayormente estudiado, mostraron comportamientos positivos para la neutralización de las DMA, aumentando la remoción de sólidos y su valor de pH, entre otras cosas.

---

\* Análisis de la precipitación de especies químicas en la superficie de residuos industriales al contacto con aguas contaminadas.

\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: Pedro Luis Delvasto Angarita. Doctor en Ciencia y Tecnología de los Materiales.

**Abstract**

**Title:** ANALYSIS OF THE PRECIPITATION OF CHEMICAL SPECIES ON THE SURFACE OF INDUSTRIAL WASTES IN CONTACT WITH POLLUTED WATER \*

**Author(s):** JULIÁN CAMILO TÉLLEZ PEÑA \*\*

**Key Words:** Waste, neutralization, drainage, treatment, precipitation, water, acids.

**Description:**

Acid mine drainage is a polluting reality generated on a large scale in the mining industry; waste in steel and thermoelectric plants is also that part of the industry that is not very recoverable; therefore, the reuse of this waste for environmental remediation has begun to be implemented as an alternative in the recovery and neutralization of contaminated water affected by organisms that contain quantities of toxic and harmful substances for the environment. In the present research project, an analysis and study of the contact of a simulated acidic water with wastes such as steel mill dust, fly ash and comparatively limestone was carried out, where the preparation of the acid water was carried out by simulating conditions close to those of an acid mine drainage, then proceeding to contact each waste and subsequently measuring pH, conductivity, dissolved solids, percentage of solids removal and sulfate decrease before and after the stipulated time for each planned formulation. After this, a characterization was carried out using FTIR, SEM and XRD tests on the solid part resulting from the contacting, which was filtered and screened again. Finally, the residues and especially the steel dust, which was the most studied, showed positive behaviors for the neutralization of the DMA, increasing the removal of solids and their pH value, among other things.

---

\* Analysis of the precipitation of chemical species on the surface of industrial wastes in contact with contaminated water.

\*\* Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: Pedro Luis Delvasto Angarita. Ph.D. in Materials Science and Technology.

## Introducción

A lo largo del tiempo se han generado subproductos y residuos a escala industrial de forma masiva, en las que se ha dado avances significativos en la reutilización de nuevos recursos industriales. Por esto la mayoría de los subproductos que han de resultar en los procesos de fabricación, en especial si mencionamos materiales como el acero, han de ser reutilizados de la misma forma que la escoria generada en la producción de arrabio. Es bien saber que la naturaleza de los residuos se puede encontrar en cualquiera de los tres estados gas, líquido y sólido teniendo así desde lodos, escorias de acerías, gases de coquización, etc.,(Elias Castells, 2012).

La industria siderúrgica ha sido pilar importante para el crecimiento económico de la ciudadanía en general, pero a su vez la afectación ambiental ha sido inminente, llevando así al estudio continuo para la reutilización de estos residuos de forma efectiva y productiva. Las aguas ácidas que se producen de los distintos procesos industriales que se llevan a cabo, también han sido investigados, con el objetivo de usarles nuevamente sin deteriorar recursos hídricos importantes para el sustento y vida de toda una población (Rodríguez & García-Cortes, 2006).

Mediante experimentos de puesta en contacto, se han planteado varios métodos de solución, donde los residuos al entrar en contacto con el agua ácida puedan verificar un comportamiento cercano al aumento favorable de pH, que permita una neutralización y alcalinización de los compuestos, esperando de esta forma que los residuos queden flotando en la parte superior de la solución (Cardoso De Oliveira & Martins, 2003).

Tomando esto como información fundamental para la tesis a ser tratada, se planteó el estudio de los residuos generados por las diferentes industrias siderúrgicas, fundidoras y de combustión de carbón, con el propósito de neutralizar o, inclusive, alcalinizar aguas residuales

ácidas, provenientes de la industria minera. Con esta aproximación al problema, se esperó que dichos compuestos dañinos quedasen en la superficie de los residuos, formando compuestos tales como hidróxidos o carbonatos, para ello la importancia del análisis de su reacción y caracterización de la costra formada, mediante métodos como: microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía infrarroja (FTIR), difracción de rayos x (DRX), entre otras técnicas. Igualmente, se midieron cambios de pH, conductividad eléctrica y cambios químicos en el agua residual ácida.

En síntesis, este proyecto de investigación promovió el análisis de la precipitación de especies químicas en la superficie de residuos industriales al contacto con aguas ácidas de minería, simulando el comportamiento del agua ácida que fue sometida a una puesta en contacto con residuos, mediante lo cual se observó los comportamientos generados posteriormente, en el que se consideró su aprovechamiento o utilización en condiciones reales de mina.

## 1. Objetivos

### 1.1. Objetivo General

- Analizar las especies químicas que se forman en la superficie de residuos sólidos industriales (metalúrgicos y de combustión de carbón) que se ponen en contacto con aguas ácidas simuladas, semejantes a las generadas en operaciones de minería.

### 1.2. Objetivos Específicos

- Establecer, mediante una investigación bibliográfica en bases de datos acreditadas, una composición adecuada de agua contaminada por procesos mineros a fin de reproducirla en el laboratorio, para llevar a cabo los experimentos de puesta en contacto.
- Determinar condiciones adecuadas para la puesta en contacto de los residuos con el agua ácida simulada, a fin de generar precipitación superficial de los componentes contaminantes del agua sobre las partículas de los residuos sólidos industriales empleados en los ensayos.
- Caracterizar fisicoquímicamente tanto la superficie de las partículas de los residuos sólidos como el agua final luego de los experimentos de puesta en contacto, a fin de identificar los procesos de neutralización que ocurren en el sistema residuo/agua ácida.

## 2. Marco teórico y estado del arte

Las aguas residuales por lo general son producidas en yacimientos de carbón, uranio o sulfuros metálicos al momento de ser explotados, ocurriendo así una meteorización de grandes cantidades de material sulfuroso que han de representar la principal contaminación en las aguas de minería. La acción bacteriana en condiciones de aerobiosis es causante tal de la formación de estos contaminantes, los cuales influyen directamente en el pH, oxígeno, CO<sub>2</sub>, temperatura, características cinéticas, neutralidad y humedad (M. A. Ordóñez Alonso, 1999).

Teniendo en cuenta que la generación de los drenajes ácidos de mina es generada en la mayoría de los casos por oxidación atmosférica de minerales sulfurosos de hierro y otros subproductos generados, es importante a su vez que dicha agua tenga baja concentración de ácido en relación con la capacidad de neutralización del medio, para que no se genere producción de bacterias y se pueda ver catalizado la producción de lixiviados ácidos y grandes cantidades de metales (Ballesteros Rivera & Bayona Ballesteros, 2009).

La necesidad de mitigar el impacto y reducir la contaminación generada por dichos afluentes de agua ácida, ha llevado al estudio intensivo de distintos métodos, denominándolos a sí mismos como activos y pasivos (véase apéndice 1). Cuando se habla de métodos pasivos nos remitimos a aquellos procesos físicos, químicos y biológicos que pueden emplearse en humedales naturales, para modificar ciertas características en las aguas, consiguiendo así la reducción de metales pesados y neutralización del pH. Entre los métodos pasivos más usados se emplean los humedales aerobios, humedales anaerobios o balsas orgánicas, drenajes anóxicos calizos (ALD, *Anoxic Limestone Drains*), los sistemas sucesivos de producción de alcalinidad (SAPS, *Successive Alkalinity Producing Systems*) y las barreras reactivas permeables cuando son aguas subterráneas

(PRB, *Permeable Reactive Barriers*). Al momento de ponerlos en práctica estos métodos pueden combinarse o efectuarse solos, todo dependiendo del tipo de drenaje ácido y los requisitos que estos demanden (López Pamo et al., 2002).

Entre los métodos más usuales para la restauración de las aguas ácidas de mina, se puede encontrar la revegetación de los terrenos y el aislamiento del agua y oxígeno. Por ello a pequeña escala se intenta llevar a cabo diferentes estudios en los cuales se divisa la compactación de los materiales y reducción de espacios vacíos, evitando así la circulación del agua y oxígeno en los estériles y residuos que contengan sulfuros. Esta revegetación ayuda en un 50% el potencial ácido, también comprendiendo que al ser evacuado el oxígeno por las raíces de las plantas, la respiración efectuada por los microorganismos y su descomposición ayudan al control de formación de aguas ácidas (Osvaldo Aduvire, 1991).

Otro de los métodos usados para el control y neutralización de aguas ácidas y drenajes ácidos de mina, provienen de métodos químicos tales como la adición de materiales alcalinos, siendo tipos de rocas básicas que ayudan como mecanismo de control a corto plazo, teniendo también una gran efectividad a largo plazo, mejorando así el pH con la neutralización, limitando la oxidación de sulfuros y la actividad bacteriana. De las rocas que más se usan están la piedra caliza ( $\text{CaCO}_3$ ), hidróxido sódico o soda caústica ( $\text{NaOH}$ ), cal ( $\text{CaO}$ ), hidróxido de aluminio ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) y carbonato sódico ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) (Osvaldo Aduvire, 1991).

Como se viene hablando, en la prevención de aguas ácidas de mina, se pueden encontrar diversos métodos pasivos de tratamiento, entre los más conocidos encontramos los métodos de barrera tales como la revegetación de terrenos, aislamiento de aguas y aislamiento de oxígeno. Por otro lado, están los métodos químicos como el mencionado anteriormente que va relacionado con la adición de materiales alcalinos, otros como la adición de fosfatos y por último los métodos por

inhibición bacteriana. Entre los métodos pasivos se habla acerca de la posibilidad de poner en contacto residuos de acería, tales como piedra caliza, ceniza volante, polvos de acería, entre otros. Por ello es importante conocer acerca de los tratamientos pasivos empleados en los humedales, en donde hay grandes cantidades y variedades de fauna y flora, siendo de suma importancia la regulación de la acidez, alcalinidad, cantidad de metal disuelto en el ambiente, etc. Las aguas de mina generalmente tienen carbono orgánico disuelto en baja proporción, por ende, la acidez es proveniente de aquellos protones libres generados por el Fe, Mn y Al disuelto al reaccionar con hidrólisis generando iones  $H^+$  (A. Ordóñez Alonso, 1999).

Ejemplo de neutralización mediante residuos de acería, se pueden ver con la piedra caliza, en donde ya se suscitan estudios acerca de su nivel de alcalinidad, mejorando en los niveles de pH generados a la puesta en contacto con dichas aguas ácidas, también se pueden comparar la aplicabilidad de otros reactivos como NaOH, floculantes, entre otros que también llevan a cabo una mejora en la eliminación de aquellas concentraciones ácidas sulfuradas, que contiene el agua (Oswaldo Aduvire, 2019).

Actualmente un método usado para el tratamiento del agua ácida se puede observar en el bombeo de las aguas residuales a una planta de oxidación y neutralización, dando un efluente apto para su vertido a cauce público conteniendo una pasta espesa, en forma de hidróxidos y metales pesados. En casos particulares la recuperación del Zn se vuelve un enfoque económico bastante importante, teniendo como objetivo reducir el coste empleado en su obtención y una de las formas que mejor resultado nos ofrece, puede ser la extracción por solventes (SX) seguida de la electro obtención, donde se desarrolla una etapa de pretratamiento consistente en la bio-oxidación del hierro ferroso seguida de una precipitación alcalina, llevando a una recuperación del 90% de Zn (Carranza et al., 2016).

Siendo la prevención la técnica de manejo adecuada para los drenajes ácidos de mina, otra de las soluciones actualmente aplicadas tiene que ver con aquellos tratamientos pasivos donde se relaciona bacterias reductoras de sulfato (SRB), materiales disponibles de forma natural (arcilla, corteza de árbol y cenizas de carbón), subproductos industriales (ganga, zeolita), nanopartículas magnéticas (MNP) y tecnología de membranas, ayudando a reducir notablemente el costo del capital del tratamiento y ayudando en la remediación (Chen et al., 2021). Uno de los métodos de barrera aplicados, consiste en el recubrimiento con materiales finos de minerales inorgánicos o subproductos alcalinos industriales como capa para cubrir la superficie del contacto con desechos de roca o relaves, reduciendo la permeabilidad del agua y el oxígeno a través del efecto de barrera capilar. Las primeras investigaciones usaron arcilla como material de cobertura, con el desarrollo de la economía circular se han puesto a prueba en los últimos años los residuos industriales disponibles en abundancia (cenizas volantes, cenizas de fondo, hornos de cemento-cenizas, escorias, etc.) usándose como materiales de cobertura. Las cenizas volantes suelen reaccionar químicamente en condiciones ácidas, produciendo un lixiviado alcalino, que reduce gradualmente la concentración de iones de metales pesados. En otros estudios se usaron subproductos como lodos de cal y sedimentos de escoria verde que aumentaron pH y lograron inhibir los efectos de los drenajes ácidos de mina (AMD) (Naidu et al., 2019).

En los procesos de fusión y afino del acero en los hornos de arco eléctrico se producen los polvos de acería que serían uno de los residuos evaluados en la tesis presente, donde al ser residuos sólidos complejos, reflejan una composición química y mineralógica variable, llevando a que dichas condiciones dependan de las diferentes operaciones efectuadas en cada planta siderúrgica. Estos polvos en su mayoría suelen contener óxidos metálicos simples o complejos, ejemplo de esto

se encuentran los óxidos de hierro, magnetita, entre otros que contienen metales pesados como Pb, Fe, Zn, etc.(Delvasto et al., 2011).

En un estudio de subproductos oxídicos industriales, se encontró que la capacidad de neutralización de estos polvos de acería logra una capacidad de neutralización alta en pH de 1,5 aproximadamente, indicando su viabilidad para el control del pH en procesos de biolixiviación. Por otra parte, se han logrado demostrar que los subproductos industriales alcalinos pueden utilizarse para la precipitación de hierro y arsénico, mediante soluciones de biolixiviación. Estos procesos que son aplicados para el bioprocesamiento de minerales de oro refractarios nos motivan a la investigación actual de encontrar agentes neutralizantes alternativos a la piedra caliza, como lo son los polvos de acería, cenizas volantes, escorias negras, escorias blancas, entre otros. Según diferentes fuentes de investigación el polvo de acería ha sido utilizado para la recuperación hidrometalúrgica del zinc, siendo una alternativa futura como agente neutralizante en la biolixiviación de concentrados de sulfuro de zinc y enriquecimiento de zinc lixiviado (Gahan et al., 2010).

### 3. Metodología experimental

#### 3.1. Origen y características de los residuos.

La tabla 1 representa información importante de cada residuo estudiado en el presente trabajo, cada uno de estos proveniente de diferentes procesos industriales tales como el afino del acero, procesos bioquímicos, combustión del carbón, fundición por arco eléctrico, entre otros. Es importante también la información que se obtuvo de las composiciones que se han usado a lo largo de otros análisis en el control y neutralización de los DMA, para dar una comparación con los análisis y resultados.

**Tabla 1**

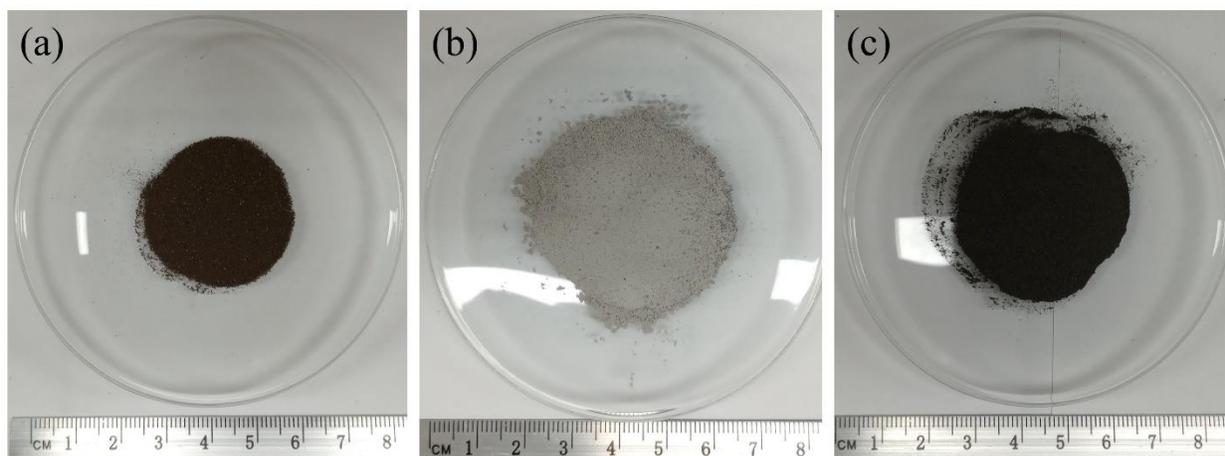
*Información y características de cada residuo.*

RESIDUO	COMPOSICIÓN TÍPICA REPORTADA (wt%)	PROCESO INDUSTRIAL DEL CUAL PROVIENE	REFERENCIA
<b>Polvo de acería</b>	Zn 33%; Fe 18%; Zincita (ZnO) 39%; Magnetita (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> ) 33%.	Proveniente de corrientes gaseosas de los hornos de fusión y afino del acero.	(De la Torre et al., 2013)
<b>Roca caliza</b>	Calcita (CaCO <sub>3</sub> ) y Dolomita CaMg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .	Se forma por medio de medios inorgánicos o como resultado de procesos bioquímicos.	(Coordinación General de Minería, 2014)
<b>Ceniza volante</b>	Sílice (SiO <sub>2</sub> ) 30% ; alúmina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 15% ; CaO 38% y Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 7%.	Son un polvo fino con partículas esféricas, cristalinas, originadas de la combustión del carbón pulverizado.	(Cedex, 2011)

En la figura 1, se muestra el aspecto visual de los residuos luego de recibidos y pasados por un proceso de trituración por mandíbula, posterior a ello triturados por molinos de disco y anillos con el objetivo de reducir el tamaño de partícula al tamiz pasante malla 250.

**Figura 1.**

*Residuos de acería sin contacto, (a) Polvo de acería, (b) Roca caliza y (c) Ceniza volante.*



A continuación, en la tabla 2, se refleja en Colombia que tipos de empresas generan dichos residuos, y en que parte del país se desarrolla la obtención de los mismos, teniendo en cuenta que la mayoría de estas industrias hacen parte de procesos como la extracción del carbón entre otros (Forigua Quicasán et al., 2017).

**Tabla 2.**

*Ubicación y tipos de empresas generadoras de residuos.*

<b>RESIDUO</b>	<b>TIPO DE EMPRESA QUE LO GENERA</b>	<b>LOCALIZACIÓN GEOGRÁFICA</b>
<b>Polvo de acería</b>	Siderúrgica	Caldas
<b>Ceniza volante</b>	Centrales termoeléctricas	Norte de Santander
<b>Roca caliza</b>	Minería local	Curití

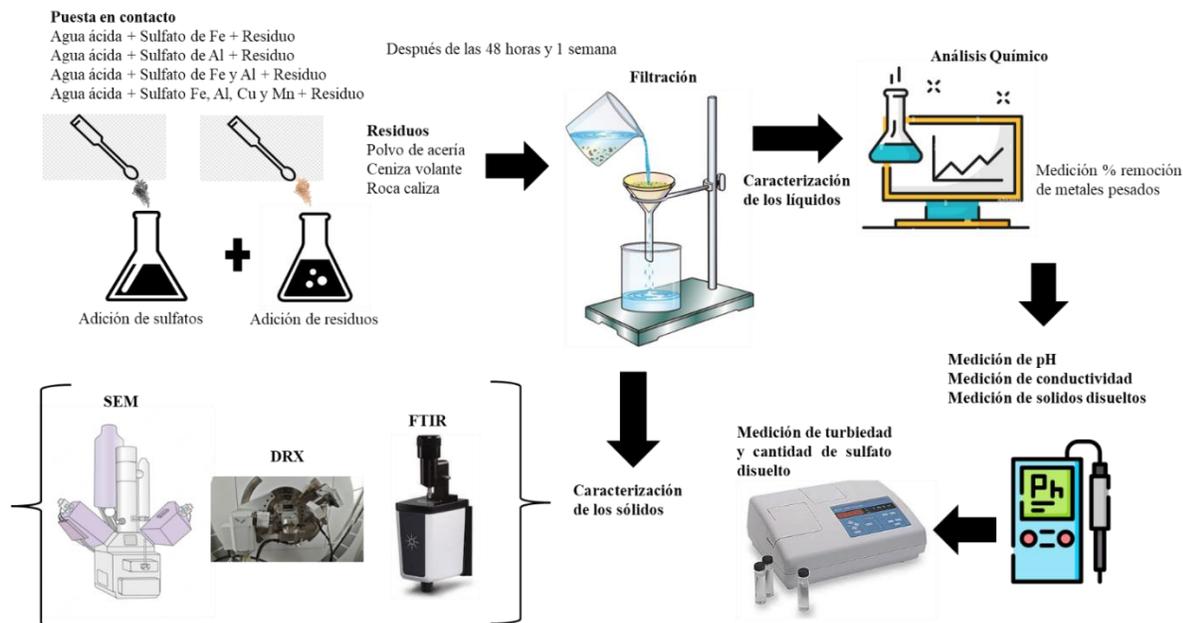
### **3.2. Formulación del agua ácida simulada y experimentos de puesta en contacto con los residuos.**

En un recipiente con capacidad de aproximadamente 5 litros, se depositó una cantidad paralela de agua destilada. Luego de ello se le agregó una gota de ácido nítrico al 69% de concentración, generando una disminución en el pH, que posteriormente fue llevada a 3,3 mediante las soluciones reguladoras y que al final se recubrió con papel film la boquilla de los erlenmeyer para evitar contacto con el ambiente y afectar la medida de pH ajustada. Durante el proceso la medición constante del pH-metro fue fundamental para conseguir la medición requerida. Es importante la preparación completa del agua ácida simulada, por ello también se puso en contacto con sulfatos de Fe, Al, Cu y Mn, estas formulaciones son más detalladas en el siguiente subtítulo, donde se introduce con más especificación a la puesta en contacto (véase apéndice 2).

Luego de tener el agua ácida con el pH 3,3 requerido, se le añadieron los sulfatos de Fe, Al, Cu, Mn dependiendo de la combinación a implementar, dando así una simulación aproximada al agua ácida contaminada. Posterior a ello se puso en contacto a condiciones estáticas (sin agitación) el agua contaminada con los siguientes residuos; polvo de acería, ceniza volante y roca caliza. Al final y sin perder de vista el pH a 3,3 que ya había sido ajustado, se tapó la boquilla de cada erlenmeyer con papel film y se recubrió con papel aluminio todo el recipiente para evitar interacción con luz, se dejaron en tiempos de 48 horas y 1 semana respectivamente, se hicieron las siguientes combinaciones mostradas en la figura 2.

**Figura 2.**

*Procedimiento experimental de puesta en contacto y caracterización.*



La tabla 3, muestra el rango de valores límite reportados por la legislación colombiana en el uso de metales pesados. Estos valores fueron usados en la presente tesis para hallar la cantidad de sulfato necesaria en la preparación del agua ácida simulada (véase apéndice 2).

**Tabla 3.**

*Rango de valores reportados en la caracterización de DAM generados en Santander (Barón, 2013; Contreras, 2016; Moreno y Jiménez, 2012; Peña y Pérez, 2009; Ramírez, 2012), límites máximos permitidos por la legislación colombiana, y valores a utilizados en esta tesis.*

	Rango reportado	Límites máximos permisibles	Valores utilizados en este trabajo
<b>pH</b>	2,60 – 6,93 unidades	6-9 unidades	3,3 unidades
<b>Cloruros</b>	184,34 – 194,97 mg/L	250 mg/L	190 mg/L
<b>Sulfatos</b>	63 – 2046,1 mg/L	1200 mg/L	1640 mg/L
<b>Fe</b>	2,3 – 280 mg/L	2,00 mg/L	60 mg/L
<b>Al</b>	3,2 – 100 mg/L	5,00 mg/L	36 mg/L
<b>Cu</b>	1,3 – 23 mg/L	1,00 mg/L	11 mg/L
<b>Mn</b>	1,975 – 6,93 mg/L	1,70 mg/L	4 mg/L

En la tabla 4, se muestra las diferentes preparaciones del agua ácida simulada, en donde se detallan las formulaciones que reflejan la experimentación de puesta en contacto entre el agua ácida y los 3 residuos mencionados en la tabla 2.

**Tabla 4.**

*Formulaciones para la preparación del agua ácida simulada.*

Ensayo	Agua ácida [ml]	FeSO <sub>4</sub> [mg]	Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 18H <sub>2</sub> O [mg]	CuSO <sub>4</sub> [mg]	MnSO <sub>4</sub> [mg]	Residuo [gr]
1	100,00	16,32	-	-	-	30,00
2	100,00	-	44,44	-	-	30,00
3	100,00	16,32	44,44	-	-	30,00
4	100,00	16,32	44,44	2,76	1,09	30,00

### 3.3. Análisis químico de los líquidos sobrenadantes

En esta parte de la investigación, se llevó a cabo diferentes tipos de cálculos y pruebas que permitieron identificar la cantidad de metales disueltos, sulfatos disueltos, sólidos disueltos, pH y conductividad. Se prepararon 2 blancos sin contacto con residuos para cada ensayo como lo muestran las formulaciones en la tabla 4. Luego se empezó a desarrollar los análisis químicos correspondientes. El primer procedimiento técnico de operación realizado fue el cálculo de metales disueltos mediante el espectrofotómetro de absorción atómica modelo AA 240 FS.

Primero se encendió el extractor con un botón negro, segundo se activó el compresor con el botón rojo, tercero se procedió a encender el computador y equipo de absorción atómica, cuarto se verificó el encendido de los equipos, quinto se introdujo la contraseña en el computador para acceder al software Spectraa, sexto se ajustó los métodos a evaluar y/o cuantificar en el software (corriente, longitud de onda, posición de la lámpara, linealidad, tiempo de lectura y puntos de la curva de calibración), séptimo se colocó las lámparas de los elementos a medir y se alineó usando el patrón de control CVV indicando para cada mensurando, debiendo oscilar la señal entre 0.19 a

0.21, octavo se abrió las llaves de los gases a usar y se verifico que la presión en los manómetros fuese la adecuada (registró de datos), noveno se realizaron las mediciones y se guardó la información en la data del software, decimo se apagó el equipo, la campana extractora y el compresor, se extrajo la USB con los datos del computador y se imprimió, por último se diligenció el formato de uso de equipos FO-GE-05.

Con el procedimiento expuesto anteriormente, se obtuvo la cantidad de metales disueltos, no obstante, teniendo en cuenta los factores de dilución que estos presentaron en algunos casos, la concentración de metal en miligramos por litro sobrepasaba las cantidades estándares propuestas inicialmente, por ello se necesitó de una dilución mayor.

Luego de obtener los datos de metales disueltos en el agua ácida sin contacto, se midió pH, conductividad y solidos disueltos mediante el pH-metro, calibrando en cada medida el equipo y teniendo las precauciones necesarias para mantener los dos blancos libres de cualquier contaminante y por último se midió turbiedad con un turbidímetro para conocer la cantidad de sulfato no disuelto en el agua ácida sin contacto. Seguido a esto, se procedió a poner en contacto 3 erlenmeyer donde se encontraban depositados 100 ml de agua ácida con los 3 residuos descritos anteriormente, 30 gramos de cada residuo específicamente, dejando 3 de estos en contacto por un tiempo de 48 horas y luego una réplica de estos por 1 semana, cubriendo el recipiente de vidrio con papel aluminio y la boquilla con papel film para evitar contacto con luz y ambiente. Luego de pasado el tiempo, mediante papel filtro se separó la parte sólida de la líquida, esta parte líquida también pasó por todo el proceso descrito anteriormente como espectrofotometría de absorción atómica y medición con pH-metro para obtener los datos de conductividad, solidos disueltos y pH, también la medida de turbiedad junto con el turbidímetro, luego se procedió a calcular % de remoción de metales, sulfatos disueltos e incremento de la conductividad, por otro lado se midió

también la variación entre pH y sólidos disueltos tomando como referencia los modelos de cálculo tipo (véase apéndice 3).

Al momento de medirse la cantidad de sulfato presente en los DMA, se implementó el turbidímetro 2100N, el cual se calibró preparando la curva NTU con cloruro de bario, cuadrando un patrón de sulfato en agua con solución de 100[mg/L] en 50 ml cada uno. Luego de calibrarlo se pudo medir la turbiedad de cada ensayo, donde al tener la ecuación generada por la recta de concentración (mg/L) versus turbidez se pudo obtener la cantidad de sulfato presente en cada muestra aproximadamente al despejarse la variable de la concentración, se pudo al final calcular la cantidad de sulfato presente en cada formulación planteada anteriormente (véase apéndice 4).

### **3.4. Caracterización de los sólidos obtenidos**

#### **3.4.1. Ensayo FTIR (Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier)**

Como complemento para la identificación de las fases presentes en los productos, las muestras fueron trituradas en un mortero de porcelana, y colocadas en el equipo FTIR-ATR AGILENT CARY 630, para obtener sus respectivos espectros infrarrojos, las condiciones de operación fueron las siguientes: 8 barridos sucesivos con una resolución espectral de 2  $\text{cm}^{-1}$ . Finalmente, los espectros infrarrojos fueron interpretados por comparación con la literatura (Coates, 2000).

#### **3.4.2. Ensayo DRX (Difracción de rayos X)**

En esta prueba de caracterización mineralógica, las muestras seleccionadas fueron homogeneizadas en un mortero luego de haber sido pasadas por procesos de reducción como trituración y molienda, siendo llevadas a un tamaño de partícula pasante menor a 38 micras (400

mesh) aproximadamente, posteriormente montados en porta muestras de polimetilmetacrilato (PMMA) mediante la técnica de llenado frontal. El registro de los datos que arroja la prueba se mostró en un difractómetro de polvo marca BRUKER modelo D8 ADVANCE con geometría *DaVinci*, bajo las siguientes condiciones: Voltaje 40 Kv, corriente 40 mA, rendija de divergencia 0,6 mm, rendijas soller primario 2,5°, rendijas soller secundario 2,5°, tamaño de paso 0,02035° 2Theta, tiempo por paso 0,6 s, tiempo de duración media 35 minutos, rango de registro de 2,0° 2Theta a 70,0° 2Theta, radiación CuK $\alpha$ 1, filtro de níquel, se hizo uso de anti-dispersor de aire, detector lineal *LynxEye* y tipo de barrido a pasos.

### **3.4.3. Ensayo SEM (Microscopio electrónico de barrido)**

Las muestras fueron soportadas sobre un porta muestras con cinta de carbono doble faz, se sacudió un poco el porta muestras para evitar el exceso de muestra y posteriormente fue depositado en el Quorum o microscopio electrónico de barrido FEG (*Field Emission Gun*) QUANTA FEG 650, el cual genera imágenes con alto vacío, voltaje de aceleración de 15 kV, para observar morfología de las muestras se usaron electrones secundarios, SE, haciendo uso del *Everhart Thornley* detector ETD; además de electrones retrodispersados BSE (*Back scattered electron detector*), BSED, tipo SSD, para observar variaciones en la composición de las muestras. Respecto al análisis micro-químico, este se hizo mediante el Detector EDAX APOLO X resolución 126.1 eV (en. Mn K $\alpha$ ), y para realizar el análisis EDS (*Energy-Dispersive Spectroscopy*) fue utilizado el software EDX Genesis, este programa brindó información semicuantitativa de los elementos químicos presentes en las muestras.

#### 4. Resultados y discusión

##### 4.1. Resultados de la capacidad neutralizante y de remoción de metales pesados en los residuos.

En la tabla 5 y 6 se representan aquellos cálculos obtenidos de los diferentes procedimientos de laboratorio antes, a las 48 horas y 1 semana después del contacto con los residuos respectivamente, donde se realizó espectrofotometría de absorción atómica, medición de pH, conductividad, sólidos disueltos y sulfatos presentes en los líquidos, por ello se refleja los datos de; porcentaje de remoción de metales, porcentaje incremento de conductividad, la variación en el incremento de los sólidos disueltos y cambios en el nivel de pH. Estos resultados mostraron un comportamiento similar, no obstante, el polvo de acería fue el que mejores condiciones presento, donde sus resultados fueron óptimos en cuestiones de remoción de metales como hierro, aluminio, cobre y en especial el manganeso, también buena capacidad para aumentar el pH dando excelentes características para reducir el impacto de la ácidos generada por el agua acidulada. Una comparación adicional a ello se refleja al pasar el tiempo de 48 horas a 1 semana y como este influyó en la disminución de sulfatos, donde pasó de tener 152,68 mg a 134,95 mg respectivamente, suceso contrario al pH que al someterse a más tiempo en contacto incremento su nivel de pH llegando a pasar de 3,3 a 8,2 en 48 horas y de 8,2 a 9,3 en 1 semana, dando adecuadas condiciones y características para neutralizar el agua ácida simulada. Dado sus mejores resultados, este material (polvo de acería), se sometió a las caracterizaciones que se muestran en las secciones siguientes, a fin de explicar su comportamiento durante el proceso de neutralización y remoción de metales.

**Tabla 5.**

*Comparación residuos sin contacto vs residuos en contacto con sulfatos de Fe, Al, Cu y Mn, durante 48 horas.*

Parámetros	Composición de Drenaje Ácido de Mina	Polvo de Acería	Ceniza Volante	Roca Caliza
Fe [mg]	4,31	0	0,06	0
Remoción de Fe [%]	N/A	100	98,61	100
Al [mg]	3,56	0,008	0,24	0,008
Remoción de Al [%]	N/A	99,78	93,25	99,78
Cu [mg]	1,00	0,009	0,10	0,003
Remoción de Cu [%]	N/A	99,10	90,00	99,70
Mn [mg]	0,35	0	0,13	0,02
Remoción de Mn [%]	N/A	100	62,86	94,29
Sulfatos [mg]	20,70	152,68	79,50	42,03
Remoción de Sulfatos [%]	N/A	-637,58	-284,06	-103,04
pH	3,3	8,2	7,3	7,6
$\Delta$ pH	N/A	4,9	4,0	4,3
Conductividad [ $\mu$ S/cm]	620	2640	1480	1060
$\Delta$ Incremento de Conductividad [%]	N/A	325,80	138,71	70,97
Sólidos Disueltos [mg/L]	300	1410	720	510
$\Delta$ Sólidos Disueltos	N/A	1110	420	210

**Tabla 6.**

*Comparación residuos sin contacto vs residuos en contacto con agua ácida durante 1 semana.*

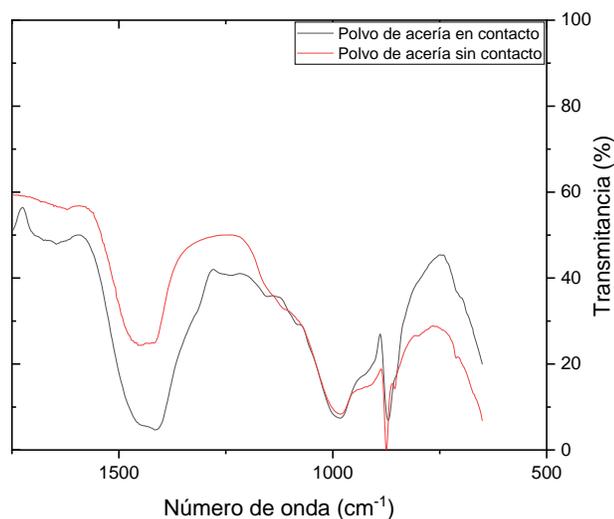
Parámetros	Composición de Drenaje Ácido de Mina	Polvo de Acería	Ceniza Volante	Roca Caliza
Fe [mg]	4,31	0	0	0
Remoción de Fe [%]	N/A	100	100	100
Al [mg]	3,56	0,022	0,041	0,020
Remoción de Al [%]	N/A	99,38	98,85	99,44
Cu [mg]	1,00	0,01	0	0,0006
Remoción de Cu [%]	N/A	99,00	100	99,94
Mn [mg]	0,35	0	0,01	0
Remoción de Mn [%]	N/A	100	97,14	100
Sulfatos [mg]	25,13	134,95	92,80	44,31
Remoción de Sulfatos [%]	N/A	-437,01	-269,28	-76,32
pH	3,3	9,3	8,3	7,5
$\Delta$ pH	N/A	6,0	5,0	4,2
Conductividad [ $\mu$ S/cm]	610	2860	1610	1020
$\Delta$ Incremento de Conductividad [%]	N/A	368,85	163,93	67,21
Sólidos Disueltos [mg/L]	320	1410	790	480
$\Delta$ Sólidos Disueltos	N/A	1090	470	160

#### 4.2. Identificación de fases presentes en el polvo de acería por FTIR-ATR

En la figura 3, se muestran las fases presentes antes del contacto y después del contacto con el polvo de acería por 48 horas, donde se escogió analizar dicho residuo específicamente por su similitud en comparación con la remoción de metales pesados con la roca caliza y por sobre todo por su aumento notable de pH, entre otras cosas mencionadas anteriormente. Se pudo apreciar en la gráfica arrojada por el equipo AGILENT CARY 630, que la zona entre 1490 – 1410 y 880 – 860  $\text{cm}^{-1}$  reflejó carbonatos por su forma de doble pico y que la parte comprendida entre 900 – 1100  $\text{cm}^{-1}$  mostró bandas de vibración asemejándose respectivamente con el comportamiento característico de los silicatos y aluminosilicatos.

#### Figura 3.

*Comparación de curvas FTIR-ATR del polvo de acería antes y después de 48 horas de contacto.*



#### 4.3. Análisis mineralógico del polvo de acería por DRX

Las fases cristalinas que arrojó este análisis mineralógico DRX, se muestran en la figura 4 y se complementan con la tabla 7. En estos análisis se reflejan las fases del polvo de acería antes y 1 semana después del contacto con agua ácida, dando aparición a la magnesio-ferrita ( $\text{Fe}_2\text{MgO}_4$ ), óxido de hierro ( $\text{Zn}_{0.945}\text{Fe}_{1.78}\text{O}_{3.71}$ ), magnetita ( $\text{Fe}_{2.758}\text{O}_4\text{Ti}_{0.242}$ ) y óxido de zinc ( $\text{ZnO}$ ).

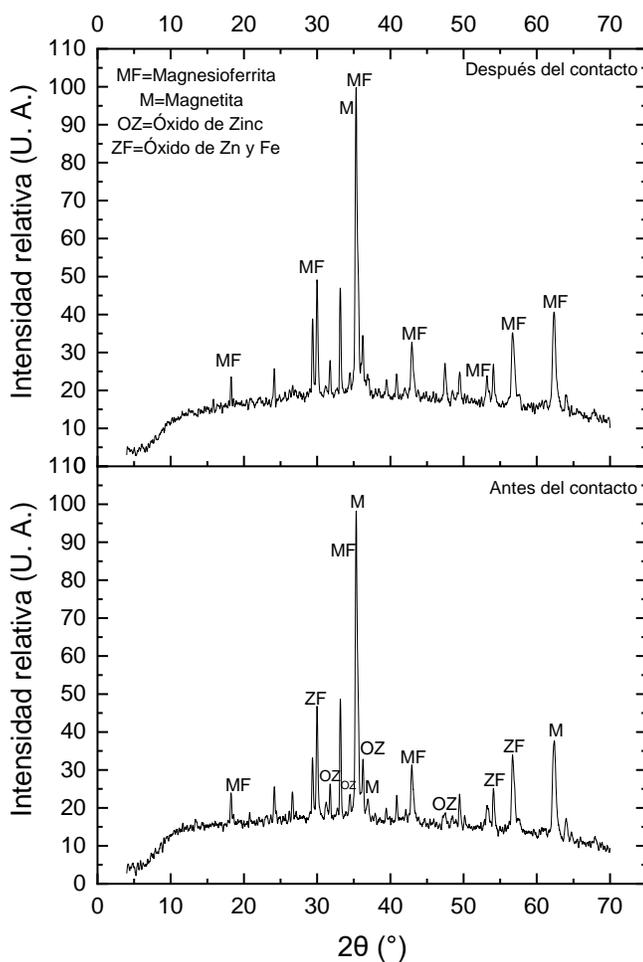
**Tabla 7**

*Fases del polvo de acería identificadas por el análisis mineralógico DRX.*

Código	Fase	Nombre	Fórmula Química
96-900-3801	MF	Magnesio-ferrita	$Fe_2MgO_4$
96-154-0938	ZF	Óxido de Zinc y Hierro	$Zn_{0.945}Fe_{1.78}O_{3.71}$
96-901-3534	M	Magnetita	$Fe_{2.758}O_4Ti_{0.242}$
96-900-4182	OZ	Óxido de Zinc	$ZnO$

**Figura 4.**

*Difractograma de rayos X del polvo de acería antes y 7 días después de puesta en contacto con agua ácida.*

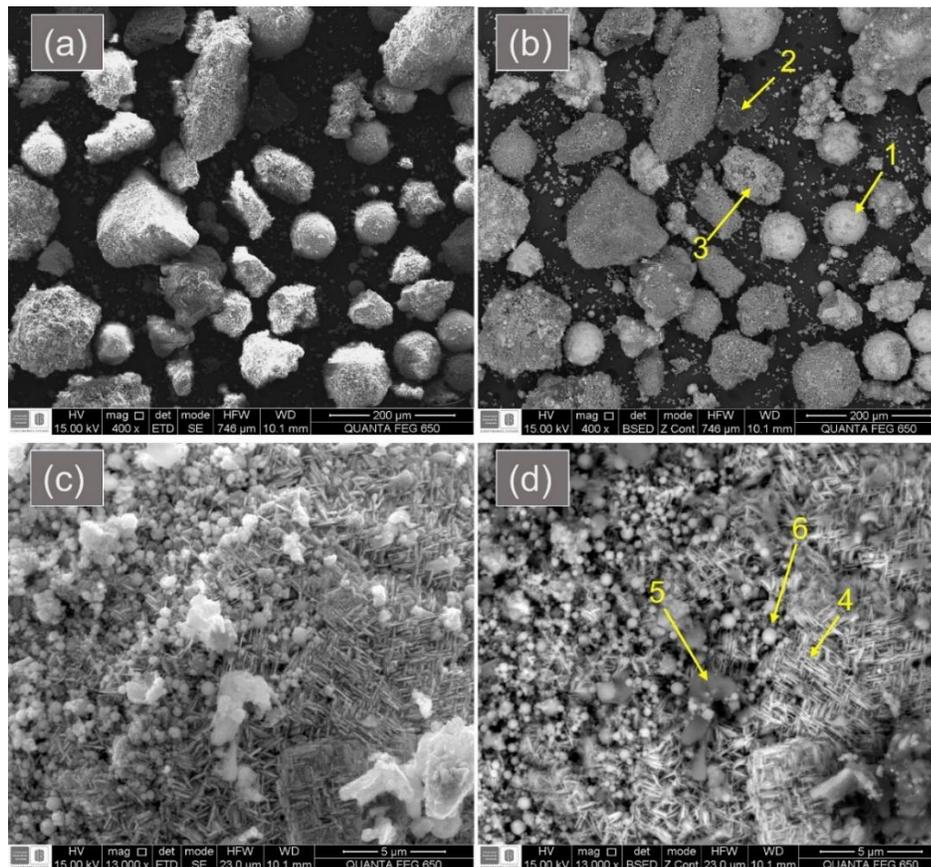


#### 4.4. Estudio micro-químico del polvo de acería por SEM-EDS

La figura 5 corresponde a la muestra del polvo de acería sin contacto con el agua ácida, donde el punto 1 muestra alto contenido de hierro, el punto 2 una fase con bastante carbono dado por el recubrimiento con carbono elemental, el punto 3 es una formación de óxido de hierro posiblemente, el punto 4 refleja óxidos de hierro y zinc, en los puntos 5 y 6 se observan óxidos de hierro, calcio y zinc. La tabla 8 especifica el porcentaje en peso de los diferentes puntos tomados.

#### Figura 5.

a) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 400X. b) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 400X. c) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 13000X. d) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 13000X.



**Tabla 8.**

*Composición micro-química del polvo de acería sin contacto con agua ácida.*

PUNTO	PORCENTAJE EN PESO DE LOS ELEMENTOS (%Wt)											
	Fe	Al	Cl	Mn	C	O	Mg	Si	S	Ca	Zn	Mo
1	44,91	0,44	-	1,67	9,03	19,62	0,67	0,99	0,14	1,98	20,55	-
2	2,14	0,99	0,05	0,44	70,29	15,49	3,04	1,79	0,10	3,65	2,02	-
3	23,23	1,10	0,64	1,88	24,61	20,18	1,83	3,68	0,87	5,27	16,73	-
4	45,78	-	-	-	7,14	21,84	-	-	-	0,40	20,81	-
5	17,61	0,89	-	1,54	13,60	37,19	2,70	3,19	0,24	13,07	9,11	0,85
6	27,99	1,03	-	9,68	9,84	25,81	4,65	1,08	-	1,08	18,20	0,64

Seguido a estos resultados, la figura 6 corresponde a la muestra del polvo de acería en contacto con el agua ácida, según lo reflejado en la tabla 9 de composición química, la esfera señalizada en el punto 7 contiene alta cantidad de óxido de hierro, el punto 8 presenta alto contenido en óxidos de zinc, calcio y aluminosilicatos-silicatos, para el punto 9 muestra alto contenido en óxidos de zinc, hierro y silicatos.

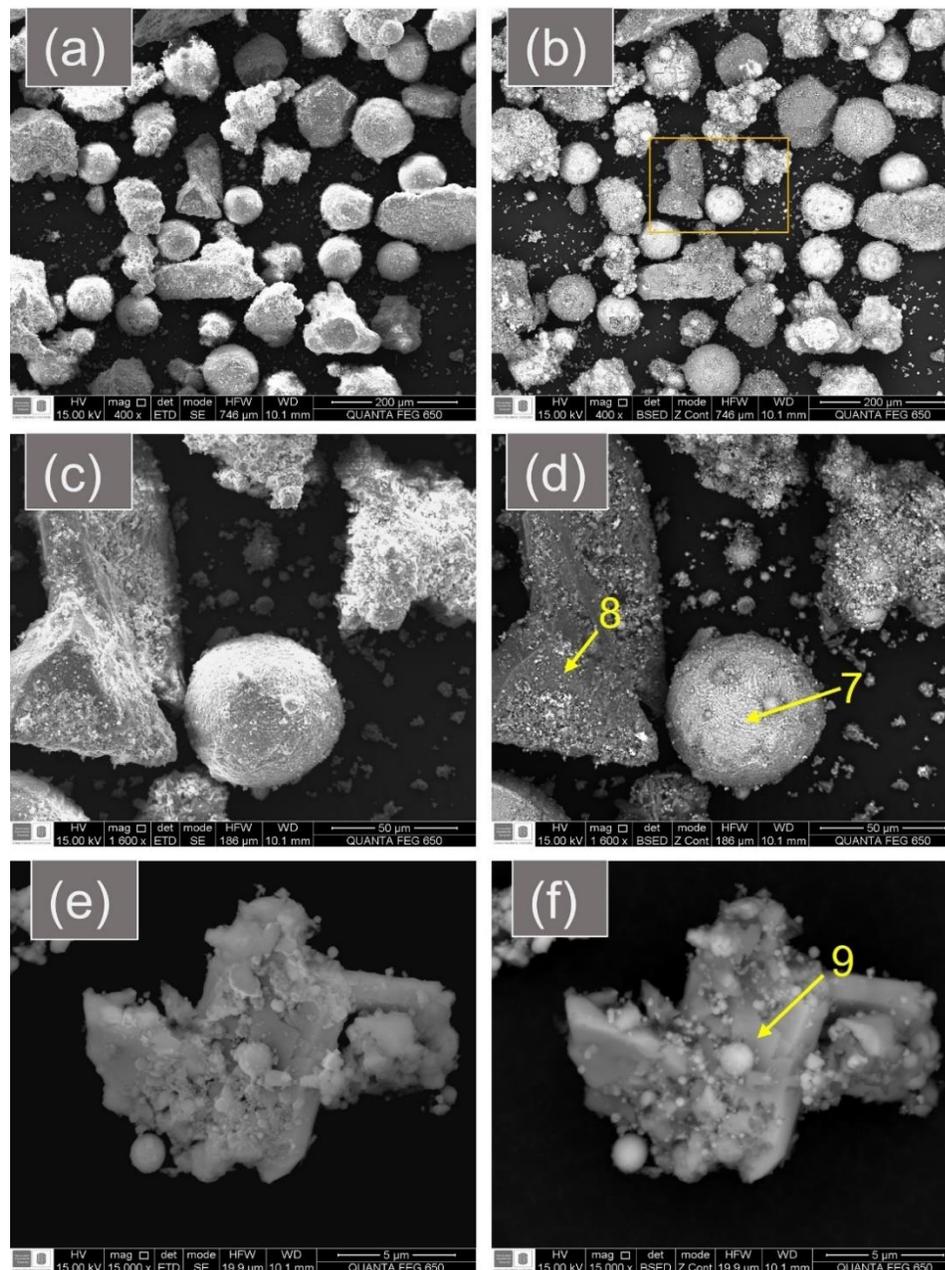
**Tabla 9.**

*Composición micro-química del polvo de acería en contacto con agua ácida.*

PUNTO	PORCENTAJE EN PESO DE LOS ELEMENTOS (%Wt)									
	Fe	Al	Mn	C	O	Mg	Si	S	Ca	Zn
7	61,07	0,43	1,03	7,52	17,90	0,76	0,87	-	1,39	9,03
8	5,18	9,29	0,73	13,72	32,30	0,75	18,12	0,55	11,57	7,80
9	14,31	0,50	0,86	14,11	13,70	0,99	6,22	0,19	1,61	47,52

**Figura 6.**

a) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 400X. b) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 400X. c) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 1600X. d) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 1600X. e) Micrografía SEM en modo electrones secundarios de la muestra a 15000X. f) Micrografía SEM en modo electrones retrodispersados de la muestra a 15000X.



#### 4.5. Discusión de resultados

Los resultados mostrados anteriormente reflejan la investigación desarrollada en el estudio de los drenajes ácidos de minas y la capacidad de neutralización de los residuos generados en industrias siderúrgicas y termoeléctricas (Oswaldo Aduvire, 2019). Como bien se detalló, en la tabla 5 y 6, se alcanzó un nivel de pH bastante alto en residuos como el polvo de acería, ceniza volante y roca caliza, llegando a neutralizar la ácidos del medio y aumentando el porcentaje de remoción de metales pesados, tomando como referente (Cedex, 2011), podemos notar que se han usado también escorias y otros tipos de residuos para el tratamiento de dichos drenajes de mina dando así un propósito a esta investigación desempeñada (Feng et al., 2004).

Según los resultados de las pruebas de caracterización como FTIR, se identificaron fases ricas en carbonatos, silicatos y aluminosilicatos, donde al compararse con DRX no se encontró una fase rica en carbonatos y en SEM ya que no pudo corroborarse un incremento debido a que las muestras fueron recubiertas con carbono elemental. En DRX se encontró que las fases con mayor pronunciación antes y después de la puesta en contacto fueron aquellas que contienen hierro tales como magnesio-ferrita, magnetita y los respectivos óxidos de hierro y zinc, siendo esta última fase de zinc, encontrada con alto porcentaje en el ensayo de SEM (De la Torre et al., 2013), mientras que la cantidad de hierro aumentó en este ensayo gracias a su presencia en la superficie de las esferas, pasando de 44,9% a 60,1% aproximadamente como se ve en la tabla 8 y 9, aclarando que no se detectó presencia de cobre y también un bajo porcentaje de manganeso, por lo tanto estos metales pudiesen haber sido removidos.

Con esto se pudo corroborar que el polvo de acería, así como otros tipos de residuos tales como roca caliza y ceniza volante pueden ser una gran alternativa para el tratamiento de las AMD (Delvasto et al., 2011).

## 5. Conclusiones

En la determinación de las condiciones adecuadas para el tratamiento del agua contaminada, se logró observar que, al poner en contacto con los residuos de industrias siderúrgicas y termoeléctricas, el pH aumentó favorablemente y que en casos como los del polvo de acería, se logró una remoción cuasi completa de los metales pesados dando así una precipitación superficial de los contaminantes del agua sobre los residuos sólidos industriales.

Con referencia al polvo de acería, las técnicas de caracterización indicaron que tanto el hierro como el aluminio se retuvieron sobre su superficie, probablemente gracias a la formación de fases de carbonato que pudieron verse representadas en las pruebas realizadas por FTIR.

Debido a que el polvo de acería contiene zinc y adicional a ello el análisis por DRX mostró que luego de la puesta en contacto de este residuo con el agua ácida desaparecen la fase ZnO, se recomienda analizar el efluente obtenido para comprobar si el agua tratada presenta niveles aceptables de zinc disuelto.

**Referencias Bibliográficas**

Acharya, B. S., & Kharel, G. (2020). Acid mine drainage from coal mining in the United States – An overview. *Journal of Hydrology*, 588(May), 125061. <https://doi.org/10.1016/j.jhydrol.2020.125061>

Aduvire, Osvaldo. (2019). Innovaciones técnicas en el tratamiento de aguas acidas de mina con recuperación de subproductos con valor económico. *Revista de Medio Ambiente y Minería*, 4(1), 55-64. Recuperado en 24 de agosto de 2022, de [http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci\\_arttext&pid=S2519-53522019000100006&lng=es&tlng=es](http://www.scielo.org.bo/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S2519-53522019000100006&lng=es&tlng=es).

Ballesteros Rivera, Pardave Livia, W., Vasquez Quintero, C., Bayona Ballesteros, I. Y., & Universidad Industrial de Santander. Escuela de ingeniería Química. Tesis. (2009). ESTUDIO Y TRATAMIENTO DE REMEDIACION DE AGUAS PROVENIENTES DEL DRENAJE DE ROCAS ACIDAS (ARD) DE MINERIA REINA DE ORO VETAS SANTANDER [recurso electronico]. UIS.

Baron Torres, & Laverde Catano, D. (2013). CARACTERIZACION DEL DRENAJE ACIDO GENERADO EN UNA MINA DE ORO Y PROPUESTA TECNICA DE REMEDIACION [recurso electronico]. UIS.

Carranza, F., Romero, R., Mazuelos, A., & Iglesias, N. (2016). Recovery of Zn from acid mine water and electric arc furnace dust in an integrated process. *Journal of Environmental Management*, 165, 175–183. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.09.025>

Cedex. (2011). *Cenizas volantes de carbón y cenizas de hogar o escorias*. 1–41. <http://www.cedexmateriales.vsf.es/view/archivos/residuos/305.pdf>

Cedex. (2013). Escorias de acería de horno de arco eléctrico (EAF-Slags). Catálogo de residuos utilizables en construcción. 2018. *IHOBE Data Sheet*, 1–22.

Chen, G., Ye, Y., Yao, N., Hu, N., Zhang, J., & Huang, Y. (2021). A critical review of prevention, treatment, reuse, and resource recovery from acid mine drainage. *Journal of Cleaner Production*, 329(October), 129666. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.129666>

Coates, John. (2000). Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach. En: Encyclopedia of Analytical Chemistry. Chichester: John Wiley & Sons, 2000. p. 10815-10837.

Contreras Gomez, Sierra Cardenas, D. C., & Laverde Cataño, D. A. (2018). PROPUESTA PARA EL CIERRE DE UN DRENAJE ACIDO DE UNA MINA ABANDONADA, UBICADA EN EL MUNICIPIO DE CALIFORNIA DEPARTAMENTO DE SANTANDER [recurso electronico]. UIS.

Coordinación General de Minería. (2014). Perfil de Mercado de la Caliza. *Dirección General de Desarrollo Minero*, 82. [http://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/5566/pm\\_caliza\\_2014.pdf](http://www.gob.mx/cms/uploads/attachment/file/5566/pm_caliza_2014.pdf)

De la Torre, E. H., Guevara Caiquetán, A. del C., & Espinoza, C. (2013). Valorización de polvos de acería mediante recuperación de Zinc por lixiviación y electrolisis. *Revista Politécnica*, 32(1), 51–56. [http://www.academia.edu/9495920/Valorización\\_de\\_polvos\\_de\\_acería\\_mediante\\_recuperación\\_de\\_zinc\\_por\\_lixiviación\\_y\\_electrólisis](http://www.academia.edu/9495920/Valorización_de_polvos_de_acería_mediante_recuperación_de_zinc_por_lixiviación_y_electrólisis)

Delvasto, P., Ibañez-Aldao, B., & Sandoval-Ravotti, D. (2011). caracterización de polvos de acería eléctrica producidos en Venezuela y evaluación preliminar de su lixivabilidad con ácidos orgánicos diluidos. *Dyna*, 78(169), 221-229. <https://www.proquest.com/scholarly-journals/caracterización-de-polvos-acería-eléctrica/docview/1679170968/se-2>

Elías Castells. (2012). Valoración de residuos procedentes de grandes industrias. Editorial Díaz de Santos, S.A.

Feng, van Deventer, J. S. J., & Aldrich, C. (2004). Removal of pollutants from acid mine wastewater using metallurgical by-product slags. *Separation and Purification Technology*, 40(1), 61–67. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2004.01.003>

Gahan, C. S., Sundkvist, J. E., & Sandström, A. (2010). Use of mesalime and electric arc furnace (EAF) dust as neutralising agents in biooxidation and their effects on gold recovery in subsequent cyanidation. *Minerals Engineering*, 23(9), 731–738. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2010.04.012>

Jimenez Jaimes, Moreno Jerez, R., Carreno, E. W., & Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingenieria Quimica. Tesis. (2012). *Mejoramiento del actual tratamiento activo y propuesta de un metodo pasivo para el manejo de drenajes acidos en el distrito minero auroargentifero vetas california (santander)* [recurso electronico]. UIS.

López Pamo, E., Aduvire, O., & Baretino, D. (2002). Tratamientos pasivos de drenajes ácidos de mina: Estado actual y perspectivas de futuro. *Boletín Geológico y Minero*, 113(1), 3–21. [chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.igme.es/Boletin/2002/113\\_1\\_2002/4-ARTICULO TRATAMIENTOS.pdf](https://www.igme.es/Boletin/2002/113_1_2002/4-chrome-extension://efaidnbmnnnibpcajpcglclefindmkaj/https://www.igme.es/Boletin/2002/113_1_2002/4-ARTICULO TRATAMIENTOS.pdf)

Naidu, G., Ryu, S., Thiruvengkatachari, R., Choi, Y., Jeong, S., & Vigneswaran, S. (2019). A critical review on remediation, reuse, and resource recovery from acid mine drainage. *Environmental Pollution*, 247, 1110–1124. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2019.01.085>

Oliveira, & Martins, J. (2003). Caracterização e classificação do resíduo sólido "pó do balão", gerado na indústria siderúrgica não integrada a carvão vegetal: estudo de um caso na região

de Sete Lagoas/MG. *Química Nova*, 26(1), 5–9. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422003000100002>

Ordóñez Alonso, Pendás Fernández, F., & Loredo Pérez, J. (1999). *Sistemas de tratamiento pasivo para aguas ácidas de mina*. Universidad de Oviedo.

Pena Ortiz, Wolff Carreno, E., Perez Vega, W., & Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Química. Tesis. (2009). *MANEJO DE DRENAJES ACIDOS DE MINA (DAM) [recurso electrónico]*. UIS.

Ramirez Pita, Lopez Isaza, J. A., Ardila Montero, R. G., & Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Tesis. (2012). *Simulación de la respuesta hidrogeológica de drenajes ácidos de mina, incrementando el pH usando cao (cal) como agente alcalino en el distrito minero vetas-california, santander [recurso electrónico]*. uis.

Rodríguez, & García-Cortés, Ángel. (2006). *Los residuos minero-metalúrgicos en el medio ambiente*. Instituto Geológico y Minero de España.

Rojas, L., & Restrepo, S. (2016). *Evaluación Del Uso De Cascarilla De Laminación Como Agregado Fino En La Elaboración De Concreto Convencional*. 102. [https://repository.eafit.edu.co/bitstream/handle/10784/12229/RojasHenao\\_LinaMaria\\_SierraRestrepo\\_Simon\\_2016.pdf?sequence=2](https://repository.eafit.edu.co/bitstream/handle/10784/12229/RojasHenao_LinaMaria_SierraRestrepo_Simon_2016.pdf?sequence=2)

## Apéndices

**Apéndice 1. Resumen de investigaciones acerca de tratamientos de drenajes ácidos de mina (AMD) relacionados con el presente proyecto de grado.**

**Tabla A1. 1**

*Artículos de investigaciones sobre drenajes ácidos de mina.*

Nombre artículo	Objetivo	Metodología	Conclusión
Bioremediation of acid mine drainage using Fischer-Tropsch waste water as a feedstock for dissimilatory sulfate reduction (Magowo et al., 2020).	La implementación de aguas residuales Fischer-Tropsch para proporcionar alimento orgánico en la reducción biológica de sulfatos.	Eliminaron mediante un reactor biológico, el sulfuro de hidrogeno mediante oxidación biológica.	La concentración de sulfato disminuyo de 3000 mg/L a 28 mg/L, eficiencia de eliminación del 99,99% por tanto la actividad microbiana aumento el pH.
A critical review on remediation, reuse, and resource recovery from acid mine drainage (Naidu et al., 2019).	Proporcionar una mejor comprensión e información del tratamiento del AMD al discutir las diferentes características, impactos ambientales y económicos.	Plantearon los diferentes usos y aplicaciones usadas para el control de AMD en la industria minero-metalúrgica.	Los tratamientos del AMD membranas y alternativas pueden producir aguas de alta calidad, pero debido al alto costo se han de utilizar procesos integrados que permiten lograr tratamiento sostenible.
A review of recent strategies for acid mine drainage prevention and mine tailings recycling (Park et al., 2019).	Revisión de técnicas convencionales y de vanguardia para prevenir formación de AMD.	Trataron información sobre formación de AMD con técnicas de prevención y reciclaje de desechos mineros.	Las técnicas de prevención alternativas como barreras de oxígeno, bactericidas, mezcla con neutralizantes, pasivación y el reciclaje de desechos de mina como medios de remediación sostenible y continua.
Acid mine drainage from coal mining in the United States – An overview (Acharya & Kharel, 2020)	Revisar una descripción general de la formación y efectos de la AMD, mirando métodos de predicción y tratamiento.	Tomaron diferentes fuentes de información sobre el AMD en la minería del carbón en EE. UU.	La literatura sugiere que los AMD pueden centrarse en caracterización, prevención, predicción y tratamiento adecuado del AMD.

**Apéndice 2. Procedimiento de fabricación del agua ácida**

1. Se depositó agua destilada hervida (pH natural), en un recipiente de aproximadamente 5 litros.
2. Seguidamente, al agua destilada hervida a (pH natural), se le agregó una gota de ácido nítrico con una concentración aproximada del 69% a la solución acidificante



3. Se prepararon unas 6 soluciones para regular el pH, tres de estas soluciones a partir del ácido nítrico al 69% que al mezclarse con 50 ml de agua redujo la concentración al 5%, 1% y 0,5% respectivamente. La cantidad de ácido necesaria a mezclar fue:

$$V1 = \frac{5\% * 50 \text{ ml}}{69\%} = 3,62 \text{ ml}$$

$$V2 = \frac{1\% * 50 \text{ ml}}{69\%} = 0,72 \text{ ml}$$

$$V3 = \frac{0,5\% * 50 \text{ ml}}{69\%} = 0,36 \text{ ml}$$

4. Las otras tres soluciones reguladoras se prepararon mezclando agua destilada con una base o soda, en este caso se usó NaOH con el objetivo de preparar una solución de 5% concentrada, 1% intermedia y 0,5% muy diluida.
5. Teniendo las soluciones reguladoras, se procedió a ajustar pH del agua acidulada midiendo a través del peachimetro, bajando el nivel de pH a 3,3.
6. Luego de ello se hicieron los cálculos estequiométricos para conocer la cantidad necesaria de sulfato ( $\text{FeSO}_4$ ,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CuSO}_4$  y  $\text{MnSO}_4$ ) que se le agregó a cada uno de los erlenmeyer con 100 ml de agua ácida, los cuales se presentan a continuación usando los datos de la tabla 3:
- 7.

*Sulfato de Hierro*

$$Fe = 60 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{l}} \right] * \frac{1[\text{l}]}{1000 [\text{ml}]} * 100[\text{ml}] = 6 [\text{mg}] \text{ de Fe}$$

$$100[\text{mg}] \text{ de FeSO}_4 \rightarrow 36,76 [\text{mg}] \text{ de Fe}$$

$$6 [\text{mg}] \text{ de Fe} \rightarrow X [\text{mg}] \text{ de FeSO}_4$$

$$X = 16,32 [\text{mg}] \text{ de FeSO}_4$$

*Sulfato de Aluminio*

$$Al = 36 \left[ \frac{mg}{l} \right] * \frac{1[l]}{1000 [ml]} * 100[ml] = 3,6 [mg] \text{ de Al}$$

$$100[mg] \text{ de } Al_2(SO_4)_3 * 18H_2O \rightarrow 8,1 [mg] \text{ de Al}$$

$$3,6 [mg] \text{ de Fe} \rightarrow X [mg] \text{ de } Al_2(SO_4)_3 * 18H_2O$$

$$X = 44,44 [mg] \text{ de } Al_2(SO_4)_3 * 18H_2O$$

*Sulfato de Cobre*

$$Cu = 11 \left[ \frac{mg}{l} \right] * \frac{1[l]}{1000 [ml]} * 100[ml] = 1,1 [mg] \text{ de Al}$$

$$100[mg] \text{ de } CuSO_4 \rightarrow 39,81 [mg] \text{ de Cu}$$

$$1,1 [mg] \text{ de Cu} \rightarrow X [mg] \text{ de } CuSO_4$$

$$X = 2,76 [mg] \text{ de } CuSO_4$$

*Sulfato de Manganeso*

$$Mn = 4 \left[ \frac{mg}{l} \right] * \frac{1[l]}{1000 [ml]} * 100[ml] = 0,4 [mg] \text{ de Mn}$$

$$100[mg] \text{ de } MnSO_4 \rightarrow 36,38 [mg] \text{ de Mn}$$

$$0,4 [mg] \text{ de Cu} \rightarrow X [mg] \text{ de } CuSO_4$$

$$X = 1,09 [mg] \text{ de } CuSO_4$$

8. Con cada cantidad de sulfato que se halló se procedió a combinar junto con el agua ácida, dando resultado así a 4 diferentes combinaciones como se ve en la tabla 4.

**Apéndice 3. Ecuaciones y cálculo tipo para %remoción de sólidos**

SC= Sin contacto con los residuos

EC= En contacto con los residuos

%Remoción de metales:

$$\% = (Composición\ DAM\ SC[mg] - Composición\ DAM\ EC[mg]) * \left( \frac{100\%}{Composición\ DAM\ SC[mg]} \right)$$

%Remoción de sulfatos:

$$\% = (Composición\ DAM\ SC[mg] - Composición\ DAM\ EC[mg]) * \left( \frac{100\%}{Composición\ DAM\ SC[mg]} \right)$$

%Incremento de conductividad:

$$\% = (Conductividad\ DAM\ EC[\mu S/cm] - Conductividad\ DAM\ SC[\mu S/cm]) * \left( \frac{100\%}{Conductividad\ DAM\ SC[\mu S/cm]} \right)$$

$\Delta$ Variación de pH:

$$\Delta pH = pH\ DAM\ EC - pH\ DAM\ SC$$

$\Delta$ Variación de solidos disueltos

$$\Delta Solidos\ disueltos = Solidos\ disueltos\ DAM\ EC \left[ \frac{mg}{L} \right] - Solidos\ disueltos\ DAM\ SC \left[ \frac{mg}{L} \right]$$

**Apéndice 4. Procedimiento de análisis químico para la determinación de sulfato en solución de cada una de las muestras líquidas**

En este apéndice, se presenta el procedimiento para el análisis por turbidimetría para la determinación de sulfatos en solución de las muestras líquidas. Las siguientes ecuaciones permitieron hallar la cantidad de volumen necesario para agregar a la probeta. Agregando una alícuota de solución cloruro de bario(100 mg/L) a 50 ml de agua destilada, se agitó la muestra para luego sacar el volumen hallado y agregarlo a la probeta que luego fue aforada hasta la línea de medición para obtener la concentración aproximada y mediante los puntos NTU (*Nephelometric Turbidity Unit*) arrojados por el turbidímetro poder elaborar la curva de calibración del equipo:

$$\text{cálculo tipo: } C1 * V1 = C2 * V2$$

$$\text{Ecuación 1: } 5 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * 50 [\text{ml}] = 100 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * V2$$

$$V2 = 2,5 [\text{ml}]$$

$$\text{Ecuación 2: } 10 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * 50 [\text{ml}] = 100 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * V2$$

$$V2 = 5 [\text{ml}]$$

$$\text{Ecuación 3: } 20 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * 50 [\text{ml}] = 100 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * V2$$

$$V2 = 10 [\text{ml}]$$

$$\text{Ecuación 4: } 40 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * 50 [\text{ml}] = 100 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * V2$$

$$V2 = 20 [\text{ml}]$$

$$\text{Ecuación 5: } 50 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * 50 [\text{ml}] = 100 \left[ \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right] * V2$$

$$V2 = 25 [\text{ml}]$$

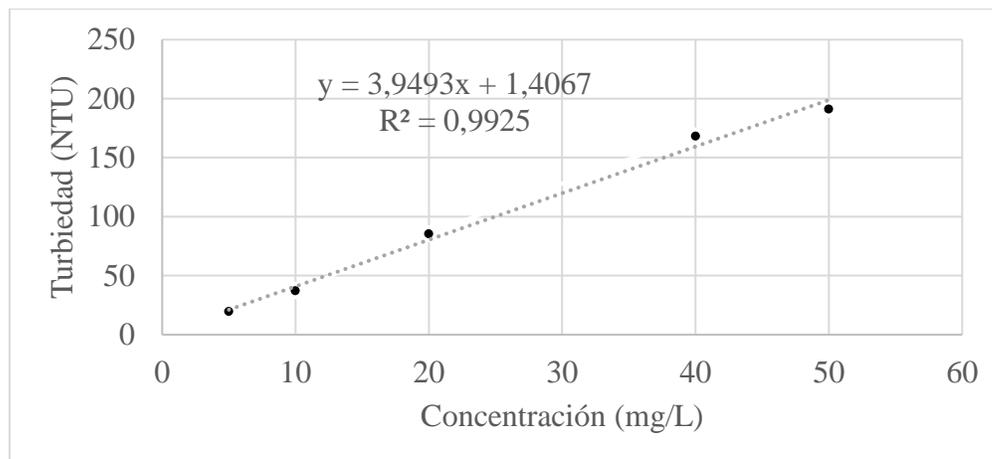
**Tabla A4. 1**

*Puntos de calibración de la curva concentración vs turbidez.*

[A] mg/L	Turbidez [NTU]
5	19,5
10	37
20	85,2
40	168
50	191

**Figura A4. 1**

*Curva de calibración Concentración vs Turbidez.*



Teniendo la ecuación de la recta, se reemplazó la variable “y” con la medida de turbiedad captada por el turbidímetro, se despejó la ecuación y así se obtuvo cada medida de sulfato en los ensayos planteados, a continuación, el cálculo tipo:

$$y = 3,9493x + 1,4067$$

$$y - 1,4067 = 3,9493x$$

$$x = \frac{y - 1,4067}{3,9493}$$

$$x = \left( \frac{y - 1,4067}{3,9493} \right) * FD$$

FD = Factor de dilución