



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE  
SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGIA Y MATERIALES**

**PROGRAMA DE MAESTRÍA EN  
METALURGIA Y CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**ESTUDIO DE REDUCCIÓN DE BRIQUETAS COMPUESTAS DE MINERAL  
DE HIERRO Y BAGAZO DE AGAVE**

TESIS  
que para obtener el Grado de  
Maestro en Metalurgia y Ciencias de los Materiales presenta:

PRESENTA  
ING. MARIO ALBERTO SÁNCHEZ MIRANDA

Director de Tesis  
DRA. NOEMÍ ORTIZ LARA

Co-Director de Tesis  
DRA. DIANA CHOLICO GONZÁLEZ

Morelia, Michoacán, Agosto del 2017

---

## ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	i
ÍNDICE DE TABLAS	iv
ÍNDICE DE FIGURAS	vi
RESUMEN	xi
ABSTRACT	xii
<b>CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN</b>	<b>1</b>
1.1 Justificación	2
1.2 Objetivos	2
1.2.1 General	2
1.2.2 Específicos	2
1.3 Hipótesis	3
<b>CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE</b>	<b>4</b>
2.1 Minerales de hierro	4
2.2 Variables en el proceso de reducción de minerales de hierro	4
2.2.1 <i>Reducción de minerales de hierro con carbón.</i>	5
2.2.2 <i>Proceso de reducción de minerales de hierro utilizando biomasa.</i>	17
2.3 Bagazo de agave: Usos y aplicaciones	41
<b>CAPÍTULO III. METODOLOGÍA</b>	<b>44</b>
3.1 Recepción de muestras	45
3.2 Técnicas de caracterización	46
3.2.1 <i>Caracterización del bagazo de agave</i>	46
3.2.1.1 <i>Análisis elemental</i>	46
3.2.1.2 <i>Determinación de cenizas</i>	46
3.2.1.3 <i>Determinación de humedad</i>	47
3.2.1.4 <i>Análisis de materia volátil</i>	47
3.2.1.5 <i>Análisis de carbón fijo</i>	48
3.2.1.6 <i>Determinación de extraíbles</i>	48

3.2.1.7	<i>Estimación del poder calorífico de la biomasa</i>	49
3.2.1.8	<i>Microscopia electrónica de barrido (MEB)</i>	49
3.2.1.9	<i>Difracción de rayos X (DRX)</i>	50
3.2.1.10	<i>Espectroscopía de infrarrojo (FTIR)</i>	51
3.2.2	<i>Caracterización del concentrado mineral</i>	51
3.2.2.1	<i>Determinación del tamaño de partícula.</i>	51
3.2.2.2	<i>Microscopia electrónica de barrido (MEB)</i>	51
3.2.2.3	<i>Difracción de rayos X (DRX)</i>	52
3.2.2.3	<i>Fluorescencia de rayos X (FRX)</i>	52
3.3	<b>Reducción del concentrado mineral con biomasa</b>	52
3.4	<b>Preparación y reducción de briquetas</b>	53
3.5	<b>Porcentaje de metalización</b>	53
 <b>CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>		55
4.1	<b>Caracterización del bagazo de agave</b>	55
4.1.1	<i>Análisis elemental.</i>	55
4.1.2	<i>Determinación de cenizas.</i>	56
4.1.3	<i>Determinación de humedad</i>	56
4.1.4	<i>Contenido de materia volátil</i>	56
4.1.5	<i>Contenido de carbón fijo</i>	57
4.1.6	<i>Determinación de compuestos extraíbles</i>	57
4.1.7	<i>Estimación del poder calorífico</i>	58
4.1.8	<i>Caracterización por microscopía electrónica de barrido</i>	59
4.1.9	<i>Caracterización por difracción de rayos X (DRX)</i>	61
4.1.10	<i>Caracterización por espectroscopía infrarroja (FTIR)</i>	63
4.2	<b>Caracterización del concentrado mineral</b>	64
4.2.1	<i>Determinación del tamaño de partícula del concentrado mineral.</i>	65
4.2.2	<i>Caracterización por difracción de rayos X (DRX)</i>	66
4.2.3	<i>Caracterización por fluorescencia de rayos X (FRX)</i>	66
4.2.4	<i>Caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB)</i>	67

---

<b>4.3 Reducción del concentrado mineral con biomasa</b>	69
<b>4.4 Reducción de briquetas</b>	78
<b>4.5 Porcentaje de metalización</b>	81
<b>CAPÍTULO V. CONCLUSIONES</b>	85
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	86

---

## ÍNDICE DE TABLAS

### CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

<b>Tabla 2.1.</b> Reducción de minerales de hierro con carbón.	6
<b>Tabla 2.2.</b> Relación atómica Fe/O de los pellets antes y después de la reducción [7].	13
<b>Tabla 2.3.</b> Reducción de minerales de hierro con biomasa.	19
<b>Tabla 2.4.</b> Composición de la cascarilla de la semilla de palma (porcentaje en peso) [10].	21
<b>Tabla 2.5.</b> Comparación de dióxido de carbono de la combustión de carbón y biomasa [11].	24
<b>Tabla 2.6.</b> Análisis elemental de residuos de palma [14].	26
<b>Tabla 2.7.</b> Análisis de materia volátil, carbón fijo y cenizas para el carbón preparado (porcentaje en peso) [15].	32
<b>Tabla 2.8.</b> Análisis del aserrín de cedro (porcentaje en peso) [16].	34
<b>Tabla 2.9.</b> Relaciones molares de la mezcla del mineral y la biomasa [16].	35
<b>Tabla 2.10.</b> Análisis elemental de ciprés japonés (porcentaje en peso) [17].	37
<b>Tabla 2.11.</b> Contenido de materia volátil (% en peso) después de la carbonización [17].	39
<b>Tabla 2.12.</b> Composición química del bagazo de agave (porcentaje en peso) [28].	43

### CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

<b>Tabla 3.1.</b> Ecuaciones de estimación de poder calorífico en la biomasa [33].	49
--	----

### CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

<b>Tabla 4.1.</b> Análisis elemental del bagazo de agave.	55
<b>Tabla 4.2.</b> Porcentaje de cenizas en el bagazo de agave.	56
<b>Tabla 4.3.</b> Porcentaje de humedad en el bagazo de agave.	56
<b>Tabla 4.4.</b> Contenido de materia volátil bagazo de agave.	57
<b>Tabla 4.5.</b> Análisis de extraíbles en el bagazo de agave	57
<b>Tabla 4.6.</b> Análisis del concentrado mineral (magnetita) mediante FRX.	67
<b>Tabla 4.7.</b> Valores de porcentaje en peso de los elementos analizados mediante un EDS del concentrado mineral.	69
<b>Tabla 4.8.</b> Fases magnetita (M), wustita (W) y hierro (Fe) presentes en la reducción a las distintas temperaturas y porcentajes de biomasa.	76

---

<b>Tabla 4.9.</b> Valores de los elementos analizados mediante FRX de las briquetas reducidas.	81
<b>Tabla 4.10.</b> Porcentaje de metalización en función del porcentaje de bagazo de agave a distintas temperaturas de reducción.	84

---

## ÍNDICE DE FIGURAS

### CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

<b>Figura 2.1.</b> Análisis de DRX para pellets compuestos de mineral de hierro y carbón a distintas temperaturas [5].	7
<b>Figura 2.2.</b> Curva del grado de reducción en función del tiempo de los pellets a distintas temperaturas [5].	8
<b>Figura 2.3.</b> Efecto del flujo del gas reductor para muestras de hematita 99.5% de pureza. a) 700°C. b) 900°C [6].	8
<b>Figura 2.4.</b> Efecto del flujo del gas reductor para pellets industriales 95.99% de hematita con pequeños contenidos de otros óxidos. a) 700°C. b) 900°C [6].	9
<b>Figura 2.5.</b> Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón lignito (3.43% M.V.) a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].	10
<b>Figura 2.6.</b> Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón lignito (33.98% M.V.) a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].	11
<b>Figura 2.7.</b> Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón grafito a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].	12
<b>Figura 2.8.</b> Grado de metalización en función del tiempo a 910 °C para tres diferentes relaciones de carbón [8].	14
<b>Figura 2.9.</b> Grado de metalización en función del tiempo a 950 °C para dos diferentes relaciones de carbón [8].	15
<b>Figura 2.10.</b> Grado de metalización en función del tiempo para 910, 950 y 1000 °C a una relación de carbón (Cfijo/FeTot) de 0.48 [8].	16
<b>Figura 2.11.</b> Efecto de la temperatura y tiempo con relación de carbón de 0.48 sobre el grado de metalización [8].	16
<b>Figura 2.12.</b> Análisis de difracción de rayos x para pellets compuestos de mineral de hierro y biomasa a tres diferentes proporciones a 1200°C [9].	17
<b>Figura 2.13.</b> Grado de evolución de los gases volátiles CO, CO <sub>2</sub> , y CH <sub>4</sub> [9].	18
<b>Figura 2.14.</b> Diagramas del proceso metalúrgico sustentable [9].	21
<b>Figura 2.15.</b> Análisis de difracción de rayos X para pellets compuestos con 10% (en relación de peso) de cascarilla de palma [10].	22

<b>Figura 2.16.</b> Análisis de difracción de rayos x para pellets compuestos con 40% (en relación de peso) de cascarilla de palma [10].	23
<b>Figura 2.17.</b> Análisis desprendimiento SOx de la biomasa y carbón coque [12].	24
<b>Figura 2.18.</b> Efecto de la temperatura de reducción en el grado de metalización de hierro [13].	25
<b>Figura 2.19.</b> Difracción de rayos X para muestras reducidas con 20% en peso de carbón a distintas temperaturas [14].	27
<b>Figura 2.20.</b> Efecto de la cantidad de carbón sobre el porcentaje de reducción a distintas temperaturas de reducción [14].	28
<b>Figura 2.21.</b> Proceso de reducción de la goethita a wustita [14].	28
<b>Figura 2.22.</b> Difracción de las briquetas reducidas a 800 °C con diferentes relaciones mineral-biomasa [14].	29
<b>Figura 2.23.</b> Efecto del tiempo de permanencia sobre el porcentaje de reducción a distintas temperaturas para una relación mineral biomasa 8:2 [14].	29
<b>Figura 2.24.</b> Reducción en función del tiempo de permanencia para determinados modelos cinéticos con una relación mineral-biomasa 8:2 [14].	30
<b>Figura 2.25.</b> Relación entre $-\ln(1-f)$ y el tiempo para diferentes temperaturas con relación mineral-biomasa 8:2 [14].	30
<b>Figura 2.26.</b> Gráfico de Arrhenius ( $\ln K$ vs $1/T$ ) [14].	31
<b>Figura 2.27.</b> Curvas TG-QMS durante la reducción a 1200 °C de mineral y carbón de 300 °C [15].	33
<b>Figura 2.28.</b> Difracción de rayos X para las diferentes muestras compuestas de hematita y carbón de biomasa reducidas a 1200 °C [15].	34
<b>Figura 2.29.</b> Comportamiento de los gases generados por la descomposición térmica del aserrín a 1000 °C [16].	36
<b>Figura 2.30.</b> Comportamiento de los gases generados por la descomposición térmica del aserrín a 1200 °C [16].	36
<b>Figura 2.31.</b> Gases generados por la reducción del compuesto a 1000 °C [16].	37
<b>Figura 2.32.</b> Comportamiento de los gases generados por la reducción del compuesto a 1200 °C [16].	37

<b>Figura 2.33.</b> Volumen de los gases generados por la carbonización de la biomasa en función de las distintas temperaturas de reducción [17].	38
<b>Figura 2.34.</b> Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 800 °C y tamaño de partícula de 63-75 µm [17].	39
<b>Figura 2.35.</b> Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 900 °C y tamaño de partícula de 63-75 µm [17].	40
<b>Figura 2.36.</b> Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 1000 °C y tamaño de partícula de 63-75 µm [17].	40
<b>Figura 2.37.</b> Curvas de reducción de los pellets compuestos de mineral y biomasa carbonizada (800 °C) en función del tiempo a distintos tamaños de partícula (23-63, 63-75, y 105-150 µm) [17].	41
<b>Figura 2.38.</b> Toneladas de agave consumido para la producción de tequila en México de 1995-2016 [21].	42

### **CAPÍTULO III. METODOLOGÍA**

<b>Figura 3.1.</b> Diagrama de flujo del desarrollo experimental.	44
<b>Figura 3.2.</b> a) Bagazo de agave y b) polvo del concentrado de mineral de magnetita.	45
<b>Figura 3.3.</b> Horno Felisa empleado para remoción de la humedad en el bagazo de agave.	47
<b>Figura 3.4.</b> Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.	50
<b>Figura 3.5.</b> Difractómetro de Rayos X D8 ADVANCE DAVINCI (Bruker).	50
<b>Figura 3.6</b> Espectrofotómetro de Infrarrojo Tensor 27 (Bruker).	51
<b>Figura 3.7.</b> Horno de tubo horizontal Carbolite STF.	52
<b>Figura 3.8.</b> Briquetas compuestas de biomasa y mineral de hierro antes de la reducción.	53

### **CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

<b>Figura 4.1.</b> a) Fibras del bagazo de agave vistas en el MEB a 50x, b) Superficie de una fibra del bagazo de agave a 500x.	59
<b>Figura 4.2.</b> a) Fibras del bagazo de agave tratadas con NaOH vistas en el MEB a 400x, b) Sección transversal de una fibra de bagazo de agave a 500x.	60
<b>Figura 4.3.</b> Fibras de bagazo de agave tratadas con HCl vistas en el MEB a 500x.	60
<b>Figura 4.4.</b> Bagazo de agave libre de extraíbles analizado en el microscopio electrónico de	61

barrido a: a) 200x, b) 1000x, c) 500x y d) 2500x.	
<b>Figura 4.5.</b> Difractograma de rayos X obtenido para el bagazo de agave molido.	62
<b>Figura 4.6.</b> Difractograma de rayos X del bagazo de agave sin extraíbles	62
<b>Figura 4.7.</b> Difractograma de rayos X de las cenizas del bagazo de agave.	63
<b>Figura 4.8.</b> Espectros de infrarrojo del bagazo de agave sin tratamiento BA (negro), tratado BA+HCl (rojo), tratado BA+NaOH (verde).	64
<b>Figura 4.9.</b> Distribución de tamaño de partícula en el concentrado mineral. La línea punteada corresponde al valor d80.	65
<b>Figura 4.10.</b> Difracción de rayos X del mineral óxido de hierro.	66
<b>Figura 4.11.</b> Concentrado de mineral analizado en el microscopio electrónico de barrido: a) 200x, b) 500x, c) 1000x, d) 2500x, y e) 5000x.	68
<b>Figura 4.12.</b> Reducción de concentrado mineral a 800 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.	70
<b>Figura 4.13.</b> Reducción de concentrado mineral a 900 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.	71
<b>Figura 4.14.</b> Reducción de concentrado mineral a 1000 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.	72
<b>Figura 4.15.</b> Reducción de concentrado mineral a 1100 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.	73
<b>Figura 4.16.</b> Reducción de concentrado mineral a 1200 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.	74
<b>Figura 4.17.</b> Reducción de concentrado mineral usando 50% de biomasa con 45 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 1200, b) 1100, c) 1000, d) 900 y e) 800°C.	75
<b>Figura 4.18.</b> Reducción a 3 distintos tiempos del mineral de óxido de hierro (magnetita) con 50 % biomasa en relación al peso (3gr) a 1000 °C. a) 45 minutos, b) 30 minutos, c) 15 minutos.	77

---

<b>Figura 4.19.</b> Análisis de microscopia electrónica de barrido de las muestras reducidas a 1000°C con 50% de biomasa y 30 minutos de reducción: a) 200x, b) 500x, c) 2500x y d) 5000x.	78
<b>Figura 4.20.</b> DRX de las briquetas reducidas (50 % biomasa, 1000 °C y 30 min. de reducción).	79
<b>Figura 4.21.</b> Análisis de microscopia electrónica de barrido de las briquetas reducidas totalmente a hierro metálico: a) 200x, b) 500x, c) 2500x y d) 5000x.	80
<b>Figura 4.22.</b> Difractogramas de la reducción de concentrado mineral usando 50% de biomasa con 30 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 1100, b) 1000, c) 900, d) 800 °C.	81
<b>Figura 4.23.</b> Análisis de microscopia electrónica de barrido de las muestras reducidas con 50% de biomasa con 30 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 800, b) 900, c) 1000 y d) 1100°C	83
<b>Figura 4.24.</b> Porcentaje de metalización en función del porcentaje de bagazo de agave y de la temperatura de reducción (30 min de permanencia).	84

---

## RESUMEN

La industria siderúrgica dirige en la actualidad esfuerzos enfocados en el desarrollo de nuevas técnicas de reducción de minerales, más económicas y eficientes; un ejemplo de esto es la reducción de los óxidos de hierro mediante biomasa.

Este trabajo de investigación propone el uso de bagazo de agave para la reducción de un concentrado de hierro (magnetita), aprovechando el contenido de elementos como carbono, oxígeno e hidrógeno en el bagazo. Se caracterizó la biomasa determinando algunas de sus características como contenido de humedad, contenido de cenizas, materia volátil, carbón fijo y su poder calorífico fue estimado a partir del contenido de los componentes principales (lignina y celulosa). Para evaluar la factibilidad del uso de la biomasa en la reducción de un concentrado mineral de magnetita se realizó el estudio de reducción en dos etapas, la primera evaluando la reducción a partir de polvos y la segunda usando briquetas fabricadas con mezclas de mineral de hierro y bagazo de agave. Los polvos de magnetita se mezclaron con diferentes contenidos de bagazo de agave (25, 35 y 50 % en peso) y se sometieron a diferentes temperaturas (800, 900, 1000, 1100 y 1200 °C) a tres diferentes tiempos de reacción (15, 30 y 45 minutos) y en atmósfera de argón.

Los resultados experimentales indican que a 800 °C tiene lugar la reducción de magnetita a wustita, mientras que a temperaturas mayores se presenta la transformación a hierro metálico. Lo anterior permite concluir que el uso del bagazo de agave (relación biomasa:mineral de 1:1), es una alternativa para reducir concentrados de magnetita hasta obtener Fe<sup>0</sup>, a una temperatura de 1000 °C durante 30 minutos de reacción, sin la adición de un gas reductor.

**Palabras clave:** *bagazo de agave, biomasa, reducción, mineral de hierro.*

---

## ABSTRACT

The steel industry is currently focusing on the development of new, more economical and efficient mineral reduction techniques. For example, the reduction of iron ores by biomass.

This research proposes the use of agave bagasse for the reduction of an iron concentrate (magnetite) taking advantage of the carbon and hydrogen content in the bagasse. Biomass was characterized by determining some characteristics such as moisture, ash, volatile matter, fixed carbon contents and its calorific value was estimated using the content of main components (cellulose and lignin). To evaluate the feasibility of the use of biomass in the reduction of a mineral concentrate of magnetite, the reduction study was carried out in two stages, the first one evaluating the reduction from powders and the second one using briquettes made from mixtures of iron ore and agave bagasse. The magnetite powders were mixed with certain agave bagasse contents (25, 35 and 50% by weight) under different temperatures (800, 900, 1000, 1100 and 1200 ° C) at three reaction times (15, 30 and 45 minutes) and in argon atmosphere.

The experimental results indicate that the reduction of magnetite to wustite occurs at 800°C, while at higher temperatures the transformation to metallic iron takes place. This show that agave bagasse is an efficient alternative to reduce magnetite concentrates to Fe<sup>0</sup> when the biomass:ore ratio is 1:1 at a temperature of 1000°C using 30 minutes of reaction, without reductor gas.

**Keywords:** *agave bagasse, biomass, reduction, iron ore.*

---

## CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

La fabricación de hierro y acero ha representado un consumo alto de energía. El uso del carbón que funge como combustible además de elemento reductor, ha sido clasificado como de primera calidad con altos costos y reservas limitadas. La industria se ha enfocado en la aplicación de carbones baratos y de grado inferior que lleven al desarrollo de nuevas técnicas de reducción directa de minerales de hierro. Durante el proceso de reducción se lleva a cabo la transformación del carbón por la reacción de Boudouard, con lo cual hay posibilidad de remplazar el carbón por biomasa como una fuente alternativa, la cual provee una fuente de carbón y energía para que ocurra la reducción del mineral de hierro. Cabe mencionar que la biomasa se considera como una fuente de energía renovable y con esto se pretende substituir el uso de combustibles fósiles. En comparación con el carbón mineral, se disminuyen las emisiones de compuestos como el CO<sub>x</sub>, NO<sub>x</sub>, y SO<sub>x</sub> en la atmósfera, los cuales son responsables del efecto invernadero y de la lluvia ácida.

Siendo México, un país productor de tequila, se lleva cabo el cultivo de agave para su producción. Derivado de esta industria, anualmente se cultivan miles de toneladas de esta materia prima que son procesadas. Adicionalmente se generan por año, miles de toneladas de residuos conocidos como bagazo de agave (BA) y representa aproximadamente el 40% del total de agave procesado. Solo pocas industrias buscan alternativas y promueven la reutilización de estos desechos generados y se han buscado diferentes aplicaciones, entre las que destacan la producción de biogás, composta o como alimento para animales principalmente. El bagazo de agave como residuo además de ser una fuente de carbón, contiene algunos alcoholes y azúcares reductores generados por el proceso de fermentación que tiene lugar durante la producción de tequila. Lo anterior le atribuye al bagazo de agave una ventaja ya que estos compuestos pueden incrementar su capacidad calorífica y ser aprovechada en el proceso de reducción de minerales de hierro.

Por lo anterior, en este trabajo, se ha planteado una aplicación potencial para este material en la preparación de briquetas compuestas para la reducción de minerales ferrosos debido a su contenido de materia orgánica que puede ser transformada en carbón y CO, insumos empleados en la reducción de estos minerales.

---

## 1.1 Justificación

Desde décadas pasadas, la fabricación de hierro y acero ha representado una elevada demanda de energía, siendo uno de los sectores que más consumen los recursos naturales para este fin. Por lo tanto, los productores de aceros se ven obligados a transformar el proceso existente o a desarrollar nuevas operaciones para minimizar costos y obtener máximos grados de reducción para satisfacer las necesidades industriales. Una alternativa es el uso de biomasa, entre ellas el bagazo de agave, que como ya se mencionó la industria tequilera genera miles de toneladas de este desperdicio, lo cual ocasiona la problemática del tratamiento o desecho de éste. Al utilizar este residuo que funge como combustible y además como elemento reductor en un proceso de reducción se estarían minimizando costos ya que se trata de una fuente de energía renovable por lo tanto se pretende sustituir con este desperdicio el uso de combustibles fósiles los cuales han sido clasificados como de primera calidad con altos costos y reservas limitadas.

Por lo anterior, con el desarrollo de este trabajo, se busca proponer una alternativa para la reducción de minerales de hierro mediante la preparación de briquetas compuestas con bagazo de agave, buscando dar tratamiento y valorización a estos residuos con una eficiencia adecuada.

## 1.2 Objetivos

### 1.2.1 *General*

Evaluar el potencial de bagazo de agave como agente reductor y como fuente de combustibles en un proceso de reducción de mineral de óxido de hierro (magnetita).

### 1.2.2 *Específicos*

1. Caracterizar el bagazo de agave y mineral para determinar sus propiedades físicas y químicas.
2. Elaborar mezclas de polvos en diferentes proporciones de magnetita y bagazo de agave para realizar pruebas de reducción bajo distintas condiciones.
3. Evaluar las variables del proceso de reducción como: tiempo, temperatura, relación mineral/biomasa y atmósfera inerte para alcanzar la reducción completa.
4. Elaborar briquetas para llevarlas a cabo a un proceso de reducción con las variables óptimas.

---

## 1.1 Hipótesis

La fabricación de hierro y acero utiliza diferentes tipos de carbón como es el coque, lignito y antracito entre otros. Se sabe que el bagazo de agave contiene un alto porcentaje de carbono en su composición e incluso superior en comparación con otros tipos de biomasa. Por lo tanto, el bagazo de agave representa una alternativa viable para ser utilizado en un proceso de reducción de magnetita, debido al alto contenido de carbono en este material orgánico y además de otros elementos como el hidrógeno y oxígeno que funcionarán como generadores de gases reductores para la reducción de óxidos de hierro.

---

## **CAPÍTULO II. REVISIÓN Y DISCUSIÓN DEL ESTADO DEL ARTE**

En este Capítulo se presenta la discusión del estado de arte, que incluye aspectos importantes del proceso de reducción de minerales ferrosos utilizando carbón mineral y posteriormente se discute el uso de diferentes tipos de biomasa. Finalmente se abordan los usos y aplicaciones del bagazo de agave.

### **2.1 Minerales de hierro**

La producción de acero está en una alta y continua demanda con un incremento en la producción anual global de 1.7% por año durante 1970-2000 y alcanzando casi el 7% en 2002-2003 [1]. A nivel mundial, la fabricación de hierro y acero se ha caracterizado debido a los altos índices de consumo de energía. Para la utilización del carbón como elemento reductor y combustible se requiere de uno de primera calidad con costos elevados debido a las reservas limitadas. Por mismas razones, la industria ha buscado alternativas para usar carbones baratos y con características similares al carbón industrial para que se puedan emplear en las técnicas de reducción directa de minerales de hierro.

### **2.2 Variables en el proceso de reducción de minerales de hierro**

Algunas variables en el proceso de reducción de minerales de hierro son: tamaño de partícula, gases reductores, temperatura, tiempo, por mencionar algunos. Ha sido de gran interés el estudio de la reducción de los óxidos  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , para obtener Fe metálico por lo que es importante considerar el efecto que tienen estas variables en el sistema. La influencia de los gases reductores ha sido evaluada por Bedolla y col. [2]. Los investigadores estudiaron dos atmósferas reductoras,  $\text{H}_2$  (100%) y  $\text{H}_2\text{-CO}$  (95:5) mediante análisis termogravimétricos. Los resultados de la reducción de aglomerados de mineral mostraron que la velocidad de reducción con  $\text{H}_2$  puro es mayor que con CO, por lo que se puede considerar que la adición de CO a la mezcla de  $\text{H}_2$  disminuye la velocidad de reducción requiriendo mayor energía para llevarse a cabo. Por otra parte, se ha encontrado que la energía de activación disminuye con el incremento de la velocidad de calentamiento. Esto se debe a que cuanto más rápida sea la velocidad de calentamiento, más

---

rápidamente se alcanzan las temperaturas que favorecen la reducción y disminuye la energía necesaria para que proceda el sistema de reacción pero no se alcanza un alto grado de reducción [2].

La influencia del tamaño de partícula en la reducción de hematita fue evaluado por Pang y col. [3] usando  $H_2$  como gas reductor. Los autores observaron que a una misma temperatura, cuanto menor sea el tamaño de partícula del mineral, más rápido es la velocidad de reacción. Por otro lado, a mayor temperatura de reducción, más corto es el tiempo de reacción.

Por otro lado, Kuila y col. [4] estudiaron la producción de hierro mediante la reducción de magnetita con hidrógeno en un equipo termogravimétrico (TGA). La reducción del mineral se hizo de manera isotérmica (900 °C) a 5 distintos flujos de hidrógeno (0.1, 0.2, 0.3, 0.4 y 0.5 L  $min^{-1}$ ) y a 1 atmósfera de presión. La mejor reducción de la magnetita se obtiene con flujo de hidrógeno superior a 0.3 L  $min^{-1}$  ya que para valores mayores, no hay cambios significativos en la reducción. Estos autores mencionan que la reducción de la magnetita toma lugar en dos etapas: de magnetita a wustita y de wustita a hierro.

### **2.2.1 Reducción de minerales de hierro con carbón.**

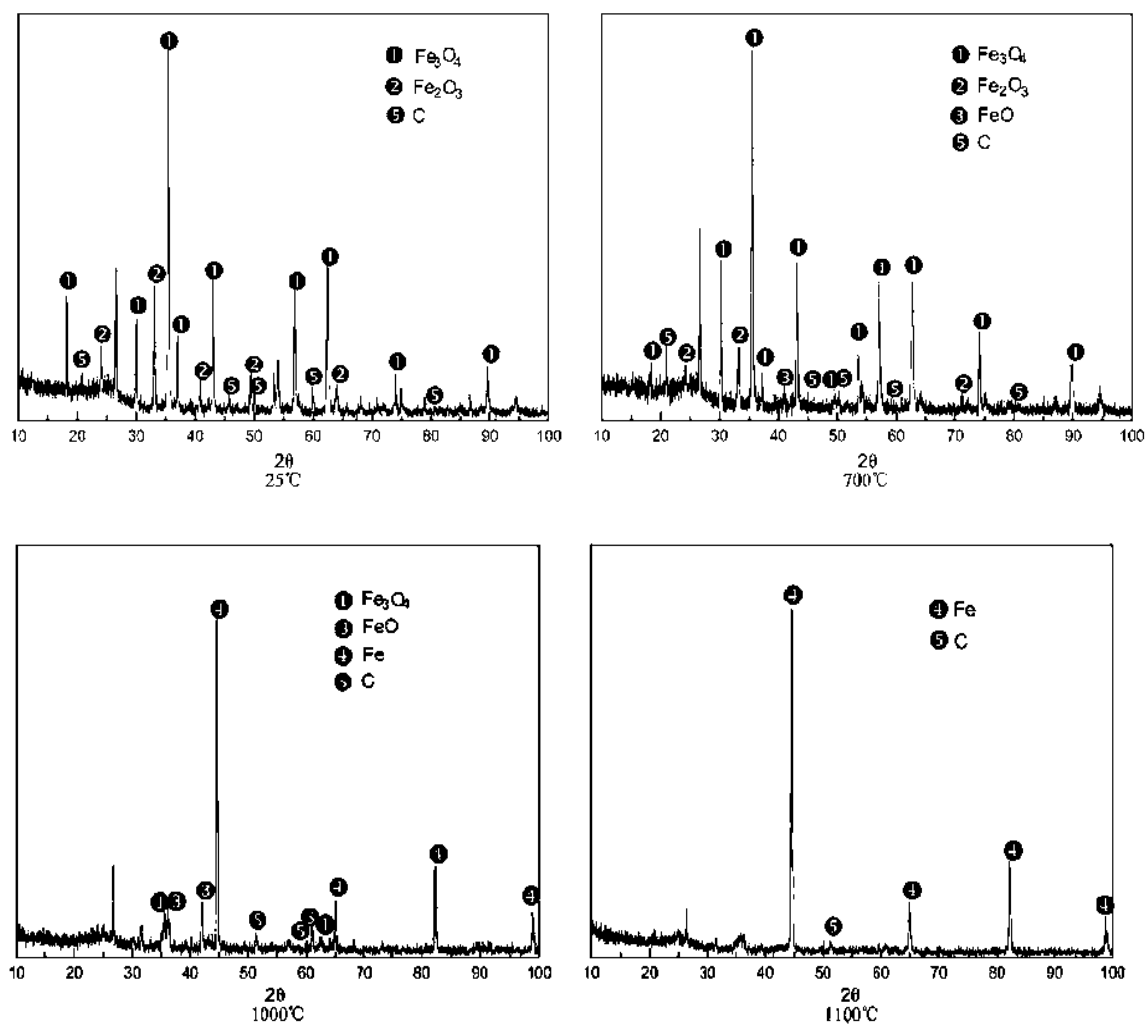
La reducción de minerales de hierro, como se mencionó anteriormente puede llevarse a cabo usando gases reductores. Una alternativa para el proceso es la inclusión de carbón como combustible para lograr la reducción. En la Tabla 2.1 se resumen las condiciones evaluadas para la reducción de minerales de hierro con carbón reportadas por algunos autores.

Man y col. [5] estudiaron la influencia de la temperatura y tiempo en la reducción de mineral de hierro con carbón. La reducción se lleva a cabo por análisis termogravimétrico (TGA), el cual tiene una balanza electrónica para monitorear el cambio de peso.

**Tabla 2.1.** Reducción de minerales de hierro con carbón.

Autor	Fuente de carbón	Preparación del pellet	Secado, Pre calentamiento o sinterizado (T, t, rampa cal)	Atmósferas	Reducción (T, t, )	Equipo utilizado	Estudio cinético
Man y col. [5]	Carbón bituminoso	Tamaño 15 mm Hematita y Magnetita (74µm) 1% Bentonita Disco Peletizador	Secado a 110°C, 2 hrs	Nitrógeno 0.5 L min <sup>-1</sup>	700, 800, 1000 °C	TGA DRX	Grado reducción $\alpha = \frac{W_o - W_t \times 16}{Oxigeno(masa) \times 100}$ control mixto reacción química y difusional) modelo $1 - (1 - \alpha)^{1/3} = Kt$
Kazemi y col. [6]	Grafito	Hematita 10-12 mm tamaño Pellet hechos a mano	Secado a 343 K 4K min <sup>-1</sup> Precal 1223K x 9 hrs	Argón H <sub>2</sub> H <sub>2</sub> -CO Flujo 0.75, 1, 1.5, 2 L min <sup>-1</sup>	Isotérmico a 1373 K Reducción a 30, 50, y 80% 973, 1023, 1073, 1123 K	TGA MEB	Grado de reducción $R = \frac{W_o - W_t}{W_o - W_\infty} \times 100$ Control por reacción química
Akhtar y col. [7]	2 Carbones lignito: 1) bajo contenido de materia volátil 2) alto contenido de materia volátil y grafito	Hematita Tamaño de partícula de los dos carbones 150-200µm Grafito 30µm Relación mineral-carbón 1:3	Secado 105 °C x 3 hrs	Nitrógeno	Temps Isotérmica 800, 900, 1000 °C Tiempo de reducción 5, 10 y 15 minutos	TGA DRX MEB-EDS	A mayor temperatura mayor grado de reducción
Narçin y col. [8]	Carbón lignito	Hematita Tamaño de partícula del carbón 2.8-10 mm Tamaño del pellet 10-12mm	No reportado	No reportado	Temps Isotérmica 910, 950, 1000 °C	Horno tubo rotatorio Desecador	A mayor temperatura, mayor reducción y menos tiempo se requiere para reducir

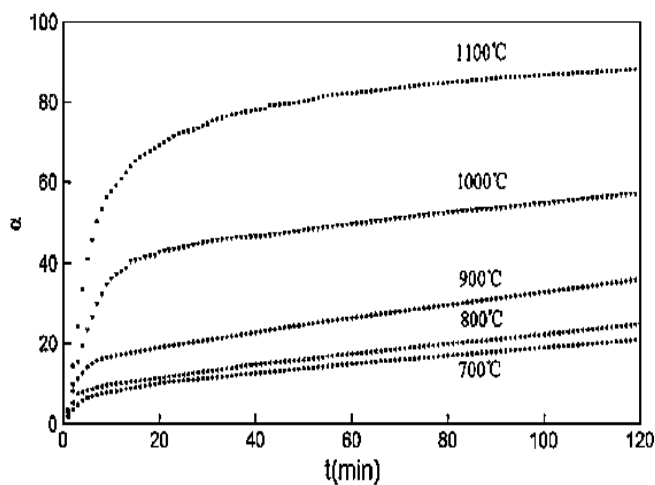
Con el fin de revelar el grado de reducción de la muestra posterior al proceso, se realiza un análisis de difracción de rayos X. Los resultados se muestran en la Figura 2.1, a 25°C el material está compuesto principalmente de hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). A una temperatura de 700 °C la cantidad de hematita disminuye, la cantidad de magnetita aumenta y adicionalmente la wustita ( $\text{FeO}$ ) aparece. Cuando la temperatura experimental alcanza los 1000 °C, el hierro metálico aparece ( $\text{Fe}$ ), esto indica una alta reducción. A 1100 °C, se observa tanto el hierro metálico como el carbón están presentes en la muestra [5].



**Figura 2.1.** Análisis de DRX para pellets compuestos de mineral de hierro y carbón a distintas temperaturas [5].

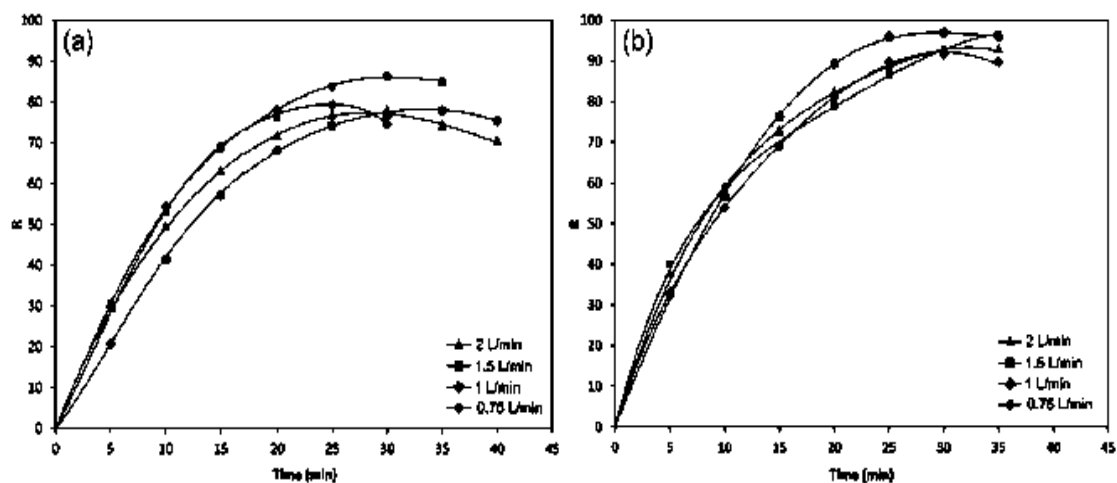
En la Figura 2.2 se muestra el grado de reducción en función del tiempo a distintas temperaturas para pellets compuestos de mineral de hierro y carbón. Esta gráfica muestra que el

grado de reducción se incrementa con la temperatura; por lo tanto el grado de reducción a 1100 °C es mucho mayor que las otras temperaturas y mucho más rápida. Esto se debe a que con el aumento de la temperatura promueve una mayor velocidad de reacción química y hay una mejor difusión del gas reductor [5].

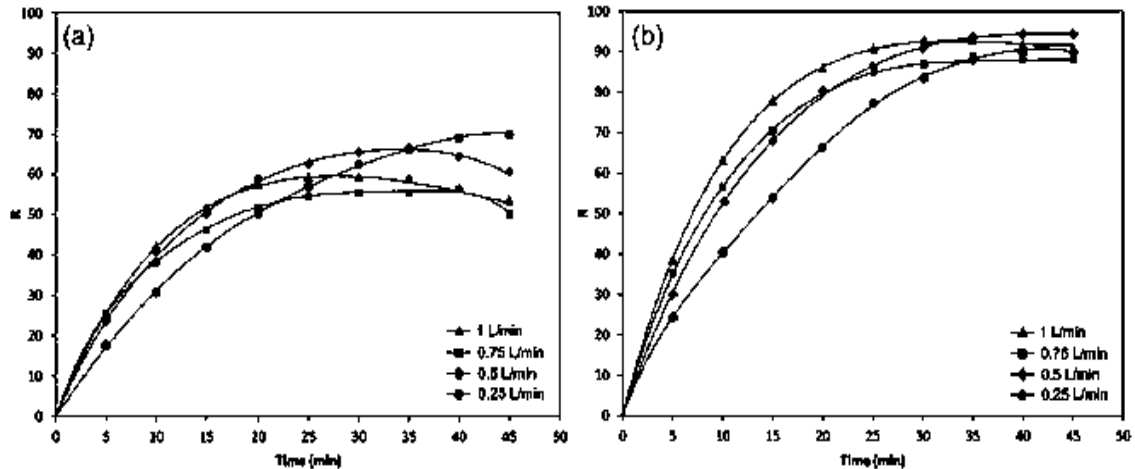


**Figura 2.2.** Curva del grado de reducción en función del tiempo de los pellets a distintas temperaturas [5].

Kazemi y col. [6] investigaron la reducción de una hematita con diferente pureza (95.9% y 99.5% pureza). En la Figura 2.3 y 2.4 se presenta el efecto que tiene el flujo del gas reductor en la reducción de la hematita con diferente pureza a dos temperaturas distintas.



**Figura 2.3.** Efecto del flujo del gas reductor para muestras de hematita 99.5% de pureza. a) 700°C. b) 900°C [6].



**Figura 2.4.** Efecto del flujo del gas reductor para pellets industriales 95.99% de hematita con pequeños contenidos de otros óxidos. a) 700°C. b) 900°C [6].

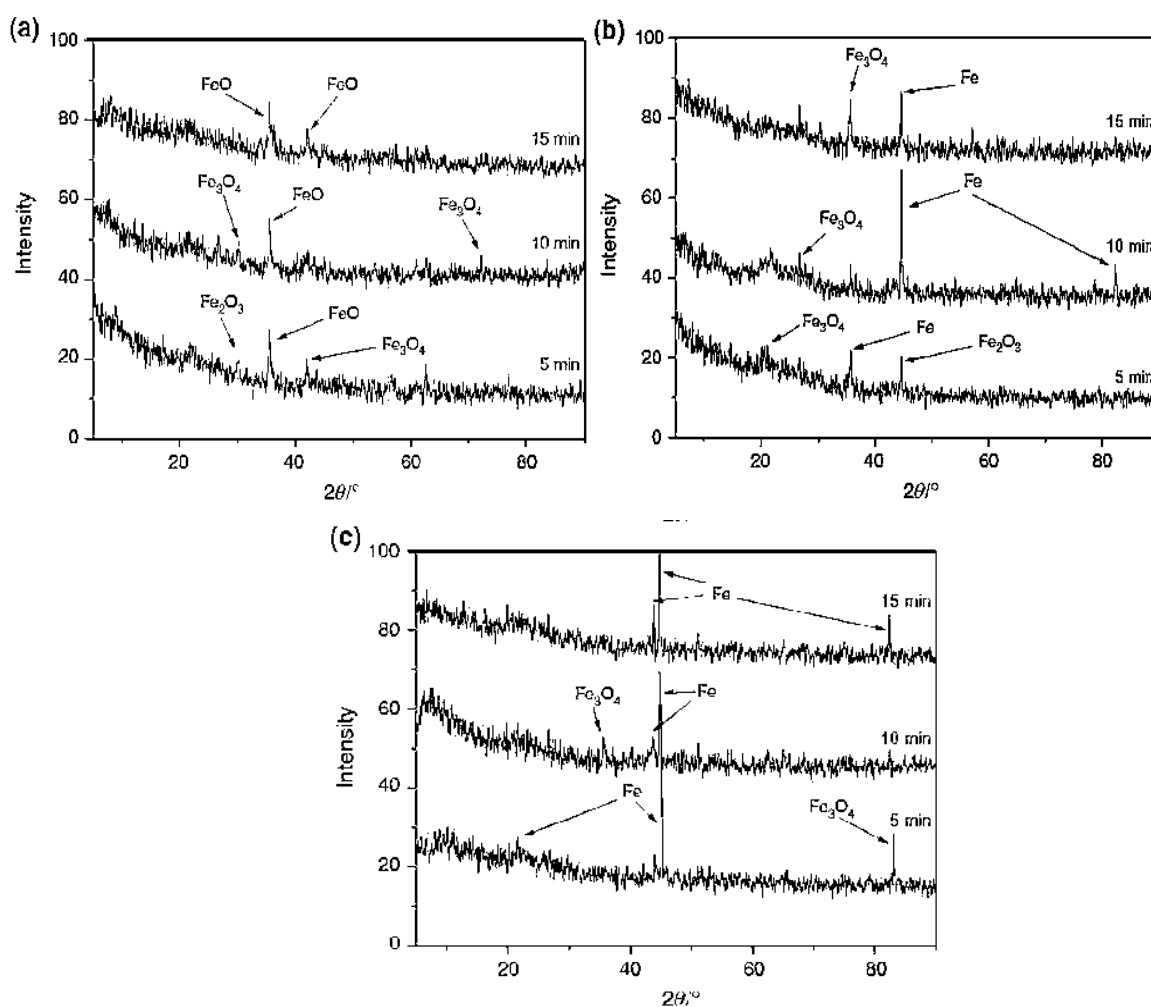
Se puede observar en las figuras que hay mayor grado de reducción cuando se utiliza la hematita con un 99.5% de pureza, al igual que cuando se utiliza mayor flujo del gas reductor y una mayor temperatura.

Por otro lado, Akhtar y col. [7] probaron el uso de carbón lignito con un contenido bajo en materia volátil (3.43% en peso) en un proceso de reducción de hematita y demostraron que este carbón tiene las mejores propiedades reductoras en comparación con otros carbones (grafito y carbón lignito con 33.98% de materia volátil). El tamaño de partícula de los 2 tipos de carbón lignito que se utilizaron para la reducción es de 150-200  $\mu\text{m}$  y para el carbón grafito es de 30  $\mu\text{m}$ . Los pellets fueron preparados en una relación mineral-carbón de 1:3. Todos los pellets fueron sujetos a un secado de 105 °C por 3 horas para remover la humedad antes de ser analizados. El análisis de reducción se llevó a cabo en un equipo termogravimétrico.

Se analizaron los efectos de la temperatura, tiempo de reducción y algunas otras características del carbón lignito de bajo contenido de materia volátil. Además estos autores mencionan que el carbón juega un papel importante en el proceso de reducción actuando como agente reductor ya que reacciona con el oxígeno del mineral y como combustible para proveer calor y mantener la temperatura requerida en el proceso [7].

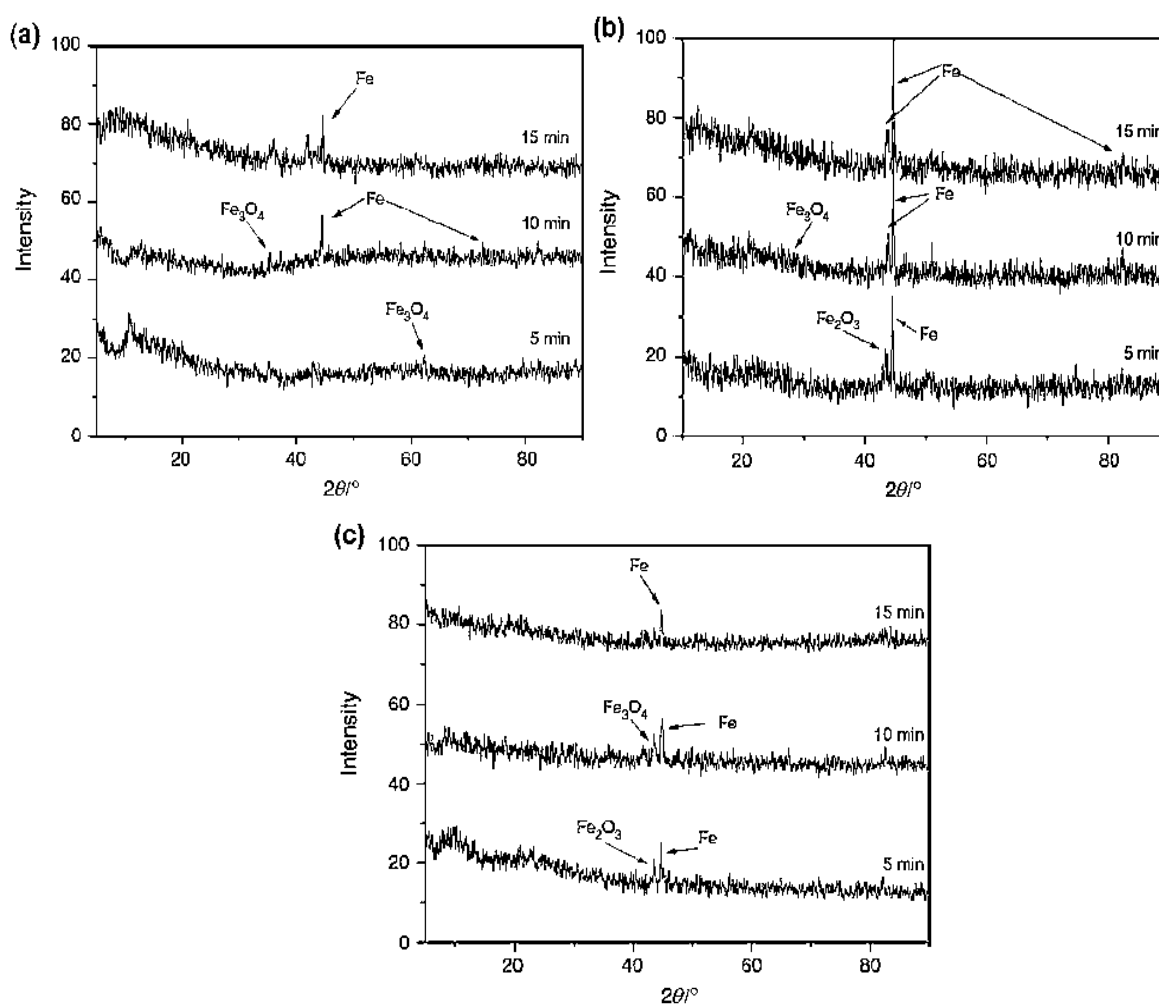
La reducción se llevó a cabo bajo una atmósfera inerte ( $N_2$ ) y condiciones isotérmicas. Una vez alcanzada la temperatura deseada (800, 900 y 1000 °C) se evaluaron 3 tiempos de permanencia (5, 10, y 15 minutos). Posteriormente los pellets fueron sujetos a análisis de DRX.

La Figura 2.5 muestra que en el caso de los pellets compuestos de hematita y carbón lignito (3.43% M.V.) se identifica la magnetita y la wustita para la reducción a 800 °C por 5 minutos y a los 15 minutos solamente se identifica la wustita, por ende no hay reducción completa, pero a los 900 °C se detecta el hierro y a los 1000 °C y 15 minutos se alcanza la reducción completa.



**Figura 2.5.** Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón lignito (3.43% M.V.) a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].

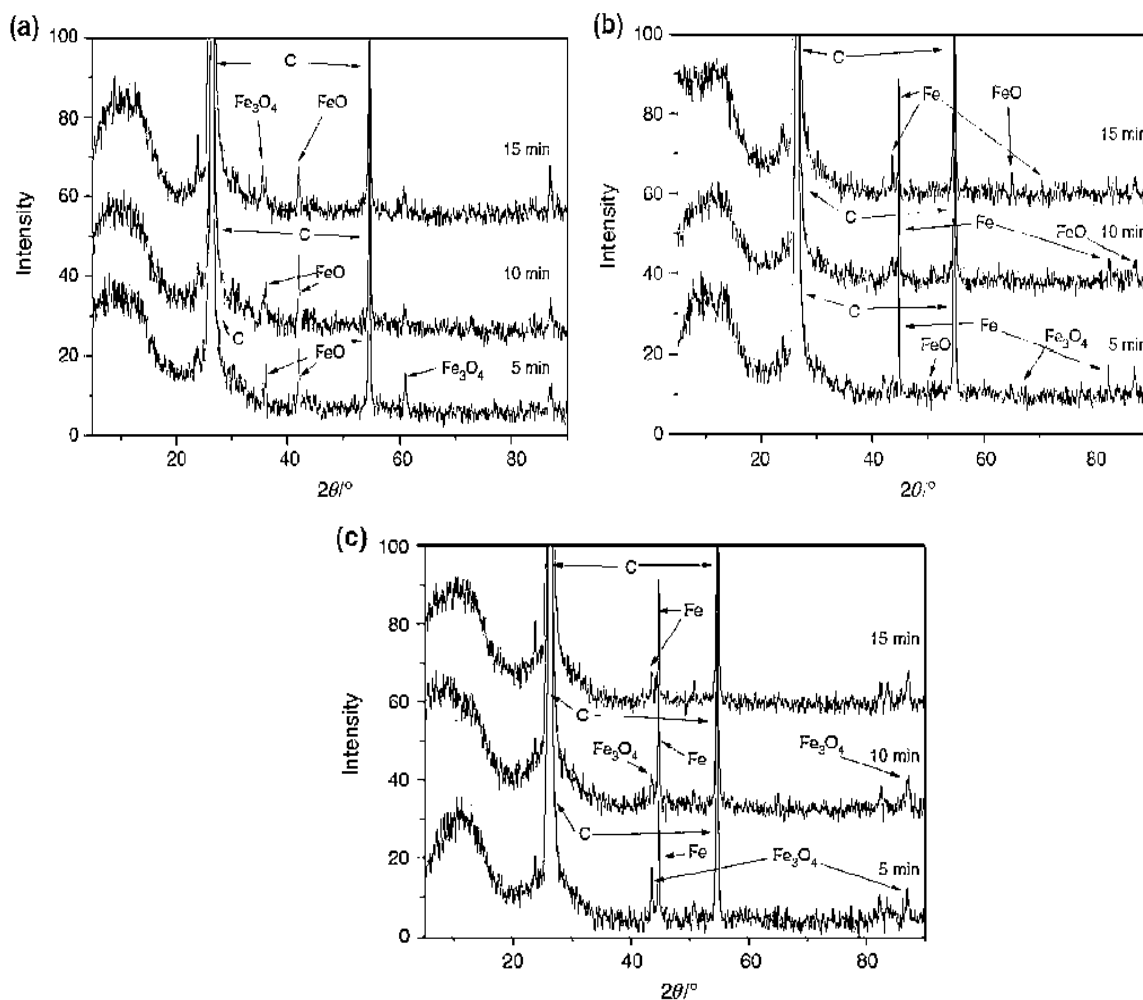
Se muestra en la Figura 2.6 el uso del carbón lignito con 33.98% de materia volátil como agente reductor, a los 800 °C y 10 minutos de tiempo de permanencia, se detecta el hierro metálico y a los 15 minutos hay una reducción completa y de 900 a 1000 °C hay presencia de hierro metálico para todos los tiempos de reducción.



**Figura 2.6.** Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón lignito (33.98% M.V.) a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].

Para el caso de la reducción con carbón grafito, y debido a la naturaleza del mismo se logran observar picos de carbón en los difractogramas (Figura 2.7). No existe presencia de hierro metálico a los 800 °C sin embargo al incrementar la temperatura de reducción (900 °C) se logra apreciar la presencia de hierro metálico alcanzando la reducción completa a los 1000 °C y 15 minutos. En resumen, se observa que en todos los casos a medida que aumenta la temperatura y

el tiempo de permanencia existe la transformación de fases hasta lograr la reducción completa [7].



**Figura 2.7.** Difractogramas de la reducción de los pellets compuestos de hematita y carbón grafito a 5, 10 y 15 minutos para: a) 800, b) 900 y c) 1000 °C [7].

Estos autores reportan que el máximo grado de reducción ocurre a los 865, 829.5 y 920 °C con el carbón lignito (33.98% M.V.), carbón lignito (3.43% M.V.), y carbón grafito respectivamente, con lo que se deduce que el carbón lignito con contenido bajo en materia volátil (pero elevado contenido de carbón fijo) puede reducir el mineral de hierro a temperaturas más bajas.

Por último estos autores realizan un análisis EDS a los pellets en el microscopio electrónico de barrido para conocer la relación atómica hierro-oxígeno. Este análisis se hizo antes de la reducción y después de la reducción a la temperatura de 1000 °C ya que a esta temperatura se obtiene el mayor grado de reducción. Los resultados se presentan en la Tabla 2.2.

**Tabla 2.2.** Relación atómica Fe/O de los pellets antes y después de la reducción [7].

Muestra	Fe/O
Pellets antes de la reducción	0.39
Reducción con grafito	0.51
Reducción con carbón lignito con alto contenido de materia volátil (33.98%)	0.55
Reducción con carbón lignito con bajo contenido de materia volátil (3.43%)	0.71

Como resultado se obtiene que los pellets reducidos tienen una relación Fe/O mayor que la de los pellets sin reducir, significando que el oxígeno presente en el mineral ha sido removido parcialmente. Finalmente se concluye que con el carbón lignito con bajo contenido de materia volátil, se reduce el mineral a hematita contrario al carbón grafito y el carbón lignito con alto contenido de materia volátil. Estos autores hacen un análisis del carbón fijo en los dos tipos de carbón lignito encontrando que el carbón lignito bajo en materia volátil contiene un 76.29% de carbón fijo y el otro contiene 39.02%, lo cual explica que el carbón con menor contenido de volátiles tiene mejores propiedades para la reducción debido a su alto contenido de carbón fijo.

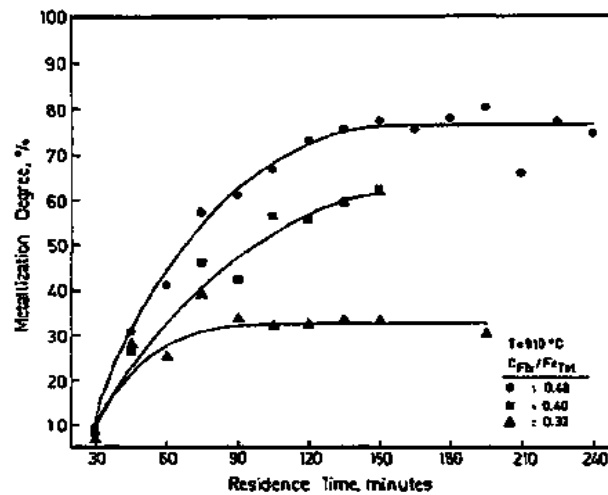
Por otro lado, Narçin y col. [8] investigaron la reducción de pellets de mineral de hierro (hematita) con carbón lignito en un horno tubo rotatorio. Las variables en este estudio fueron la relación de consumo de carbón, temperatura y tiempo de residencia. De acuerdo a estos investigadores en la reducción se involucra la reacción de Boudouard donde el dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) que se genera por la reducción reacciona con el carbón sólido produciendo más monóxido de carbono (CO) el cual es un gas reductor, además entre más reactivo sea el carbón, la reacción de Boudouard ocurrirá tan rápida como sea posible permitiendo trabajar a velocidades de reacción más rápidas y a bajas temperaturas de reducción.

Los pellets tienen una resistencia a la compresión de 250 Kg/pellet, 25 % de porosidad y un tamaño de 10-12 mm, el cual es el tamaño promedio industrial. Los experimentos se llevaron a cabo en un horno tubo rotatorio en el cual los pellets fueron reducidos isotérmicamente y bajo condiciones atmosféricas controladas. Las temperaturas que se manejaron fueron 910, 950, 1000

°C. La cantidad del agente reductor (carbón lignito) la calculan para 1 Kg de mineral de acuerdo a la siguiente reacción:



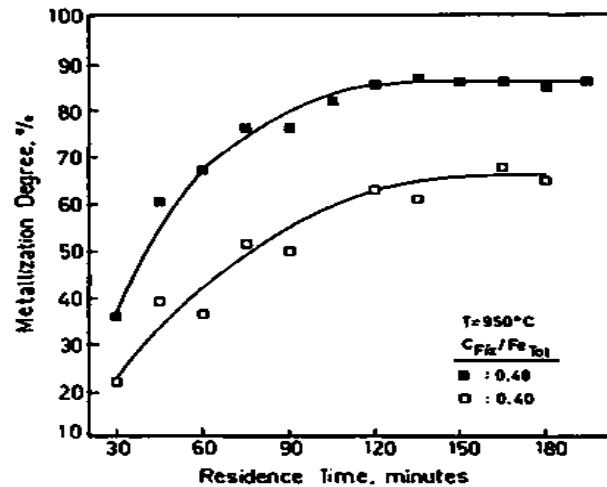
El consumo de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) se puede describir como la cantidad necesaria de carbón para reducir completamente el óxido de hierro existente en el sistema. Se seleccionaron 3 relaciones diferentes de consumo de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) que fueron 0.32, 0.40, 0.48 los cuales corresponden a 1, 1.25, 1.5 veces la cantidad de carbón estequiométrico, respectivamente. Después de la reducción, las muestras fueron puestas en un desecador para prevenir la reoxidación. De acuerdo a las variables, una de las más importantes es la cantidad o consumo de carbón que se requiere para que se lleve a cabo la reducción completa. En las Figuras 2.8 y 2.9 se muestra el grado de metalización en función del tiempo a 910 °C y 950°C, respectivamente, para las diferentes relaciones de consumo de carbón.



**Figura 2.8.** Grado de metalización en función del tiempo a 910 °C para tres diferentes relaciones de carbón [8].

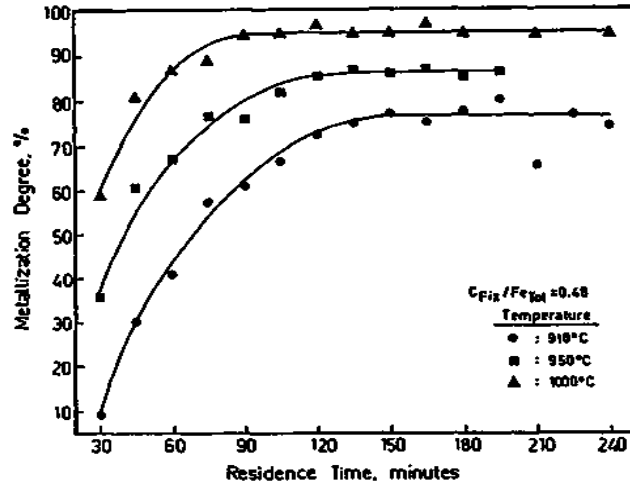
De acuerdo a la Figura 2.8, se aprecia que a una relación de consumo de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) de 0.32 (valor estequiométrico) el grado de metalización incrementa hasta los 60 minutos, sin embargo, para tiempos mayores no hay cambio en el grado de metalización (30%). Si la relación de consumo de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) es de 0.48, el grado de metalización es cercano al 80%. Estos resultados indican que se requiere más carbón de lo esperado estequiométricamente para obtener un grado de metalización deseable.

Al incrementar la temperatura a 950°C se observa que el grado de metalización aumenta (Figura 2.9) en comparación con la figura 2.8 donde se utiliza una temperatura de 910 °C para las relaciones de consumo de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) de 0.48 y 0.40.



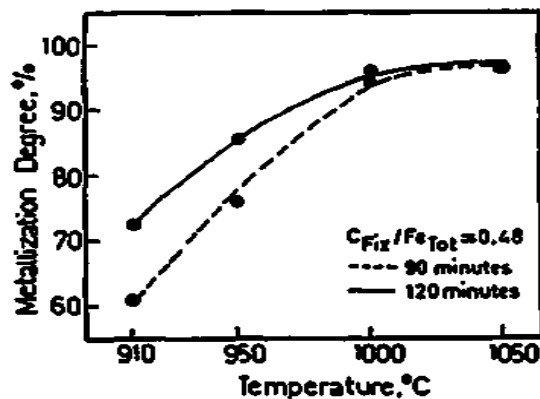
**Figura 2.9.** Grado de metalización en función del tiempo a 950 °C para dos diferentes relaciones de carbón [8].

Para la relación de carbón de 0.48 se obtiene un 85% de metalización a 950 °C, o sea un 8% más para la misma relación de carbón a 910 °C. En la Figura 2.10 se muestra el grado de metalización en función del tiempo para 910, 950 y 1000 °C a una relación de carbón ( $C_{fijo}/Fe_{Tot}$ ) de 0.48. Siendo que el mayor grado de reducción se obtiene a una relación de carbón de 0.48, se toma este valor para analizar la influencia que tiene la temperatura en el grado de metalización, logrando observar en la misma figura el efecto de la temperatura sobre el grado de metalización. Para las temperaturas de 910, 950 y 1000 °C se encontró un grado de metalización de 76, 86 y 95% respectivamente. Así que el mayor grado de metalización se obtiene a 1000°C [8].



**Figura 2.10.** Grado de metalización en función del tiempo para 910, 950 y 1000 °C a una relación de carbón ( $C_{\text{fijo}}/Fe_{\text{Tot}}$ ) de 0.48 [8].

Estos autores mencionan que el efecto de la temperatura en el grado de metalización está relacionado con las propiedades del carbón que se usa en el proceso. Uno de los factores más importantes del carbón es la reactividad ya que diferentes tipos de carbón pueden ser utilizados como reductores y combustible, pero se prefieren carbones con alta reactividad ya que permite bajas temperaturas de operación por lo tanto se debe considerar la temperatura a la cual el carbón deja de ser reactivo. En la Figura 2.11 se muestra el efecto que tiene el tiempo y la temperatura con una relación de carbón de 0.48 sobre el grado de metalización [8].



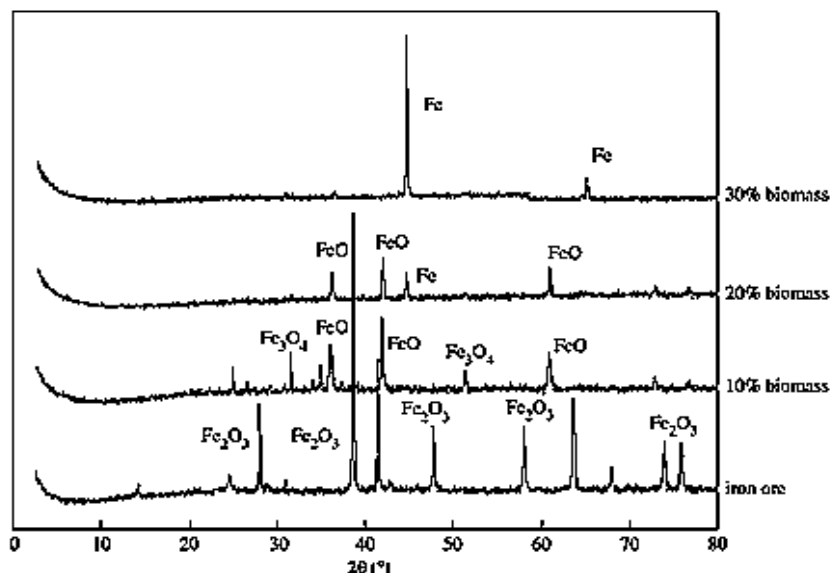
**Figura 2.11.** Efecto de la temperatura y tiempo con relación de carbón de 0.48 sobre el grado de metalización [8].

En la Figura 2.11 se puede apreciar que a medida que aumenta la temperatura y el tiempo, el grado de metalización no incrementará ya que la reactividad del carbón ha llegado a su máximo alrededor de los 1050 °C. Una consideración que se debe de tomar en cuenta es la temperatura y el tiempo a la cual el carbón alcanza su máxima reactividad.

### 2.2.2 Proceso de reducción de minerales de hierro utilizando biomasa.

Existen trabajos reportados de reducción de minerales de hierro usando algunos tipos de biomasa. En la Tabla 2.3 se presenta algunos aspectos importantes a manera de resumen que trataron los autores en sus respectivos trabajos de reducción de minerales de hierro con biomasa.

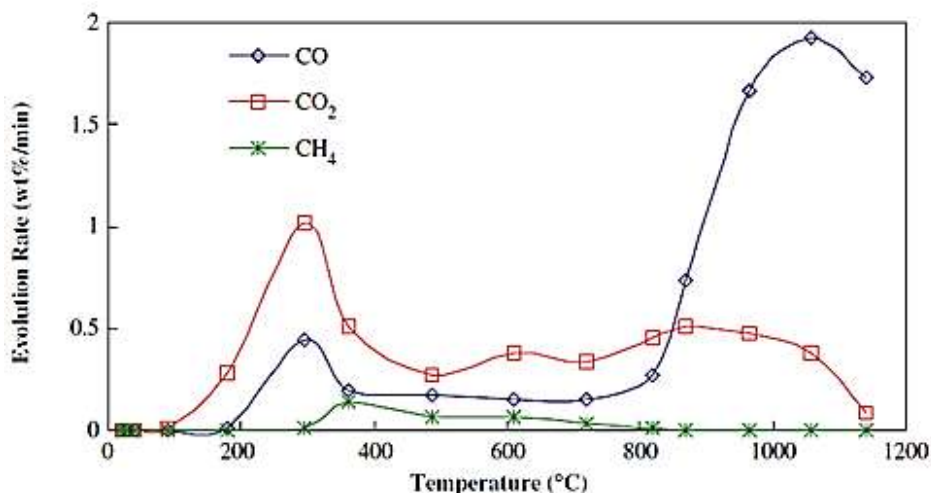
Strezov y col. [9], evaluaron el uso de residuos de madera (aserrín) para la reducción de hematita, para lo cual se utilizaron ciertas relaciones o proporciones de mineral de hierro y biomasa. El mineral de hierro es mezclado en una proporción de masas de 90:10 y se somete a reducción a 1200 °C, posteriormente se le realiza un análisis de difracción de rayos X para analizar el grado de reducción. La misma metodología se lleva a cabo con las muestras con las relaciones 80:20 y 70:30 mineral-biomasa (Figura 2.12).



**Figura 2.12.** Análisis de difracción de rayos x para pellets compuestos de mineral de hierro y biomasa a tres diferentes proporciones a 1200°C [9].

En la Figura 2.12 se aprecia que a medida que incrementa la cantidad de biomasa se va suscitando la reducción, encontrando finalmente hierro con un 30% de biomasa. El proceso de reducción completa consiste en la reducción de hematita a magnetita, de magnetita a wustita y de wustita a hierro metálico.

Por otro lado, en la Figura 2.13 se muestra el análisis de gases en función de la temperatura que revela la evolución del CO, CO<sub>2</sub>, y CH<sub>4</sub> como consecuencia de la descomposición del aserrín. Los tres compuestos volátiles evolucionaron a bajas temperaturas debido a la descomposición de la biomasa en un rango de temperaturas de 200-400 °C. El monóxido de carbono aumenta a temperaturas arriba de 700 °C y alcanza el valor máximo a los 1060 °C.



**Figura 2.13.** Grado de evolución de los gases volátiles CO, CO<sub>2</sub>, y CH<sub>4</sub> [9].

La reducción gradual del mineral de hierro es iniciada por el calor del CO producido a través de la reacción de la pirólisis de la biomasa. Los gases producidos de la pirólisis de la biomasa son gases reductores como el monóxido de carbono.

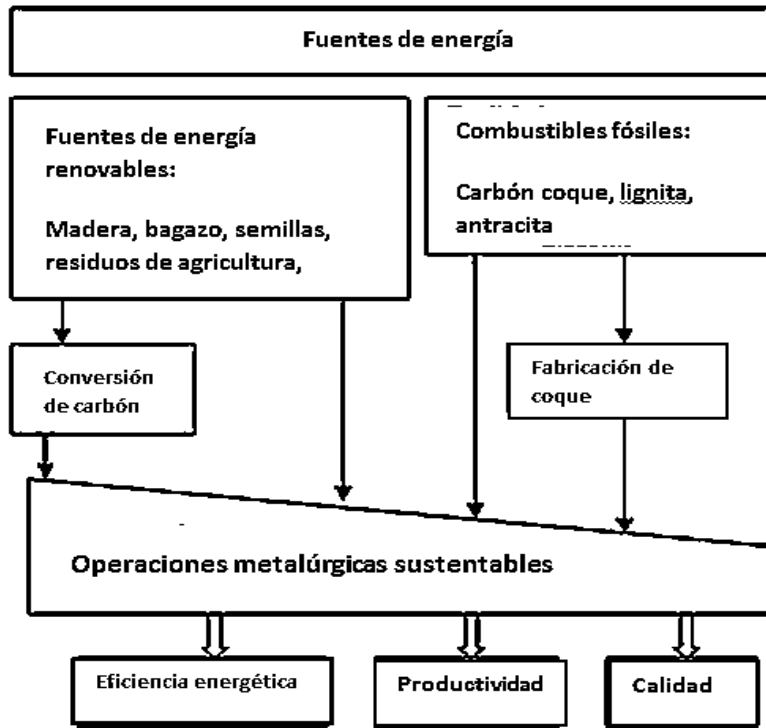
Estos autores muestran un diagrama (Figura 2.14) donde se contemplan diferentes tipos de biomasa que funcionan como carbón vegetal y los compara con algunos carbones minerales como el carbón coque, lignito y antracito, mencionando que pueden competir con el carbón mineral y por ende realizar operaciones metalúrgicas sustentables [9].

**Tabla 2.3.** Reducción de minerales de hierro con biomasa.

Autor	Fuente de carbón	Preparación	Secado o sinterizado (T, t, rampa cal)	Atmósferas	Reducción (T, t, )	Equipo utilizado	Estudio cinético
<b>Strezov [9]</b>	Aserrín	10, 20, 30 y 40% de aserrín en relación al peso del mineral	Secado Biomasa a 80°C x 2 hrs El mineral no se seca	Argón 5mL min <sup>-1</sup>	Reducción a 1200 °C  Rampa calentamiento 50°C min <sup>-1</sup>	Horno infrarrojo DRX Cromatografía de gases	Análisis cinético  $\ln(\ln(1-x)/1^2) = \ln$  $\frac{AR}{BE} \left(1 - \frac{2RT}{t}\right) - \frac{E}{RT}$
<b>Rashid y col. [10]</b>	Cáscara de nuez	Hematita  Tamaño partícula del mineral <150 µm y biomasa 500 µm  Tamaño pellet 10-12mm diámetro	Secado en horno eléctrico a 100 °C x un día (material)  110°C x 2hrs (pellets compuestos)	N <sub>2</sub>  Argón	Reducción a temperaturas entre 600 y 900 °C	TG-DTA  FRX  DRX	Grado reducción $R = W_{\text{pellet}} - W_{\text{pks}} - W_{\text{ore}}$  Modelo del núcleo sin reaccionar. Control por reacción química $\frac{t}{\rho} = \frac{3W_o}{2A(Cb - Ci)}$ $\frac{W_o}{4ADe} fi + \frac{1}{Kc} \left(1 + \frac{1}{Kc}\right)$
<b>Srivastava y col. [11]</b>	Aserrín de madera, pasto, betabel y harina de trigo	80% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> 20% biomasa  Tamaño pellets 1.27, 2.22 y 2.54 cm	Secado a 105 °C 24 hrs  Cocción 1425-1275 °C de 7 a 50 min	No se usa ningún gas reductor	Temperatura de reducción 1150-1200 °C  Tiempo de residencia 7-50 min	DRX  Tambor pelletizador  Horno eléctrico	No reportado
<b>Zandi y col. [12]</b>	Residuos de oliva, semilla de girasol, almendra y nuez	Máquina mezcladora Micropellet Tamaño partícula biomasa Menor a 2mm	No reportado	No reportado	No reportado	Analizador de gases	No reportado No hacen reducción Miden desprendimiento de CO, CO <sub>2</sub> , O <sub>2</sub> , NO <sub>x</sub> , SO <sub>x</sub> de las biomásas

**Tabla 2.3.** Reducción de minerales de hierro con biomasa (*continuación*).

Autor	Fuente de carbón	Preparación	Secado o sinterizado (T, t, rampa cal)	Atmósferas	Reducción (T, t, )	Equipo utilizado	Estudio cinético
Luo y Fu [13]	Aserrín de pino	Finos de mineral de hierro magnetita	Precal 400 °C 30 min	N <sub>2</sub> 2 L min <sup>-1</sup>  N <sub>2</sub> + vapor 50 ml/min	600-1000°C 30 min  rampa de cal 20°C min <sup>-1</sup>	Horno eléctrico MEB DRX Cromatografía de gases	Grado de reducción $R=(0.111W_1/0.430W_2)+(m_0 - m_1)/m_0$ + 0.430 W <sub>2</sub> x 100 Grado de metalización $M= 1-3.5 \frac{1-R}{K}$
Yunus y col. [14]	Residuos de palma	BRIQUETAS Goethita 100µm Relación mineral-carbón 9:1, 8:2, 7:3, 6:4,	Pirólisis de la biomasa a 750 °C Secado de briquetas a 110 °C x 2hrs	Ar 5mL min <sup>-1</sup>	Rampa 10 °C/min Reducción a temperaturas entre 600 y 900 °C 30-180 minutos	Horno tubo DRX  FRX	Modelo cinético, reacción química -ln (1-f)=KT, Ea = 43.21 kJ/mol
Tawill y col. [15]	Aserrín de madera	NO PELLETS Muestras en polvo 0.328 gr de cada uno de los carbones obtenidos mezclados individualmente con 1 gr de hematita	4 temperaturas de carbonización 300, 350, 400, 450 °C	N <sub>2</sub>  Ar 200 mL min <sup>-1</sup>	Reducción 1200 °C  Rampa de Calentamiento 10 °C min <sup>-1</sup>	Desecador TGA QMS DRX	Mayor temperatura de carbonización, más carbón por lo tanto mayor grado de reducción.
Ueki y col. [16]	Aserrín de cedro	1.3 gr de aserrín y 1.5 gr de hematita (98.5% pureza) PASTILLAS 15 mm de diámetro 13 mm de altura	No reportado	Ar $3.33 \times 10^{-5}$ m <sup>3</sup> s <sup>-1</sup>	Reducción isotérmica 1000, 1100, 1200, 1300 °C.	Horno tubo vertical QMS	No reportado
Konishi y col. [17]	Ciprés japonés	Pellets 12-14 mm Relación carbón-mineral 1:4 1% bentonita 23-63, 63-75 y 105-150 µm	200 gr de biomasa a tres temperaturas de carbonización 600, 800 y 1000 °C	Ar  N <sub>2</sub>	Temperaturas de reducción 800, 900, 1000°C	QMS  Equipo de reducción no reportado	A menor tamaño de partícula mayor grado de reducción



**Figura 2.14.** Diagramas del proceso metalúrgico sustentable [9].

Rashid y col. [10], estudiaron la reducción de mineral de hierro usando cáscara de la semilla de palma. Dado que hay un abundante desperdicio de biomasa de la industria aceitera, se puede utilizar esta biomasa. En un proceso de reducción esta cascarilla puede funcionar ya que al evaluar la composición de la misma se obtiene resultados viables que puede favorecer la reducción de minerales de hierro.

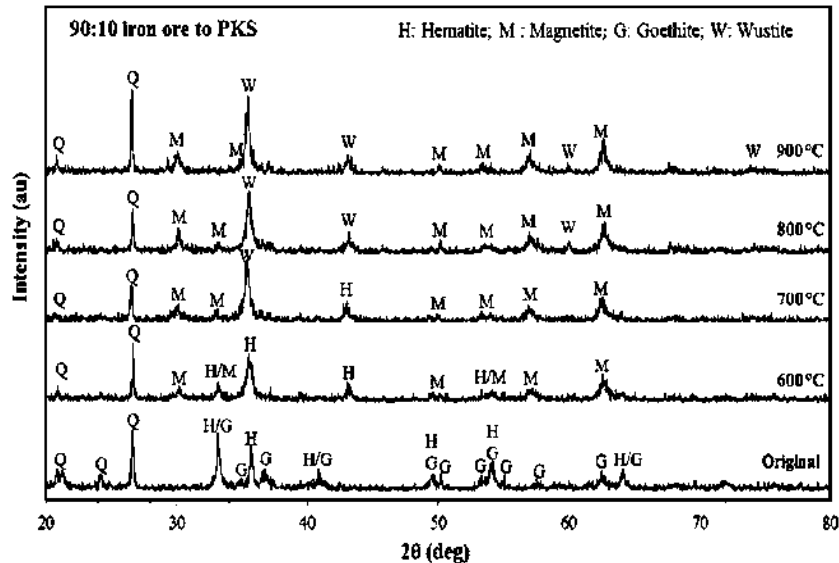
**Tabla 2.4.** Composición de la cascarilla de la semilla de palma (porcentaje en peso) [10].

Humedad	Materia Volátil	Ceniza	Carbón	Hidrógeno	Nitrógeno	Oxígeno
7.29%	72.46%	8.78%	51.78%	5.6%	0.25%	42.28%

En la Tabla 2.4 se puede observar que la cantidad de carbón es alta, por lo cual la reducción de mineral de hierro es factible. Los gases producidos de la pirólisis de la biomasa contienen gases reductores, tales como el hidrógeno, metano y monóxido de carbono.

En las Figuras 2.15 y 2.16, se muestran los difractogramas para pellets compuestos antes y después del tratamiento de reducción con diferentes relaciones de mineral de hierro-biomasa: siendo estas de 90:10 y 60:40 en relación al peso. En el mineral de hierro original, se muestra que el hierro existe principalmente como hematita y goetita con pequeñas cantidades de cuarzo.

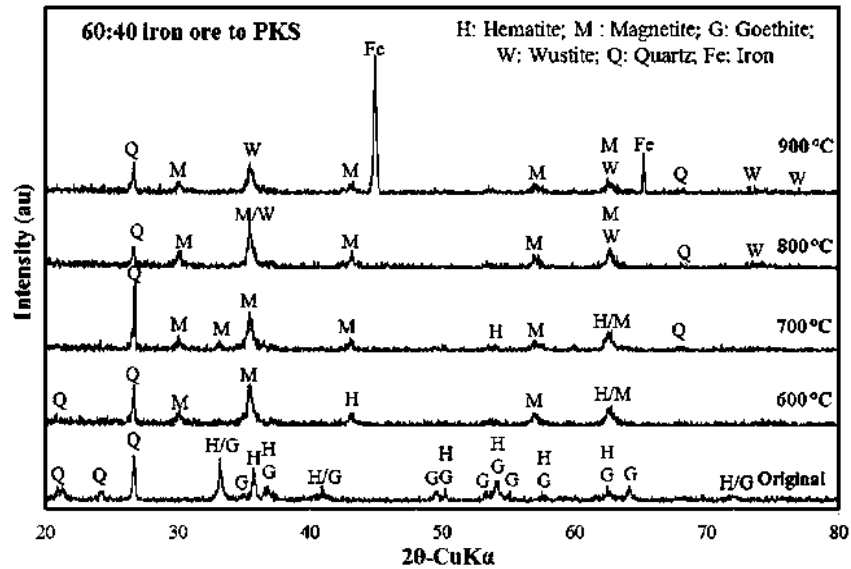
La reducción con la relación mineral-biomasa (90:10) a temperaturas de 600 y 700°C, causa que los pellets compuestos sean reducidos a magnetita mediante la descomposición de la biomasa. Se encuentra wustita en las muestras reducidas a 800 y 900 °C [10].



**Figura 2.15.** Análisis de difracción de rayos X para pellets compuestos con 10% (en relación de peso) de cascarilla de palma [10].

Sin embargo la magnetita y el cuarzo todavía aparecen a temperaturas altas. Este resultado indica que el mineral (hematita) fue parcialmente reducida a magnetita y wustita. Consecuentemente, el 10% en peso de la cascarilla de la semilla de la palma es insuficiente para completar la reducción (Figura 2.15). La reducción llevada a cabo a 700 y 800 °C y para una relación de 60:40 de mineral de hierro–biomasa indica que se logra una reducción parcial mostrando solo las fases magnetita y wustita (Figura 2.16). Este hecho claramente indica que la goetita y la hematita en la muestra del mineral de hierro fueron reducidas. A 900°C la magnetita y wustita todavía se presentan pero ya se encuentra el hierro metálico [10].

El proceso de reducción es impulsado por la reacción carbotérmica de Boudouard, con lo cual hay posibilidad de reemplazar el carbón por biomasa, la cual provee una fuente de carbón y energía para que ocurra la reducción del mineral de hierro. La biomasa es un elemento renovable y es comúnmente encontrado como desperdicio [18].



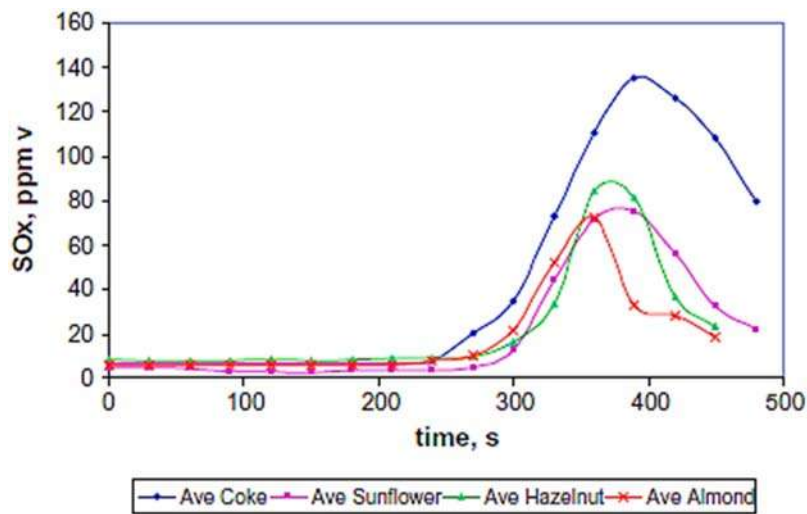
**Figura 2.16.** Análisis de difracción de rayos x para pellets compuestos con 40% (en relación de peso) de cascarilla de palma [10].

Srivastava y col. [11] utilizó biomasa como agente reductor en la producción de arrabio. Utiliza varios tipos de biomasa (madera, pasto, harina de trigo, pulpa de betabel) como agente reductor en lugar de carbón o gas natural para producir hierro metálico. La biomasa se añadió al concentrado de mineral de hierro (magnetita 63.17%) para producir pellets compuestos. Los pellets fueron preparados de 80% de magnetita y 20% de aserrín en relación al peso y conformados en un disco pelletizador. Los pellets fueron secados a 105 °C por 24 horas antes de ser usados. Estos fueron sometidos a altas temperaturas (1425 a 1475 °C de 7 a 50 minutos) en un horno piloto para producir el hierro metálico. De los resultados obtenidos por los autores, fue evidente que la biomasa se puede utilizar como agente reductor para producir hierro. Además, se menciona que al utilizar biomasa en lugar de carbón se reducen las emisiones de CO<sub>2</sub> al medio ambiente un 58% aproximadamente (Tabla 2.5) con respecto al carbón mineral. Por otro lado, se ha mostrado que durante el proceso de peletización no se utilizó ningún tipo de aglutinante ya que la biomasa actúa como tal [11]. Lo anterior representa ventajas del uso de biomasa en comparación con el carbón.

**Tabla 2.5.** Comparación de dióxido de carbono de la combustión de carbón y biomasa [11].

REDUCTOR	CARBÓN	BIOMASA
Combustión completa	$CH_{0.8}O_{0.3} + 1.05 O_2 \leftrightarrow CO_2 + 0.4 H_2O$	$CH_2O + O_2 \leftrightarrow CO_2 + H_2O$
CO <sub>2</sub> producido	2.49 Kg	1.47 Kg
Valor calorífico	13.8 – 36.8 MJ Kg <sup>-1</sup>	15-20 MJ Kg <sup>-1</sup>

Por otro lado, M. Zandi y col. [12] utilizaron biomasa como una fuente alternativa de combustible para la sinterización de minerales de hierro. Los residuos de oliva, cáscara de semilla de girasol, almendra y nuez fueron caracterizados y preparados para la sinterización. Lo autores mencionan que la biomasa está compuesta por celulosa, hemicelulosa y lignina y que es probable que esta composición influya en las características de combustión. Además midieron el desprendimiento de gases tipo SO<sub>x</sub> (principal causante de la lluvia ácida) obteniéndose menores cantidades de emisiones desprendidas de la biomasa en comparación con el carbón coque (Figura 2.17).

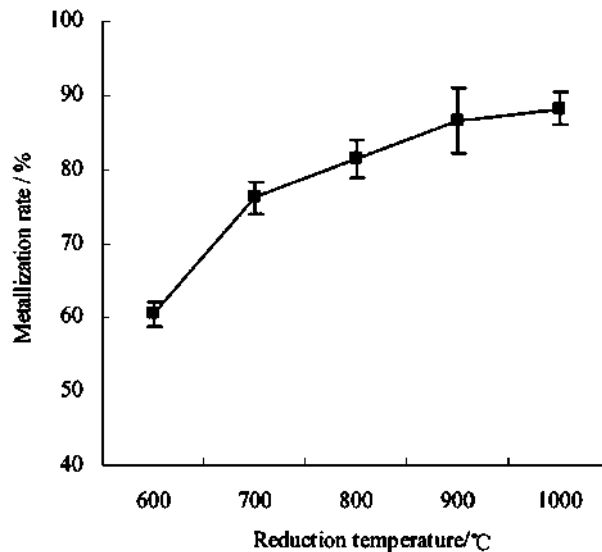


**Figura 2.17.** Análisis desprendimiento SO<sub>x</sub> de la biomasa y carbón coque [12].

Por su parte, Luo y Fu [13] estudiaron el efecto de la temperatura en la reducción de finos de mineral de hierro encontrando que los efectos de la temperatura de reducción en la calidad del hierro fueron significativos. En la Figura 2.18 se muestra el grado de metalización del hierro reducido en función con la temperatura. El grado de reducción incrementa considerablemente de 60.8 % a temperatura de 600°C hasta un 88.2% a 1000°C. Lo anterior es explicado tomando en cuenta la cinética de reducción, al aumentar la temperatura se reducirá la energía de activación de las reacciones y por lo tanto se disminuye el tiempo de reacción favoreciendo el proceso.

---

Respecto a la biomasa, cuanto mayor sea la temperatura de reacción, mayor es la velocidad de degradación pero si la temperatura es excesivamente alta, esta puede cerrar los poros de la superficie e impedir la difusión del agente reductor.



**Figura 2.18.** Efecto de la temperatura de reducción en el grado de metalización de hierro [13].

Por esta razón, la biomasa puede ser empleada para enfrentar los retos que demandan consumo de energía de la industria metalúrgica. El valor calorífico de las biomásas presentadas anteriormente es más bajo que el carbón, pero aun así es suficiente para la conversión de energía y se puede aún mejorar si ésta es procesada para generar carbón. Meyers y Jennings [19] así como Emmerich y Luengo [20] resumieron los beneficios de utilizar carbón vegetal producido a partir de la biomasa, ya que cabe mencionar que este es uno de los métodos de reducción más antiguos hasta ahora conocidos. Entonces, el carbón producido a partir de madera o en este caso de alguna biomasa puede sustituir exitosamente al carbón mineral [9, 18].

Yunus y col. [14] investigaron la reducción de briquetas compuestas de mineral de hierro y residuos de una palma de donde se extrae aceite de olivo. Los investigadores han descrito que Malasia es un país con grandes depósitos de mineral de hierro de bajo grado (56- 58 %Fe) y que además este país está consolidado como el segundo productor a nivel mundial de aceite de oliva por lo cual utilizan este residuo como sustitución de coque. Al utilizar la biomasa se reducirían las emisiones de CO<sub>2</sub> además de la reutilización de desechos. La biomasa produce CO (gas reductor) cuando se mezcla con el mineral de hierro y se somete a reducción. Las variables que se estudian son: tiempo de residencia, temperatura de reducción, y relación mineral-biomasa.

En la Tabla 2.6 se muestra el análisis elemental de la biomasa. Se logra observar que el elemento mayoritario en la biomasa es el carbón con un 70.57 % seguido del oxígeno con un 26.14%, los elementos hidrógeno, nitrógeno contenidos son inferiores al 2.25% mientras que el azufre se encuentra en cantidades insignificantes.

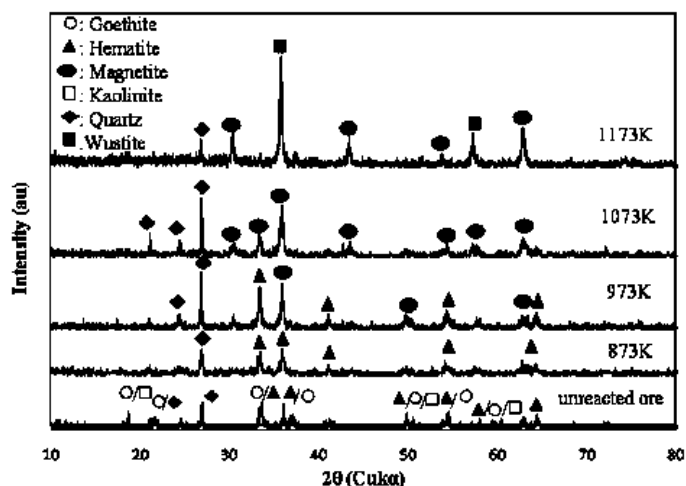
**Tabla 2.6.** Análisis elemental de residuos de palma [14].

<b>Humedad</b>	<b>Materia Volátil</b>	<b>Ceniza</b>	<b>Carbón</b>	<b>Hidrógeno</b>	<b>Nitrógeno</b>	<b>Oxígeno</b>	<b>Azufre</b>
15.32%	6.18%	15.81%	70.57 %	2.25 %	1.01 %	26.14 %	0.03%

La goethita (FeO(OH)) empleada es un mineral de hierro proveniente de Malasia con tamaño de partícula de 100  $\mu\text{m}$ , la biomasa se obtiene de una industria local y fue preparada mediante pirólisis a 750 °C para así de esta manera obtener carbón para la reducción. El mineral se mezcla con el carbón derivado de la pirólisis, se aglomeran con agua destilada y se compactan en briquetas a 47 MPa. Posteriormente estas briquetas se secan a 110 °C por dos horas. Las relaciones mineral-carbón que se realizaron son 9:1, 8:2, 7:3, 6:4.

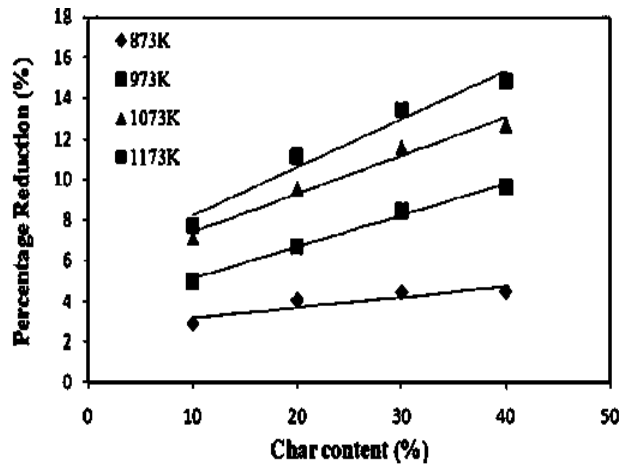
Para la reducción se utiliza un horno tubo y se mide el peso de las briquetas antes y después de la reducción. Se utiliza una rampa de calentamiento de 10 °C  $\text{min}^{-1}$  y la temperatura de reducción que utilizan oscila entre los 600 y 900 °C con un tiempo de permanencia de 30 a 180 minutos. Se inyectó como gas inerte el argón (5 mL  $\text{min}^{-1}$ ) para evitar la re-oxidación en el enfriamiento.

En la Figura 2.19 se muestra el difractograma de las muestras reducidas a 600, 700, 800, 900 °C. El difractograma muestra que el mineral sin reducir está compuesto de goethita, hematita y kaolinita. La kaolinita se considera como ganga del mineral de hierro. En la misma figura se logra apreciar que a medida que incrementa la temperatura los picos correspondientes a la hematita y magnetita se hacen cada vez más evidentes, la kaolinita desaparece y es observable que a 800 °C el mineral está completamente reducido a magnetita y a 900 °C el mineral es parcialmente reducido a wustita. Los resultados indican que el aumento de la temperatura de reducción hace que más carbón se genere y reaccione con el oxígeno para formar CO como agente reductor y con esto se promueve el proceso de reducción.

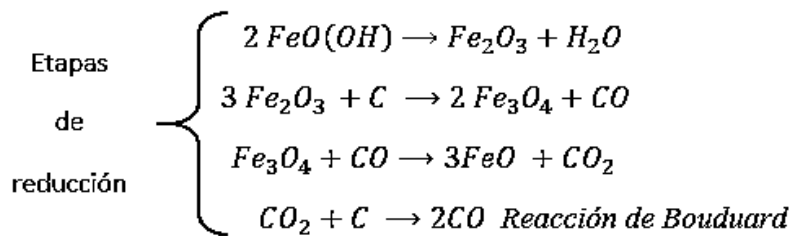


**Figura 2.19.** Difracción de rayos X para muestras reducidas con 20% en peso de carbón a distintas temperaturas [14].

Por otro lado se analiza la influencia de la cantidad de carbón sobre la reducción del mineral de hierro [14]. En la Figura 2.20 se muestra el grado de reducción en función de la cantidad de carbón. En la figura se observa que a medida que aumenta la temperatura y la cantidad de carbón en la briqueta se incrementa gradualmente el porcentaje de reducción. El proceso de reducción del mineral empieza con la descomposición de la goethita en hematita, de la hematita a magnetita y de magnetita a wustita. El mecanismo de reducción del mineral con carbón sólido se asume como reducción directa ya que el carbón sólido se considera que está en contacto directo con el mineral de hierro. En este estudio el mineral de hierro es mezclado con el carbón que se generó de la biomasa y ambos están en contacto directo. El monóxido de carbono es inicialmente producido por la reacción de carbón con el oxígeno del mineral. El dióxido de carbono reaccionará con el carbón para generar más monóxido de carbono (reacción de Boudouard) y con esto la reducción continuará de manera indirecta. La reducción con hidrógeno se descarta ya que la cantidad del mismo contenido en la biomasa es insignificante. El proceso se esquematiza en la Figura 2.21.

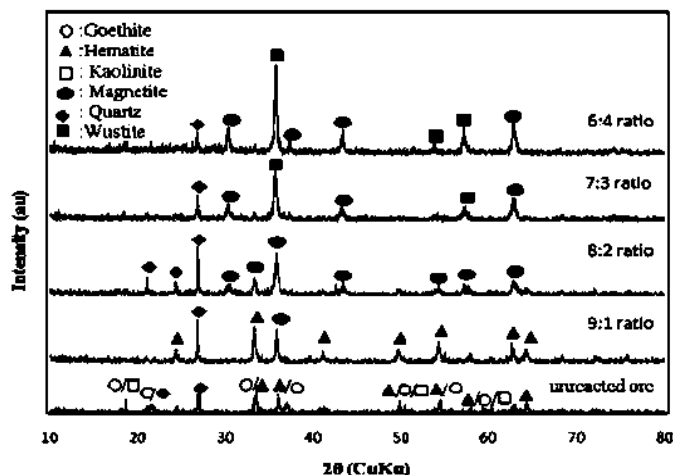


**Figura 2.20.** Efecto de la cantidad de carbón sobre el porcentaje de reducción a distintas temperaturas de reducción[14].



**Figura 2.21.** Proceso de reducción de la goethita a wustita[14].

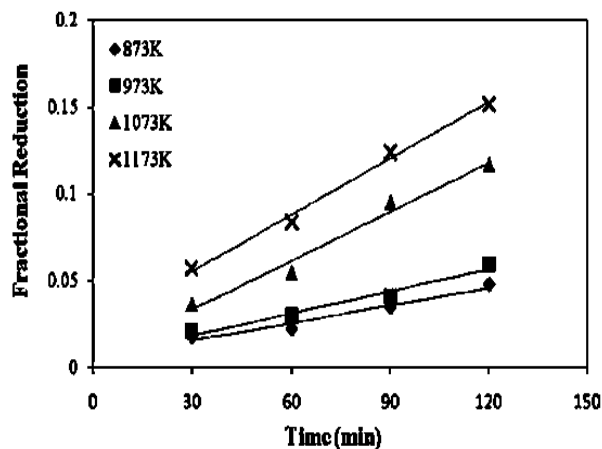
De acuerdo a lo reportado por Yunus y col. [14] existe una influencia de la relación biomasa-mineral. Los resultados de DRX para las briquetas con diferentes relaciones mineral-biomasa reducidas a 800 °C se presentan en la Figura 2.22. El difractograma muestra que el mineral sin reducir está compuesto de goethita, hematita, kaolinita y cuarzo. Independientemente del efecto de la temperatura, es evidente que el incremento del carbón a un 10% influye en el proceso de reducción, tal como se logra apreciar con los picos de magnetita y hematita que empiezan a aparecer y llegan a ser más evidentes a medida que la cantidad de carbón incrementa. Por otro lado, los picos asociados a la hematita disminuyen y los picos de goethita desaparecen con un 20% en peso de carbón logrando la reducción a magnetita. Al incrementar la cantidad de carbón a un 30 y 40% en relación al peso, la reducción se favorece ya que se produce más CO, sin embargo a 40% de carbón la reducción sigue siendo incompleta. La remoción de oxígeno subsecuentemente contribuye al incremento en el contenido de hierro desde que el mineral en su fase goethita se transforma parcialmente a wustita.



**Figura 2.22.** Difracción de las briquetas reducidas a 800 °C con diferentes relaciones mineral-biomasa[14].

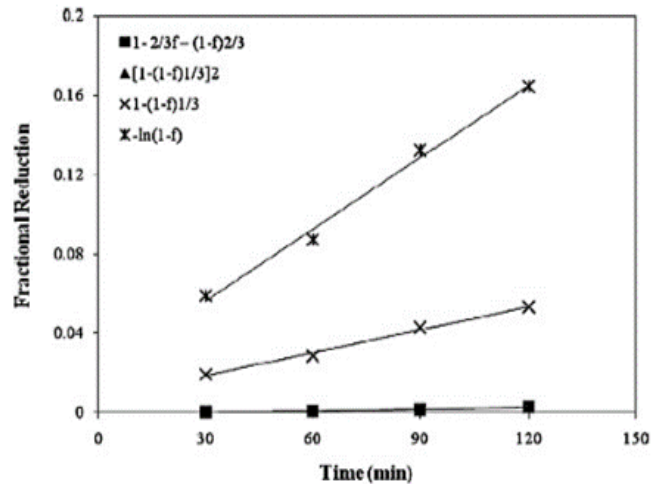
Los autores posteriormente analizan el mineral de hierro antes y después de la reducción mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX) encontrando que el contenido de hierro en el mineral es de 58.1% en peso y que el contenido del mismo después de la reducción incrementa a un 60.2% y 62.7% con la relación mineral-biomasa 9:1 y 6:4 respectivamente[14].

En la Figura 2.23 se muestra el efecto del tiempo en la reducción a distintas temperaturas. En la figura se puede apreciar que a mayor tiempo de permanencia mayor será la cantidad de oxígeno removido en el mineral de hierro y por lo tanto mayor reducción. Además se observa que a 600 y 700 °C la reducción no incrementa en gran medida siendo el caso contrario para 800 y 900 °C.

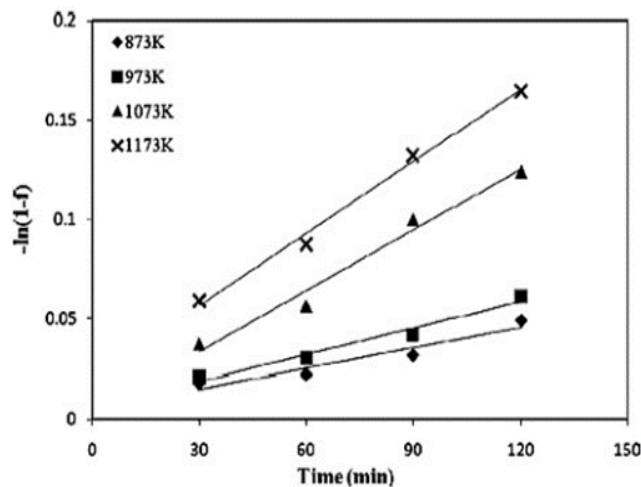


**Figura 2.23.** Efecto del tiempo de permanencia sobre el porcentaje de reducción a distintas temperaturas para una relación mineral biomasa 8:2 [14].

El análisis de los diferentes modelos cinéticos aplicados al sistema, permiten establecer e identificar el mecanismo de reducción de mineral en base a los valores experimentales. Los autores obtienen el gráfico mostrado en la Figura 2.24. El modelo  $-\ln(1-f) = kT$  corresponde a la reacción química debido a la gasificación del carbono, el cual, muestra un ajuste adecuado con los datos experimentales. Así, tomando este modelo cinético, se obtiene el valor de la constante de reducción (K) a partir de la pendiente obtenida de la Figura 2.25.



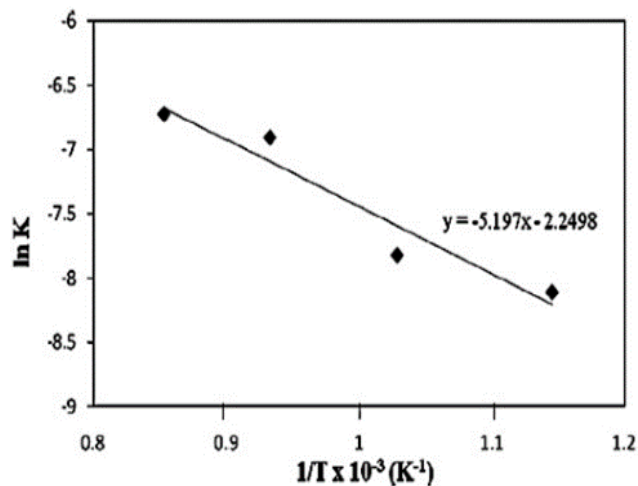
**Figura 2.24.** Reducción en función del tiempo de permanencia para determinados modelos cinéticos con una relación mineral-biomasa 8:2 [14].



**Figura 2.25.** Relación entre  $-\ln(1-f)$  y el tiempo para diferentes temperaturas con relación mineral-biomasa 8:2 [14].

La energía de activación corresponde a la pendiente del gráfico (Figura 2.26). Fundamentalmente, el valor de la energía de activación es conocido como la energía mínima necesaria para que ocurra una reacción. Para conocer la energía de activación, se obtiene del gráfico de Arrhenius ( $\ln K$  vs  $1/T$ ).

Para este caso la energía de activación de la reacción de reducción es de  $43.21 \text{ KJ mol}^{-1}$ . Estos autores mencionan que la energía de activación del carbón de la biomasa es bastante bajo comparado con el valor de la energía de activación del carbón industrial, el cual está en el rango de  $116\text{-}335 \text{ KJ mol}^{-1}$ . Esto indica que la reducción de las briquetas empieza a temperaturas inferiores.



**Figura 2.26.** Gráfico de Arrhenius ( $\ln K$  vs  $1/T$ ) [14].

Los autores mencionan que se estaría utilizando aproximadamente la misma cantidad de este carbón vegetal en comparación con la cantidad de carbón coque para producir acero. Además se reducen las emisiones de  $\text{CO}_2$  por lo que en la industria del acero, esta biomasa llegaría a ser un buen material con potencial que pueda sustituir el carbón industrial como fuente de energía y como agente reductor.

Tawil y col.[15] han mostrado que la industria del hierro y del acero consume altas cantidades de energía, entre las cuales se encuentra el petróleo, el gas natural, el carbón coque, etc. Por lo tanto se busca remplazar parte de la energía fósil con energías renovables, como es el caso de la biomasa. Por lo tanto investigan el efecto de la materia volátil en la reducción de óxido de hierro (hematita) con aserrín de madera. Señalan que ha habido algunos estudios que demuestran que una tonelada de biomasa contiene aproximadamente 40-50% de carbón y con

---

ello se pueden producir más de 2 toneladas de hierro metálico con un óxido de hierro de 63% de hierro. Por otro lado, la biomasa contiene menor cantidad de elementos contaminantes como el azufre y fósforo.

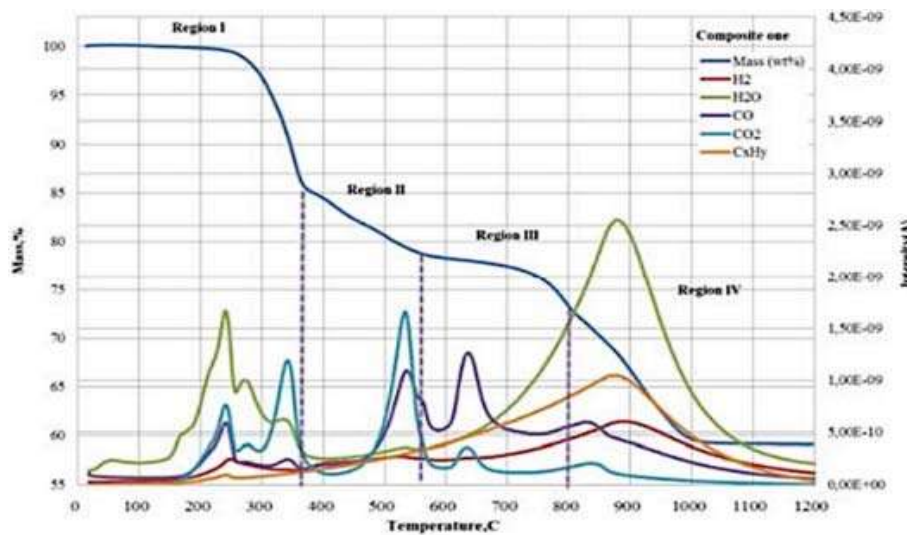
El aserrín utilizado en este estudio se obtiene como desperdicio para asegurar la integración del mismo en la producción de acero. Este aserrín es sujeto a 4 temperaturas de carbonización (300, 350, 400, 450 °C) en una atmósfera de nitrógeno para obtener carbón con algunos elementos residuales volátiles. Posteriormente las 4 muestras carbonizadas son guardadas en un desecador. Para las distintas temperaturas de carbonización, se hacen análisis de contenido de cenizas, carbón fijo y materia volátil. El resultado obtenido por estos autores se resume en la Tabla 2.7. Se observa que al aumentar la temperatura de carbonización se pierde materia volátil, debida a la transformación de esta a carbón fijo. Es importante notar que el contenido de cenizas se ve incrementado a mayor temperatura de carbonización, sin embargo, este no supera el 2%.

**Tabla 2.7.** Análisis de materia volátil, carbón fijo y cenizas para el carbón preparado (porcentaje en peso)[15].

Temperatura de carbonización (°C)	Materia volátil (%)	Carbón fijo (%)	Cenizas (%)
300	70.3	28.98	0.7376
350	54.07	44.78	1.1406
400	32.5	65.82	1.6764
450	23.8	74.30	1.8925

Para el análisis termogravimétrico, se utilizaron muestras con 0.328 gramos de cada uno de los carbones obtenidos mezclados individualmente con 1 gramo de hematita. Estas fueron sometidas a reducción a 1200 °C con una rampa de calentamiento de 10 °C min<sup>-1</sup> en una atmósfera de argón con un flujo de 200 mL min<sup>-1</sup>. Una vez que las muestras son reducidas se conservan en un desecador para evitar que estas absorban humedad. Al mismo tiempo se analiza la distribución y evolución de los gases desprendidos de la reducción mediante la técnica de espectroscopia de masas cuádruple (QMS- Quadruple mass spectroscopy). La pérdida de masa y análisis de gases para las diferentes composiciones se muestran en la Figura 2.27. En las curvas, se pueden identificar cuatro regiones las cuales se relacionan con la transición de fases o etapas de reducción del mineral de hierro, por ejemplo: en la región 1 se encuentra la hematita,

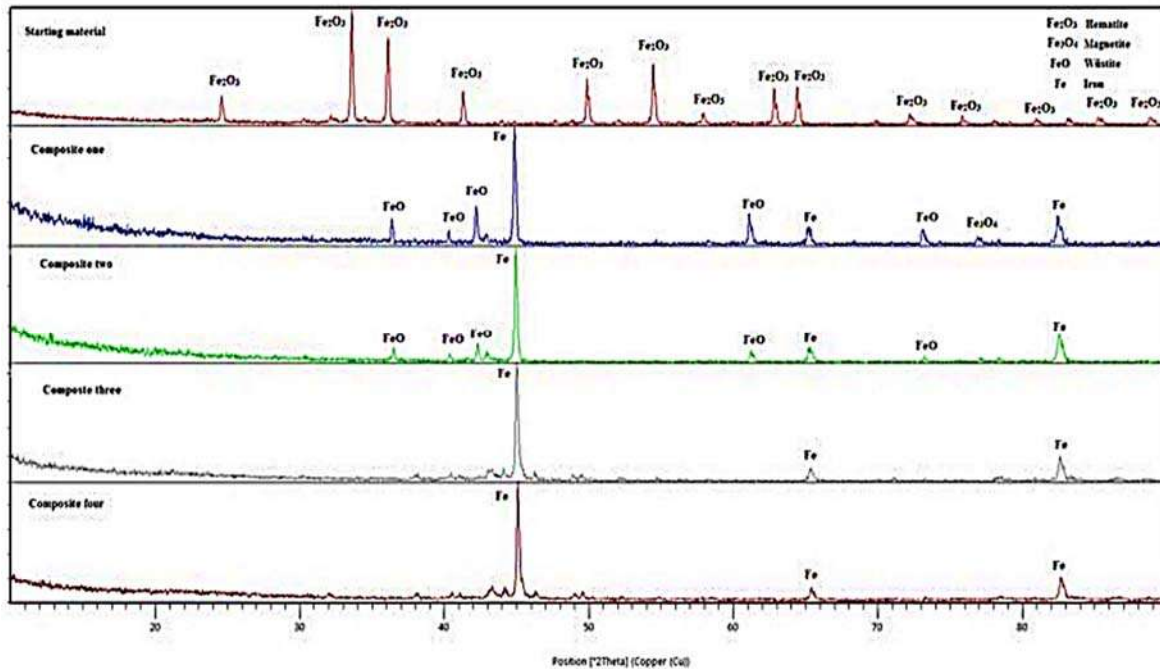
región 2 hay cambio de fase (magnetita), región 3 se tiene la fase wustita y por último, se le atribuye el hierro metálico a la región 4. Con esto se confirma que la reducción del mineral de hierro procede de hematita a magnetita, de magnetita a wustita y de wustita a hierro metálico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$ ). En cada región hay pérdida de peso y esto se atribuye a la volatilización del carbón y a la eliminación de oxígeno en el mineral de hierro. Por otro lado, en las curvas se puede observar que la temperatura de reducción de la hematita a magnetita está entre los 350 y 400 °C, la transformación de magnetita a wustita se presenta entre los 550 y 600 °C y la última transformación de fases se tiene aproximadamente a los 800 °C.



**Figura 2.27.** Curvas TG-QMS durante la reducción a 1200 °C de mineral y carbón de 300 °C [15].

El análisis de los gases confirma la liberación de hidrógeno, vapor de agua, hidrocarburos, dióxido y monóxido de carbono. En todos los casos el gas que se encuentra en menor proporción es el hidrógeno y en caso contrario es el CO especialmente en la región 3 en donde se suscita la última etapa de reducción. La intensidad de los gases analizados dependerá de la composición del carbón. Posterior a la reducción, se analizan las muestras mediante la técnica de difracción de rayos X para observar la influencia de la temperatura de carbonización de la biomasa sobre la reducción de la hematita (Figura 2.28). El difractograma revela la fase del mineral sin reducir siendo ésta hematita, posteriormente se confirma la presencia de hierro en todas las composiciones de mineral con sus distintas temperaturas de carbonización. Como se logró observar en la Tabla 2.7, a medida que aumenta la temperatura de carbonización se generará más carbón, por lo cual habrá más de este agente reductor para que se lleve a cabo la reducción del mineral.

Para la composición de mineral y biomasa carbonizada a 300 °C (compuesto 1) se encuentra una reducción parcial mientras que para el compuesto 2 (mineral + carbón a 350 °C) se obtiene hierro metálico predominando wustita. Finalmente, para la relación mineral y carbón de 400 y 450 °C (compuesto 3 y 4 respectivamente), se revela la presencia total de hierro.



**Figura 2.28.** Difracción de rayos X para las diferentes muestras compuestas de hematita y carbón de biomasa reducidas a 1200 °C[15].

Otra biomasa que ha sido utilizada para el proceso de reducción de mineral de hierro, es el aserrín de cedro. Ueki y col.[16] analizan los gases desprendidos (como agentes reductores) de esta biomasa. En la Tabla 2.8 se muestra el análisis elemental, carbón fijo, materia volátil y cenizas.

**Tabla 2.8.** Análisis del aserrín de cedro (porcentaje en peso) [16].

Carbón fijo	Materia volátil	Cenizas	Carbón	Hidrógeno	Nitrógeno	Oxígeno
17.00 %	82.08 %	0.93 %	48.29 %	6.20 %	0.09 %	44.49 %

Para el análisis de descomposición del aserrín se utilizó 1.3 gramos para elaborar una pastilla de 15 mm de diámetro y 9 mm de altura. Para el experimento de la reducción, se mezclaron 1.5 gramos de hematita (98.5% pureza) con 1.3 gramos de aserrín. Después con la mezcla se elaboró una pastilla de 15 mm de diámetro y 13 mm de altura. La relación molar

---

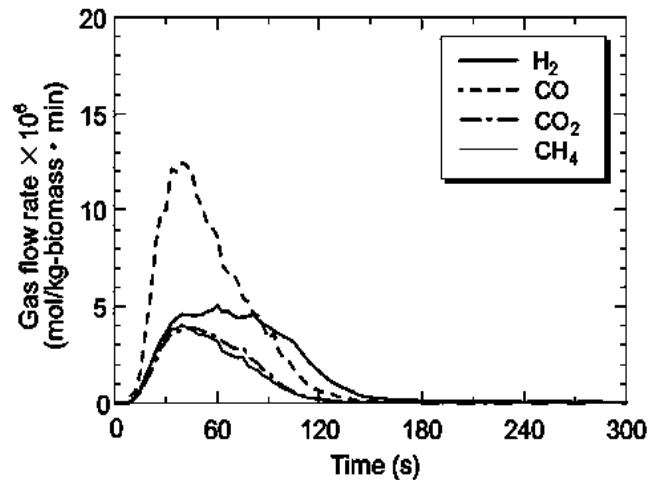
carbón-oxígeno, hidrógeno-oxígeno, hierro-carbón, hierro-hidrógeno del mineral y la biomasa se muestra en la Tabla 2.9.

**Tabla 2.9.** Relaciones molares de la mezcla del mineral y la biomasa[16].

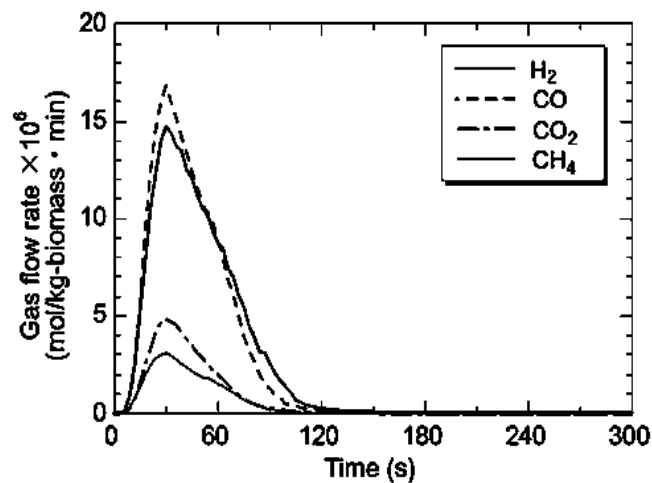
<b>C/O</b>	<b>H/O</b>	<b>Fe/C</b>	<b>Fe/H</b>
0.82	1.25	0.36	0.23

La reducción se llevó a cabo en un horno tubo vertical, usando un tubo de alúmina de 35 mm de diámetro interno. La pastilla compuesta de aserrín y mineral, se coloca en una canastilla de platino y esta canastilla queda suspendida con otro alambre de platino que está sujeta a la termobalanza. La reducción se hace de manera isotérmica a 1000, 1100, 1200 y 1300 °C. Se utilizó en la reducción como gas inerte el argón a un flujo de  $3.33 \times 10^{-5} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ . Los gases generados de la reducción son analizados mediante la técnica de QMS. Posteriormente a la reducción, el grado de metalización se determina mediante un análisis químico. En este estudio se evaluó la magnitud de los gases generados por la biomasa, por descomposición térmica y reducción. La Figura 2.29 muestra el comportamiento de los gases generados por la descomposición térmica del aserrín a 1000 °C en función del tiempo. En la Figura observa los gases generados ( $\text{H}_2$ , CO,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ), alcanzando la máxima velocidad de flujo entre los 40 y 60 segundos y terminando con la generación de estos a los 160 segundos aproximadamente. La velocidad de flujo más rápida la posee el CO.

Posteriormente, el aserrín se sometió a descomposición térmica a 1200 °C. En la Figura 2.30 se muestra el comportamiento de los gases generados por el aserrín. En este caso la velocidad del flujo del CO es mayor en comparación con el obtenido a 1000 °C, ya que al incrementar la temperatura, aumenta la velocidad de descomposición del aserrín. El  $\text{H}_2$  alcanza una velocidad similar al CO. El  $\text{CH}_4$  y  $\text{CO}_2$  presentan baja velocidad de flujo, incluso la generación de estos gases es poca en comparación con el  $\text{H}_2$  y CO, ya que estos se agotan a los 90 segundos aproximadamente. De estos resultados, se deduce que los gases reductores como el CO y  $\text{H}_2$  son generados por la descomposición térmica de la biomasa.



**Figura 2.29.** Comportamiento de los gases generados por la descomposición térmica del aserrín a 1000 °C [16].



**Figura 2.30.** Comportamiento de los gases generados por la descomposición térmica del aserrín a 1200 °C [16].

Posteriormente se evaluó el comportamiento de los gases generados por la reducción del compuesto (mineral-biomasa). En la Figura 2.31 se presenta este resultado y se logra ver que el valor máximo de la velocidad de flujo de los gases generados, se alcanza entre los 30 y 60 segundos a excepción del CO. Se observa la formación de un segundo pico de CO que se explica tomando en cuenta la reacción de Boudouard.

Un comportamiento similar se observa para una temperatura de reducción de 1200°C que contribuye a incrementar el flujo de gases reductores (Figura 2.32). Con estos resultados se muestra que tanto el CO como el H<sub>2</sub> fungen como gases reductores de manera eficiente.

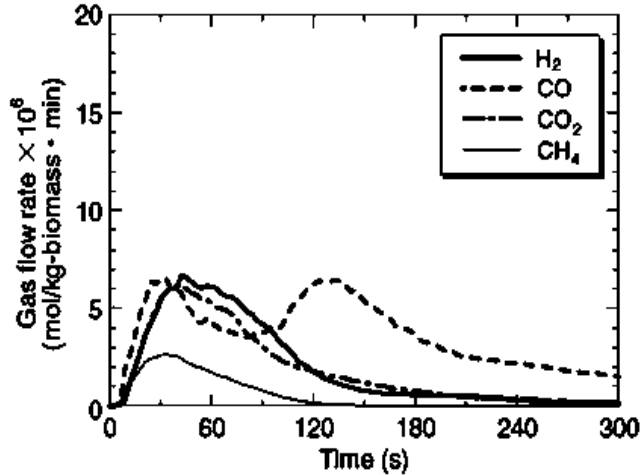


Figura 2.31. Gases generados por la reducción del compuesto a 1000 °C [16].

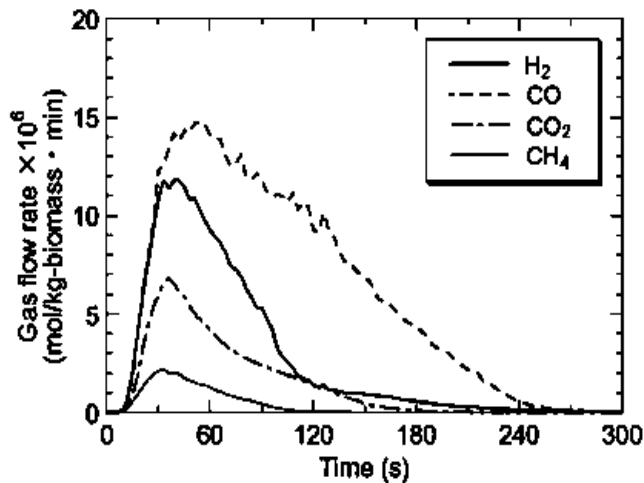


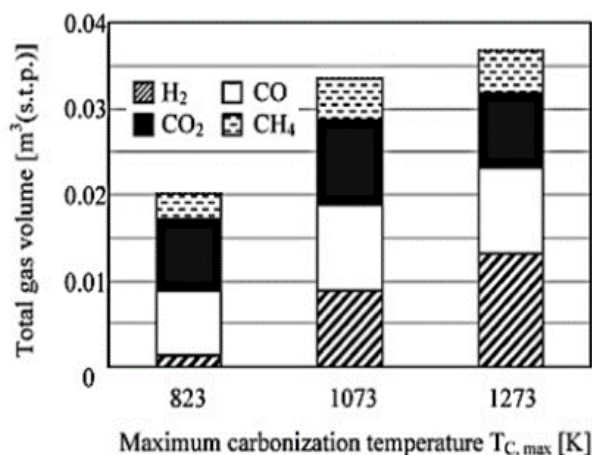
Figura 2.32. Comportamiento de los gases generados por la reducción del compuesto a 1200 °C [16].

Konishi y col. [17] analizan la reducción de óxido de hierro con carbón generado a partir de una biomasa (ciprés japonés). Estos autores preparan a mano pellets de hematita (95%) y carbón para posteriormente someterlos a un proceso de reducción. En la Tabla 2.10 se muestra el análisis elemental de la biomasa, carbón fijo, materia volátil y cenizas. Como se puede apreciar, la biomasa contiene un porcentaje de materia volátil muy elevado, por lo tanto se considera que después de la carbonización puede quedar algo de materia volátil en el carbón.

Tabla 2.10. Análisis elemental de ciprés japonés (porcentaje en peso)[17].

Carbón fijo	Materia volátil	Cenizas	Carbón	Hidrógeno	Oxígeno	Nitrógeno	Azufre
8.12 %	90.8 %	1.05 %	50.7 %	6.16 %	41.1 %	1.01 %	0.014 %

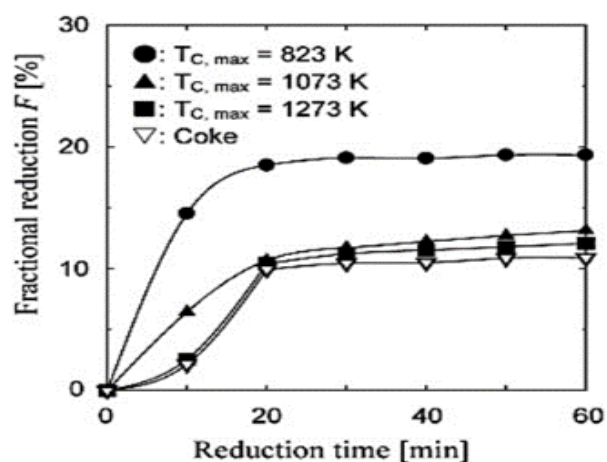
Para la carbonización de la biomasa, se sometieron 200 g a tres distintas temperaturas: 600, 800 y 1000 °C durante 6 horas bajo una atmósfera de nitrógeno. Los gases producidos por la carbonización se analizan mediante cromatografía de gases. En la Figura 2.33 se muestra el volumen total de los gases generados por la carbonización de la biomasa en función de las distintas temperaturas de carbonización. Se observa que las emisiones de hidrógeno son mayores que cualquier otro gas a 1000 °C. A medida que la temperatura aumenta la cantidad de hidrógeno se intensifica. El volumen generado de CH<sub>4</sub> es menor que los demás gases a excepción del hidrógeno a 600 °C. La cantidad o volumen generado de CO y CO<sub>2</sub> es casi la misma para todas las temperaturas.



**Figura 2.33.** Volumen de los gases generados por la carbonización de la biomasa en función de las distintas temperaturas de reducción[17].

Se elaboraron pellets con un tamaño de 12 a 14 mm de diámetro, con una relación de carbón-mineral de 1 a 4 con 1% de bentonita como aglutinante. Se utilizaron tres tamaños distintos de partícula de los materiales para la elaboración de los pellets, siendo estos: 23-63, 63-75, y 105-150 μm y estos son reducidos a 800, 900 y 1000 °C en una atmósfera de nitrógeno.

En la Figura 2.34 se muestra la influencia de los carbonos generados sobre el grado de reducción en función del tiempo a 800 °C y tamaño de partícula de 63-75 μm. Cabe señalar que se somete carbón coque a la prueba de reducción para comparar valores. El grado de reducción con el carbón generado a 600 °C es de 19% aproximadamente a los 60 minutos, siendo este valor de reducción el más alto en comparación con los otros carbonos. Esto se debe al contenido de materia volátil que queda en la muestra después de la carbonización.



**Figura 2.34.** Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 800 °C y tamaño de partícula de 63-75  $\mu\text{m}$ [17].

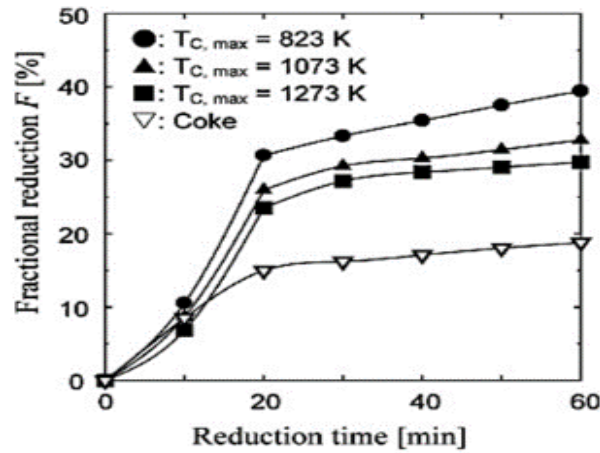
En la Tabla 2.11 se muestran estos valores en función de las temperaturas de carbonización. Estos resultados indican que a menor temperatura mayor cantidad de materia volátil, por lo cual hay más reducción a esta temperatura de carbonización.

**Tabla 2.11.** Contenido de materia volátil (% en peso) después de la carbonización[17].

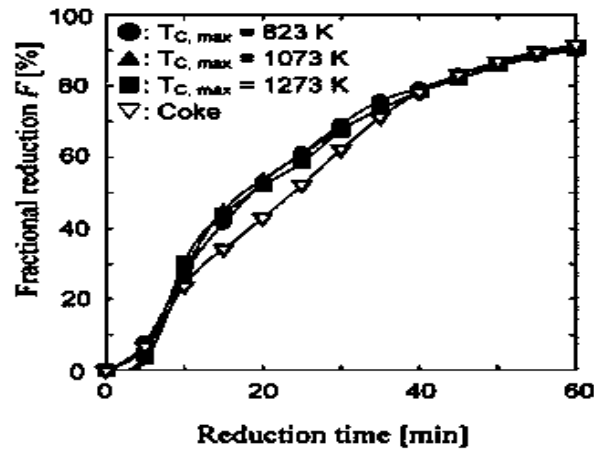
Carbonización a 600 °C	Carbonización a 800 °C	Carbonización a 1000 °C
18.65 %	9.64 %	7.00 %

Consecutivamente, se reducen los pellets a 900 °C. En la Figura 2.35 se muestra la influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción en función del tiempo a 900 °C y con mismo tamaño de partícula (63-75  $\mu\text{m}$ ). En la gráfica se muestra que el grado de reducción es de aproximadamente 40% a un tiempo de reducción de 60 minutos con una temperatura de carbonización de 600 °C, como se mencionó anteriormente, la temperatura más baja de carbonización tendrá mayor contenido de materia volátil, por ende habrá mayor reducción. La reducción con el carbón generado a 800 y 1000 °C es mayor en comparación con el carbón coque.

Se esperaría que la reducción a 1000 °C tendría el mismo comportamiento, en donde a menor temperatura de carbonización mayor contenido de materia volátil y por ende mayor reducción, pero se obtienen valores similares de reducción en función del tiempo para los distintos carbones (Figura 2.36). Se muestra que el grado de reducción tiene el mismo valor para todos los carbones, siendo este de 90 % a 60 minutos.



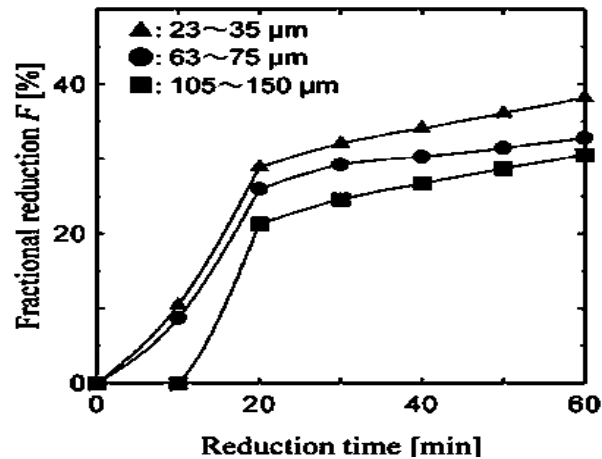
**Figura 2.35.** Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 900 °C y tamaño de partícula de 63-75  $\mu\text{m}$  [17].



**Figura 2.36.** Influencia de los carbones generados sobre el grado de reducción de los pellets en función del tiempo a 1000 °C y tamaño de partícula de 63-75  $\mu\text{m}$  [17].

Las curvas de la reducción (Figura 2.36) muestran el mismo comportamiento a excepción de carbón coque, en donde hay una ligera desviación y esto se debe a la baja gasificación del mismo.

Por otro lado, se explica que la reducción no dependerá de la cantidad de materia volátil contenida en la biomasa carbonizada, sino de la temperatura de reducción ya que ésta libera la materia volátil instantáneamente y en este caso la reducción se estaría llevando a cabo por el carbón generado por la carbonización. Por otro lado, en la Figura 2.37 se muestra la influencia del tamaño de partícula sobre el grado de reducción del mineral de hierro.



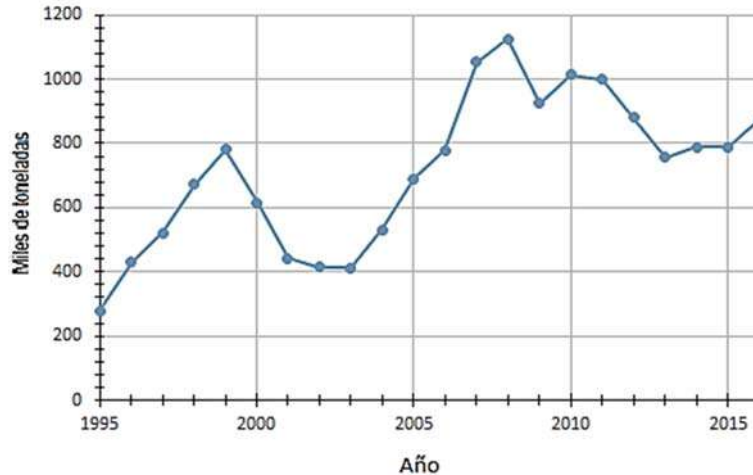
**Figura 2.37.** Curvas de reducción de los pellets compuestos de mineral y biomasa carbonizada (800 °C) en función del tiempo a distintos tamaños de partícula (23-63, 63-75, y 105-150 μm) [17].

En este caso la reducción se llevó a cabo a 900 °C para los distintos tamaños de partícula (23-63, 63-75, y 105-150 μm). El mayor grado de reducción se obtuvo con el menor tamaño de partícula (23-63 μm), obteniéndose un 38% de reducción a los 60 minutos. En general, en este caso la reducción se verá favorecida con mayor contenido de materia volátil en la biomasa carbonizada, incrementando la temperatura de reducción y con tamaño de partícula bajo.

Por todo lo anterior, el uso de diferentes tipos de biomazas puede resultar una alternativa para la reducción de mineral de óxido de hierro. En este trabajo se propone el uso del bagazo de agave por lo que a continuación se hace una breve descripción de algunas de sus principales características y de ciertas aplicaciones que se le ha dado a este tipo de material orgánico.

### 2.3 Bagazo de agave: Usos y aplicaciones

A nivel mundial, México es un país productor de tequila. La materia prima principal para su producción es el agave, teniendo un consumo de miles de toneladas de éste cada año de acuerdo al Consejo Regulador del Tequila (CRT) [21]. Como se muestra en la Figura 2.38, el consumo de esta materia prima se ha ido incrementando en las últimas décadas, mostrando un máximo histórico en 2008 con 1125.1 miles de toneladas mientras que en el 2016 se consumieron aproximadamente 872 mil toneladas de agave. Derivado de esta producción, se generan anualmente miles de toneladas de desperdicio conocido como “bagazo de agave”, siendo éste uno de los principales residuos de la industria tequilera. Se calcula que aproximadamente el 40% del total de agave procesado, se genera como residuo sólido[22].



**Figura 2.38.** Toneladas de agave consumido para la producción de tequila en México de 1995-2016[21].

Algunas industrias buscan alternativas y promueven la reutilización de estos desechos generados encontrando que pueden tener diferentes aplicaciones, entre las que destacan la producción de biogás, composta [23] o como alimento para animales [24]. Algunos investigadores han explorado su aplicación como bioadsorbentes debido a la capacidad de intercambio y de adsorción de especies contaminantes como Cr(III) [25], Cd(II), Pb(II) y Zn(II) [26] que usualmente son encontrados en aguas residuales. También se ha buscado aplicarlos como refuerzo de materiales poliméricos, dada la elevada resistencia a la tensión que presentan las fibras de las que está conformado el bagazo de agave [27]. Es un residuo que está compuesto principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina lo que aporta un contenido de C, H y O de más de 50% de su masa total. Iñiguez y col. [28], llevaron a cabo una caracterización del bagazo de agave de la industria tequilera para poder dar alternativas y posibles aplicaciones de este residuo. Los autores mencionan que esta biomasa puede ser utilizada como alimento para animales, composta, materiales compuestos, entre otras aplicaciones. En la Tabla 2.12, se muestra que los elementos mayoritarios del bagazo de agave son la celulosa, lignina y hemicelulosa.

**Tabla 2.12.** Composición química del bagazo de agave (porcentaje en peso) [28].

Componente	Porcentaje (%)
Celulosa	43
Hemicelulosa	19
Lignina	15
Azúcares reductores	5
Cenizas	6
Nitrógeno	3
Pectinas	1
Grasas	1
Otros	2

Debido a esta propiedad, el bagazo de agave puede ser empleado como combustible directo o bien en forma de carbón generándolo por pirólisis. Chávez [18], ha evaluado el calor de combustión del bagazo desechado de agave de la industria mezcalera encontrando que el bagazo pirolizado tiene un calor de combustión ( $Q_c$ ) de  $19.36 \text{ MJ Kg}^{-1}$ , dicho valor es mayor que el reportado para la madera  $18.7 \text{ MJ Kg}^{-1}$  e incluso que para el carbón térmico siendo este de  $18.98 \text{ MJ Kg}^{-1}$ . Estos valores pueden ser favorablemente utilizables como combustibles. La pirólisis de la biomasa a alta temperatura permite la conversión de la materia orgánica (celulosa, hemicelulosa y lignina) en gases sintéticos ( $\text{CO}$ ,  $\text{H}_2$ ,  $\text{CO}_2$  y  $\text{CH}_4$ ) [11]. Además el bagazo de agave contiene algunos alcoholes y azúcares reductores generados por el proceso de fermentación que tiene lugar durante la producción de tequila. Lo anterior le atribuye al bagazo de agave una ventaja ya que estos compuestos pueden incrementar su capacidad calorífica.

Por lo anterior, se ha planteado una aplicación potencial para este material en la preparación de pellets compuestos para la reducción de minerales ferrosos debido a su contenido de materia orgánica que puede ser transformada en carbón y  $\text{CO}$ , combustibles usualmente usados en la reducción de estos minerales. De acuerdo a la información analizada anteriormente, las propiedades que presenta el bagazo de agave pueden ser una ventaja para ser empleadas en el tratamiento de minerales de hierro. A continuación se describe la metodología experimental planteada para este proyecto.

### CAPÍTULO III. METODOLOGÍA

En este capítulo se presenta la metodología experimental para la realización de este proyecto de investigación. En la Figura 3.1 se presenta un esquema del desarrollo experimental. Posteriormente se describen de manera específica las técnicas de caracterización así como las condiciones de reducción del mineral usando bagazo de agave.

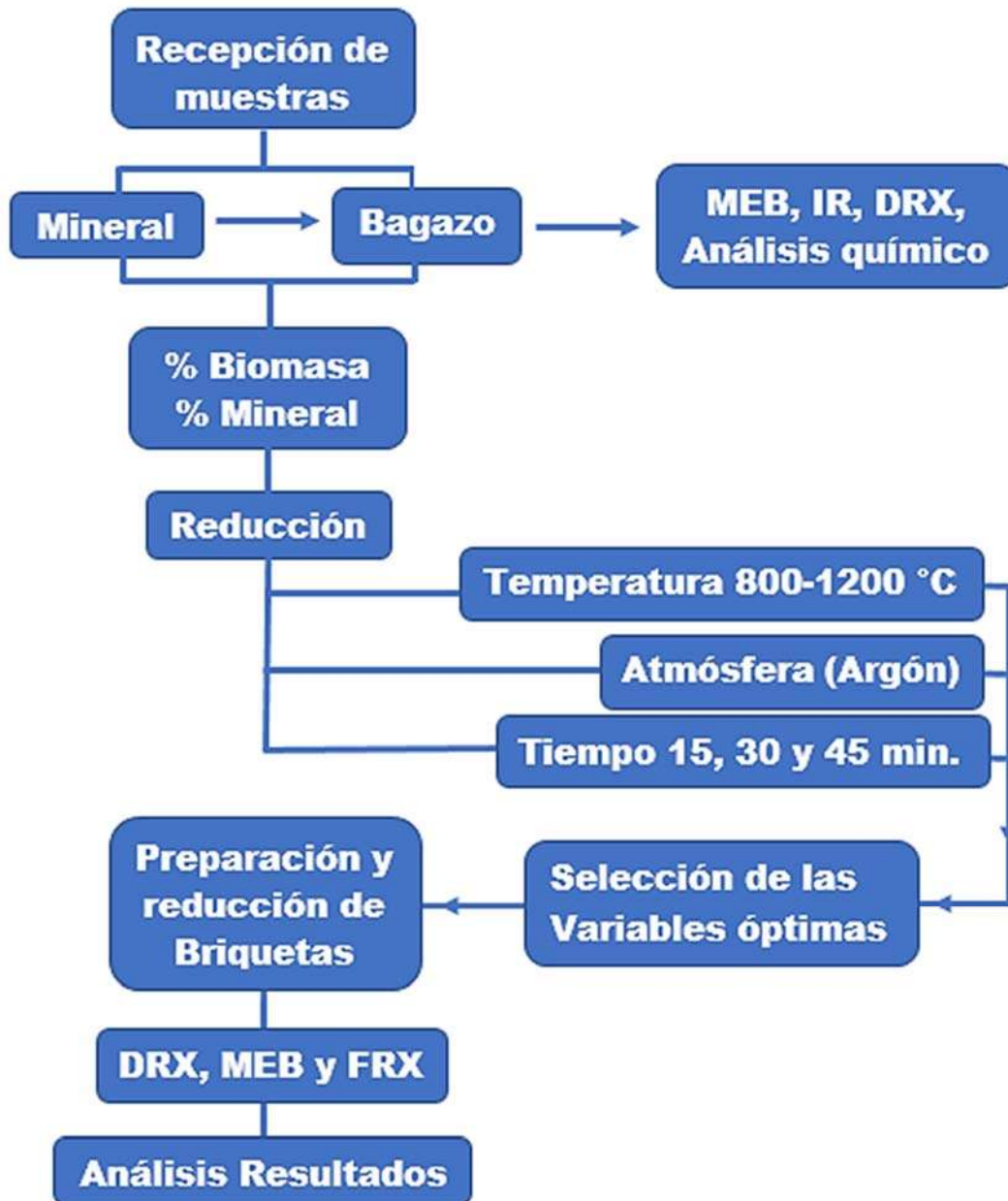
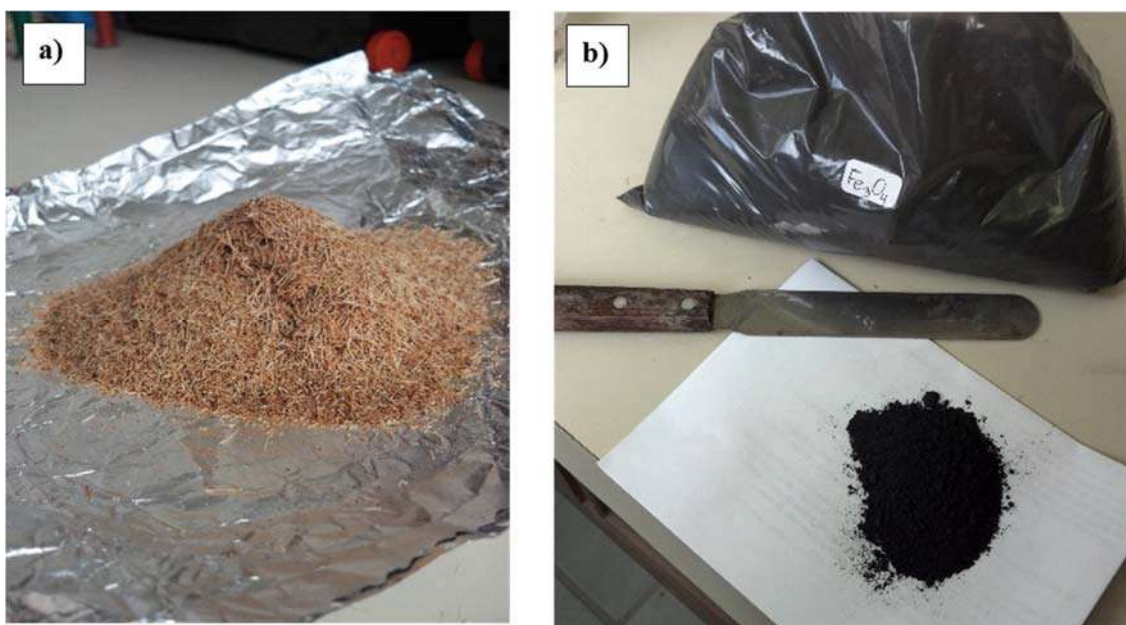


Figura 3.1. Diagrama de flujo del desarrollo experimental.

### 3.1 Recepción de muestras

- *Bagazo de agave.* La biomasa utilizada en este estudio, corresponde a los residuos sólidos generados de la producción de miel de agave y fue obtenida de una empresa productora del estado de Jalisco (Ver Figura 3.2a). Los residuos fueron secados en una estufa a una temperatura de 80°C durante una hora para evitar su descomposición y fueron conservados a temperatura ambiente. Una vez seco, para obtener el tamaño de partícula deseado de la biomasa se molió primero en un molino eléctrico, posteriormente el producto se secó a 105 °C y se volvió a moler en un molino manual. Finalmente este fue tamizado usando tamices del número 30, 50 y 80 que se colocaron en una tamizadora AS-200 Control Marca Retsch por un tiempo de 10 min para lograr seleccionar un tamaño menor a 200 µm.
- *Mineral de hierro.* El polvo empleado en la reducción corresponde a un concentrado de mineral de magnetita que fue obtenido de la empresa siderúrgica Mittal Steel ubicada en la ciudad de Lázaro Cárdenas (Ver Figura 3.2b). Este mineral fue secado a 110°C durante una hora para eliminar la humedad y se mantuvo en un desecador.



**Figura 3.2.** a) Bagazo de agave y b) Polvo del concentrado de mineral de magnetita.

---

## 3.2 Técnicas de caracterización

En este trabajo, las muestras de bagazo de agave, del mineral empleado y las briquetas preparadas antes y después de la reducción fueron caracterizadas por varias técnicas para poder establecer la función de la biomasa en la reducción del mineral y se describen a continuación.

### 3.2.1 Caracterización del bagazo de agave

Se realizó un análisis elemental para conocer el contenido total de C, H, O, N y S en el bagazo de agave. Por tratamiento químico se evidenció la presencia de los componentes principales (celulosa, hemicelulosa, lignina) y se cuantificaron los porcentajes de cenizas, humedad, materia volátil, extraíbles, y carbón fijo.

#### 3.2.1.1 Análisis elemental

El análisis elemental del bagazo de agave para la cuantificación de carbón, hidrógeno, oxígeno, nitrógeno y azufre se realizó en el Laboratorio Nacional de Caracterización de Propiedades Fisicoquímicas y Estructura Molecular (LACAPFEM) de la Universidad de Guanajuato. Para este análisis fue empleado un analizador elemental 2400 Serie II (Perkin Elmer).

#### 3.2.1.2 Determinación de cenizas

La norma ASTM D-1102 [29] para la cuantificación de cenizas se basa en la medida de los residuales que se obtienen de la calcinación en una mufla a una temperatura de 600 °C. Para determinar el contenido de cenizas, 2 g de bagazo de agave se colocaron en un crisol seco previamente a 105 °C por dos horas para retirar la humedad obteniéndose al final un peso de 1.7829 gramos. Posteriormente se introduce el crisol con la biomasa seca dentro de la mufla a una temperatura de 600 °C durante una hora para efectuar la calcinación. Transcurrido este tiempo la mufla se apaga y se espera a que la temperatura descienda a la ambiente y con ayuda de unas pinzas se retira el crisol para posteriormente determinar la masa final. Para la cuantificación del contenido de cenizas que se genera en la biomasa se utiliza la siguiente fórmula:

$$\text{Cenizas (\%)} = \frac{W_1}{W_2} \times 100 \quad (3.1)$$

---

Dónde:  $W_1$  es el peso de la ceniza y  $W_2$  es el peso de la biomasa seca.

### 3.2.1.3 Determinación de humedad

La determinación de la humedad contenida en especímenes orgánicos (pasto, aserrín, etc.) representativos de un lote está basada en la norma ASTM D-2016[30]. Para determinar el contenido de humedad en el bagazo se sometieron 2 gramos a 105 °C en un horno marca Felisa con control digital de temperatura mostrado en la Figura 3.3. El tiempo empleado fue de dos horas para remover la humedad. Se determinó el peso inmediatamente a temperatura ambiente evitando corrientes de aire para que la muestra no absorba humedad. Para la determinación de humedad en el bagazo de agave se utiliza la siguiente fórmula:

$$\text{Humedad (\%)} = \frac{(A-B)}{B} \times 100 \quad (3.2)$$

Dónde:  $A$  es el peso inicial del bagazo de agave y  $B$  es el peso del bagazo de agave seco.



**Figura 3.3.** Horno Felisa empleado para remoción de la humedad en el bagazo de agave.

### 3.2.1.4 Análisis de materia volátil

La norma ASTM D-1762 [31] indica el procedimiento para la determinación de materia volátil contenida en materiales orgánicos como la madera. Para establecer el contenido de materia volátil, se colocaron dentro de un horno 3.8 gramos de bagazo de agave (base seca) contenidos en un crisol a 300 °C por 2 minutos y posteriormente 3 minutos a 500 °C. Las muestras se guardan en un desecador por 1 hora y se mide el peso final de la muestra. Para la determinación de materia volátil en el bagazo de agave se utiliza la siguiente fórmula:

---

---

$$\text{Materia Volátil (\%)} = \frac{(A-B)}{A} \times 100 \quad (3.3)$$

Dónde:  $A$  es el peso inicial del bagazo de agave y  $B$  es el peso final.

### 3.2.1.5 *Análisis de carbón fijo*

En cuanto a la cantidad de carbón fijo que contiene la biomasa se utiliza la fórmula descrita por la norma ASTM D 3172 [32], donde la suma del porcentaje de humedad, ceniza y materia volátil contenido en la biomasa, son restados al 100%. El valor obtenido corresponde al porcentaje de carbón fijo.

$$\text{Carbón Fijo (\%)} = 100 - [\text{Humedad (\%)} + \text{Cenizas (\%)} + \text{Materia Volátil (\%)}] \quad (3.4)$$

### 3.2.1.6 *Determinación de extraíbles*

La biomasa puede contener algunos otros componentes como: alcoholes, azúcares reductores, resinas, grasas, ceras, gomas, colorantes, etc. Estos componentes se conocen como extraíbles. Para la determinación de extraíbles se emplea la metodología usada por Álvarez y col. [33]. Primeramente, se tomaron 25 gramos de biomasa (base seca) y se introdujeron en un equipo de extracción Soxhlet usando como diluyente Acetona (grado analítico, J.T. Baker). El equipo fue sometido a calentamiento usando una parrilla de termoagitación permitiendo el calentamiento a ebullición y el reflujo de la acetona por 7 horas. Una vez transcurrido el tiempo se recupera el sólido libre de extraíbles y se lava varias veces con agua destilada caliente con el objetivo de eliminar la acetona remanente. Posteriormente se transfiere la muestra lavada a un matraz Erlenmeyer de 1 litro, se añade suficiente agua destilada y se deja hervir por 1 hora. Transcurrido ese tiempo se filtra la muestra, se realizan varios lavados con agua caliente hasta que el agua quede clara y se deja secar completamente la biomasa en un horno a 100 °C por 12 horas aproximadamente. La determinación fue realizada por triplicado. El porcentaje de extraíbles se determina en cuanto a la diferencia de peso de la biomasa que se tiene antes y después del análisis en base a la siguiente ecuación:

$$\text{Extraíbles (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad (3.5)$$

Dónde:  $W_1$  es el peso de la biomasa al inicio y  $W_2$  es el peso de la biomasa libre de extraíbles. En ambos casos en base seca.

### 3.2.1.7 Estimación del poder calorífico de la biomasa

La biomasa está compuesta principalmente por celulosa, hemicelulosa y lignina (compuestos estructurales). Álvarez y col.[33] mencionan que el poder calorífico de la biomasa está relacionado con el contenido de estos componentes y establecen ecuaciones que predicen el poder calorífico de diferentes biomásas. Estas ecuaciones dependen de: un solo componente (lignina, holocelulosa o celulosa), dos componentes (lignina y holocelulosa, lignina y celulosa) o tres componentes (lignina, holocelulosa y celulosa). En este trabajo se emplearon estas ecuaciones para estimar el poder calorífico del bagazo de agave. Las ecuaciones propuestas por los autores se resumen en la Tabla 3.1. El poder calorífico (PC) se obtiene en  $\text{KJ g}^{-1}$ , y las siglas L, H y C representan el porcentaje en base seca de lignina, holocelulosa y celulosa respectivamente.

**Tabla 3.1.** Ecuaciones de estimación de poder calorífico en la biomasa[33].

Ecuación	
$\text{PC} = 16.5917 + 0.0191 \text{ H}$	(3.6)
$\text{PC} = 18.0124 - 0.0041 \text{ L}$	(3.7)
$\text{PC} = 16.9961 + 0.0198 \text{ C}$	(3.8)
$\text{PC} = 14.2252 + 0.0424 \text{ L} + 0.0295 \text{ H}$	(3.9)
$\text{PC} = 15.9391 + 0.0210 \text{ L} + 0.0250 \text{ C}$	(3.10)
$\text{PC} = 14.2193 + 0.0425 \text{ L} + 0.0305 \text{ H} - 0.0015 \text{ C}$	(3.11)

### 3.2.1.8 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Los estudios de morfología de la biomasa fueron realizados usando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400 mostrado en la Figura 3.4, obteniendo micrografías a diferentes magnificaciones. El bagazo de agave fue caracterizado mediante esta técnica sin tratamiento previo, con tratamiento químico de HCl y NaOH y después de la determinación de extraíbles. Para llevar a cabo el tratamiento químico, fueron pesadas dos muestras de 25 g de bagazo de agave cada una y se pusieron en contacto con fases acuosas, una ácida ( $\text{HCl } 1 \text{ mol L}^{-1}$ ) y una básica ( $\text{NaOH } 1 \text{ mol L}^{-1}$ ) en una relación 3:1, a temperatura ambiente y por un tiempo de 24 h a 300 rpm en un agitador orbital. Posteriormente el sólido fue filtrado y secado a  $80^\circ\text{C}$  por 1 hora. La caracterización fue realizada en el bagazo de agave tratado seco.



**Figura 3.4.** Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400.

### **3.2.1.9 Difracción de rayos X (DRX)**

Para caracterizar la biomasa, se realizó este análisis en un difractómetro D8 ADVANCE DAVINCI (Bruker) que se muestra en la Figura 3.5. El equipo utiliza radiación  $\text{Cu-K}\alpha = 1.54 \text{ \AA}$  y los difractogramas fueron obtenidos en el rango  $2\theta$  de  $10$  a  $90^\circ$ , con filtro de níquel para suprimir la fluorescencia del hierro.

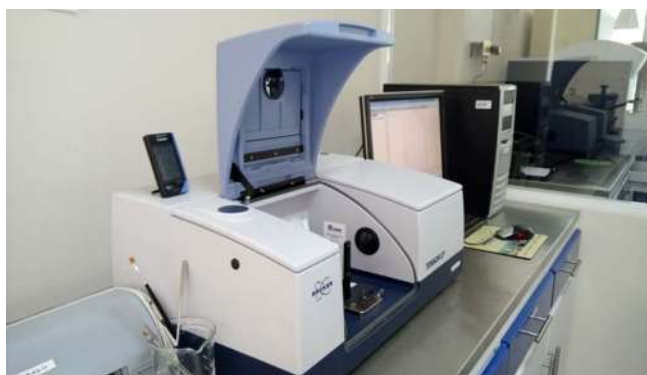


**Figura 3.5.** Difractómetro de Rayos X D8 ADVANCE DAVINCI (Bruker).

---

### **3.2.1.10 Espectroscopía de infrarrojo (FTIR)**

El bagazo de agave fue caracterizado por espectroscopia infrarroja usando un espectrofotómetro Tensor 27 (Bruker) presentado en la Figura 3.6, con la finalidad de conocer las frecuencias de vibración de los principales grupos funcionales presentes en el bagazo. El espectro fue obtenido en un rango de longitud de onda 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  con una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$  usando pastilla de KBr. Fue analizado el bagazo de agave que fue tratado químicamente con HCl y NaOH para evidenciar los grupos funcionales de la lignina y celulosa.



**Figura 3.6.** Espectrofotómetro de Infrarrojo Tensor 27 (Bruker).

### **3.2.2 Caracterización del concentrado mineral**

Dado que la fuente de óxidos de hierro para la reducción es un concentrado mineral, es importante realizar una caracterización previa al proceso.

#### **3.2.2.1 Determinación del tamaño de partícula.**

Para conocer la distribución de tamaños del concentrado mineral así como el tamaño promedio, se utilizó un analizador de tamaño de partícula Beckman Coulter LS 100Q que se encuentra en el IIMM.

#### **3.2.2.2 Microscopía electrónica de barrido (MEB)**

Los estudios de morfología del mineral de hierro así como de las muestras reducidas, fueron realizados usando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6400, en el cual también fue realizado un microanálisis elemental EDS a las diferentes magnificaciones.

---

### 3.2.2.3 Difracción de rayos X (DRX)

Las fases presentes en el concentrado mineral así como las resultantes después del proceso de reducción con biomasa, fueron identificadas mediante difracción de rayos X usando el equipo descrito anteriormente a las mismas condiciones.

### 3.2.2.4 Fluorescencia de rayos X (FRX)

Como caracterización complementaria, se determinó el contenido de hierro en el mineral y en las briquetas reducidas en un equipo de Fluorescencia de Rayos X Modelo S8 TIGER (Bruker) con el método de polvos.

## 3.3 Reducción del concentrado mineral con biomasa

Las pruebas de reducción se hicieron en un horno tubo horizontal marca Carbolite STF que se muestra en la Figura 3.7. Las reducciones se realizaron a 800, 900, 1000, 1100 y 1200 °C con rampa de calentamiento de 10°C min<sup>-1</sup>, bajo una atmósfera de gas inerte (Ar). Para cada temperatura fue evaluada la influencia de la biomasa, usando diferentes composiciones: 10, 25, 35 y 50 % de biomasa/mineral respecto a la masa total (3 gr) y a tres tiempos distintos de permanencia (15, 30 y 45 minutos). Cabe mencionar que las reducciones iniciaron con la mezcla de las muestras en forma de polvo para posteriormente elaborar briquetas con las mejores condiciones de reducción.



**Figura 3.7.** Horno de tubo horizontal Carbolite STF.

---

### 3.4 Preparación y reducción de briquetas

Las briquetas en forma cilíndrica se elaboraron en una prensa japonesa modelo NT-5H con dimensiones de 1.3 cm de diámetro y 1.5 cm de altura aproximadamente usando 3 gr de masa total para cada una. Las presiones de compactación empleadas para la preparación fueron de 50, 100, 250, 500, 1000, y 1500 Kg cm<sup>-2</sup> sin adición de aglutinante ya que como se reporta en la literatura, la biomasa puede fungir como tal [11]. Una vez, preparadas las briquetas, se suspendieron en un par de alambres de platino que quedan sujetos al crisol como se muestra en la Figura 3.8.

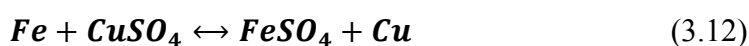
En base a los resultados obtenidos usando polvos, se seleccionaron las mejores condiciones para lograr la reducción completa y a estas fueron reducidas las briquetas preparadas. Para caracterizar las briquetas reducidas fueron empeladas las mismas técnicas descritas anteriormente.



**Figura 3.8.** Briquetas compuestas de biomasa y mineral de hierro antes de la reducción.

### 3.5 Porcentaje de metalización

Durante la reducción del mineral, se pueden generar diferentes productos como Fe metálico, Wustita o bien residuos del mineral de partida (magnetita). Sin embargo, un indicador en un proceso de reducción es el contenido de Fe metálico o bien el porcentaje de metalización. La determinación de este producto final en presencia de otros óxidos (Wustita, Magnetita) se puede realizar por análisis químico haciendo reaccionar selectivamente la muestra reducida con sulfato de cobre, de acuerdo a la metodología reportada[34]. La reacción llevada a cabo es la siguiente:



---

Para que se asegure la reacción completa, el sulfato de cobre se sede adicionar en exceso, aproximadamente en una proporción molar Fe:Cu de 1:4.

Se preparó una solución de CuSO<sub>4</sub> (99.8%, Química Meyer) pesando 9.14 g que fueron diluidos en agua bidestilada y aforados a 500 mL. Para llevar a cabo la reacción anterior con las muestras reducidas, se pesaron 0.2 g de cada muestra en una balanza analítica (Metler Toledo), con una sensibilidad de 0.1 mg. Posteriormente, 50 mL de la solución de CuSO<sub>4</sub> preparada (12 g L<sup>-1</sup>), se pusieron junto con la muestra reducida en agitación magnética por un tiempo de 30 min. Pasado el tiempo, la muestra fue filtrada usando papel de poro medio y la solución final conteniendo los productos de la reacción fue aforada en un matraz de 100 mL usando HCl 0.5 mol L<sup>-1</sup>. La cuantificación de Fe en las soluciones resultantes fue realizada por medio de Espectroscopía de Absorción Atómica de Flama usando un equipo Perkin Elmer 3100 calibrado previamente a la medición. La masa de Fe presente en la solución final corresponde a la masa de Fe metálico en la muestra reducida. Esta cantidad fue relacionada con la cantidad de hierro inicial en forma de óxido (Magnetita) para obtener el porcentaje de Metalización, según se muestra en la siguiente ecuación:

$$\text{Metalización (\%)} = \frac{\text{Fe metálico}}{\text{Fe inicial}} \times 100 \quad (3.13)$$

Las muestras de reducción en las cuales fue cuantificado el Fe metálico, son aquellas en las que el tiempo de reducción fue de 30 min, a las temperaturas de 800, 900, 1000 y 1100°C con los contenidos de biomasa de 10, 25, 35 y 50%.

---

## CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan y discuten todos los resultados obtenidos en el desarrollo de esta investigación. La primera parte, incluye la caracterización del bagazo de agave y del concentrado mineral. Posteriormente se presentan los resultados de reducción en polvos resaltando la influencia de las variables analizadas, siguiendo con la reducción de briquetas a las condiciones seleccionadas. Finalmente se presenta la discusión de la eficiencia del sistema en base al porcentaje de metalización.

### 4.1 Caracterización del bagazo de agave

Para evaluar el comportamiento del bagazo de agave, se caracterizó por diferentes técnicas que se discutirán a continuación.

#### 4.1.1 Análisis elemental.

El resultado obtenido del análisis elemental del bagazo de agave, se presenta en la Tabla 4.1. Se muestra el contenido de C, H, N, O y S obtenido para tres pruebas así como el valor promedio.

**Tabla 4.1.** Análisis elemental del bagazo de agave.

Elemento %	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
C	38.59	38.86	38.71	38.72 ± 0.13
H	5.18	6.2	6.02	5.8 ± 0.54
N	0.53	0.58	0.51	0.54 ± 0.03
O	54.51	53.95	55.23	54.56 ± 0.64
S	0.35	0.41	0.37	0.37 ± 0.03

Se aprecia que los elementos mayoritarios que se encuentran en el bagazo de agave son el carbón y el oxígeno con un porcentaje promedio de 38.72% y 54.56% respectivamente. El resultado de análisis elemental es similar al reportado por Liñan-Montes y col. [35]. También es importante mencionar que el contenido de N (0.54%) y S (0.37%) en el bagazo de agave es pequeño, lo cual evita emisiones de NO<sub>x</sub> y SO<sub>x</sub> durante el proceso de reducción. El contenido de N es menor al reportado para otras biomásas como residuos de palma[14] o ciprés japonés[17].

---

#### 4.1.2 Determinación de cenizas.

De acuerdo al análisis realizado para la determinación del contenido de cenizas en la biomasa, se obtiene un contenido promedio del 6.5% en peso (base seca). El análisis fue realizado por triplicado y los valores se encuentran reportados en la Tabla 4.2. Este resultado es muy similar al reportado por Iñiguez y col. [28], inferior al presentado por Liñan-Montes y col. [35] y ligeramente más alto al obtenido por Kestur y col. [36] para el bagazo de agave. Lo anterior se debe a que la composición está relacionada con la región de donde fue obtenida la biomasa. Por otro lado, al comparar el contenido de cenizas con respecto al de otras biomásas, el del bagazo de agave es aproximadamente la mitad con respecto a la biomasa que se deriva de residuos de palma [14]. Lo anterior muestra que el bagazo de agave es un buen candidato para ser usado en la reducción de minerales ferrosos debido al bajo contenido de cenizas que generaría durante el proceso incluso inferiores al carbón lignito[7].

**Tabla 4.2.** Porcentaje de cenizas en el bagazo de agave.

Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
6.02 %	6.93 %	6.55 %	6.5 % ± 0.45

#### 4.1.3 Determinación de humedad

Otro parámetro a considerar en la biomasa es el contenido de humedad. En la Tabla 4.3 se muestran los tres distintos valores de humedad obtenidos, teniéndose como valor promedio 11.253 % de humedad en la biomasa. El resultado se encuentra cercano al reportado por Kestur y col.[36] para bagazo de agave azul.

**Tabla 4.3.** Porcentaje de humedad en el bagazo de agave.

Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
11.34 %	10.25 %	12.17 %	11.25 % ± 0.96

#### 4.1.4 Contenido de materia volátil

La materia volátil se encuentra relacionada con el contenido de gases reductores que se obtendrán de manera directa durante el proceso de reducción. El análisis realizado reveló que el bagazo de agave contiene un promedio de 51.26% en peso de materia volátil.

En la Tabla 4.4 se muestran los valores obtenidos de las pruebas realizadas así como el promedio. El contenido de materia volátil del bagazo de agave es menor con respecto al obtenido por otros autores como Rashid y col.[10], Strezov [9] y Ueki y col.[16] que hacen reducción de óxidos de hierro con otros tipos de biomasa teniendo valores de 72.46, 80.7, y 82 % respectivamente. Sin embargo en el caso de la biomasa de residuos de palma se obtuvo un 15.32% [14] lo que es inferior al bagazo de agave.

**Tabla 4.4.** Contenido de materia volátil bagazo de agave.

Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
50.452 %	52.171 %	51.163 %	51. 26 % ± 0.8

#### **4.1.5 Contenido de carbón fijo**

La importancia del contenido de carbón fijo en una biomasa radica en que corresponde al porcentaje de biomasa que se puede aprovechar como combustible para lograr la reducción del mineral. El porcentaje de carbón fijo del bagazo de agave se obtuvo empleado la ecuación 3.4 descrita previamente. El resultado muestra que la biomasa contiene aproximadamente el 31% en peso de carbón fijo. Este valor es aproximadamente del doble en comparación con lo reportado por Rashid y col.[10], Strezov [9] y Ueki y col.[16], que llevan a cabo la reducción de óxidos de hierro con otros tipos de biomasa teniendo valores de 18.76, 12.5, y 17% respectivamente. Sin embargo este valor es inferior al reportado para residuos de palma que es de 62.69 % [14].

#### **4.1.6 Determinación de compuestos extraíbles**

A diferencia de otros tipos de biomasa, el bagazo de agave es un derivado del proceso de fermentación para la producción de miel de agave. Este proceso, permite la generación de compuestos como alcoholes y azúcares reductores entre otros, que pueden contribuir al proceso de reducción. El resultado del análisis realizado por triplicado se presenta en la Tabla 4.5 así como el valor promedio mostrando que el bagazo de agave contiene un 17.3 % de esos compuestos extraíbles.

**Tabla 4.5.** Análisis de extraíbles en el bagazo de agave.

Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
16.62 %	19.27 %	16.10 %	17.33 % ± 1.70

---

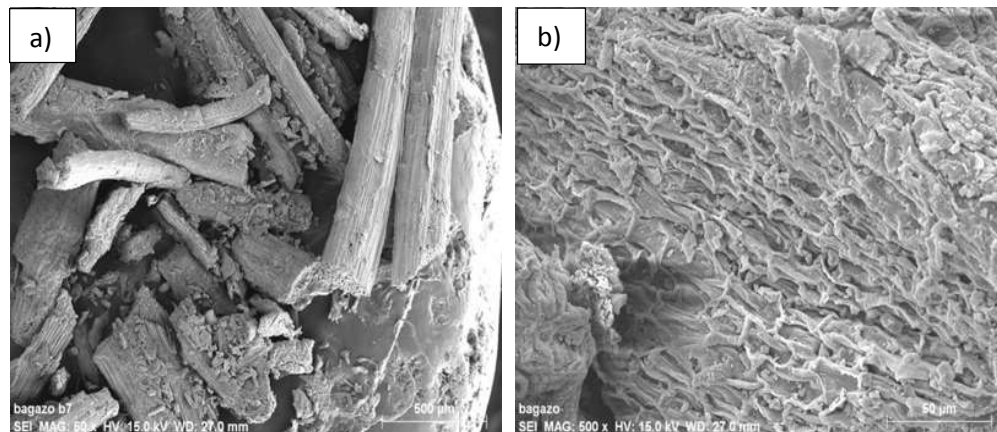
#### **4.1.7 Estimación del poder calorífico**

Como se presentó en el capítulo anterior, existen diferentes modelos que permiten la estimación del poder calorífico de biomásas en base a su composición. Las ecuaciones presentadas por Vargas-Moreno[37] pueden incluir solo uno de los componentes como lignina, holocelulosa y celulosa. Para el bagazo de agave, fueron empleadas todas las ecuaciones presentadas en la Tabla 3.1. Para poder evaluarlas, es necesario contar con la composición del bagazo de agave respecto a la lignina, hemicelulosa y celulosa. Esta fue tomada de la literatura. Saucedo-Luna y col.[38] cuantificaron estos componentes en un bagazo de agave de la misma región que el utilizado en este trabajo de investigación para la reducción de la magnetita. Los autores reportan que la celulosa es el componente mayoritario con un 42% seguido de la hemicelulosa con un 20% y en menor cantidad se encuentra la lignina con un 15%. Por otro lado, Velázquez-Valadez y col.[39] indican que el porcentaje de la holocelulosa es la suma del contenido de la celulosa y hemicelulosa, por lo que el contenido de holocelulosa en el bagazo de agave corresponde a 62% aproximadamente.

Los resultados del poder calorífico para las ecuaciones 3.6 a 3.8, que dependen de un solo componente como la lignina, holocelulosa o celulosa son de 17.95, 17.77, 17.82 MJ Kg<sup>-1</sup> respectivamente. Para las ecuaciones que dependen solo de dos componentes como la lignina y celulosa o lignina y holocelulosa son 17.30 y 16.69 MJ Kg<sup>-1</sup> respectivamente (ecuaciones 3.9 y 3.10) y por último el valor para la ecuación 3.11 que involucra los tres componentes (lignina, holocelulosa y celulosa) es de 16.81 MJ Kg<sup>-1</sup>. Como se puede apreciar, todas estas ecuaciones predicen resultados similares, por lo que se considera que el valor de poder calorífico se encuentra entre 16.69 y 17.95 MJ Kg<sup>-1</sup>. De acuerdo a lo presentado por Srivastava y col. [11] el poder calorífico del carbón mineral se encuentra en un rango de 13.8 – 36.8 MJ Kg<sup>-1</sup>. Por lo que el valor estimado para el bagazo de agave, es equiparable al de un carbón mineral y en consecuencia con este tipo de biomasa se puede llevar a cabo la reducción de la magnetita.

#### 4.1.8 Caracterización por microscopía electrónica de barrido

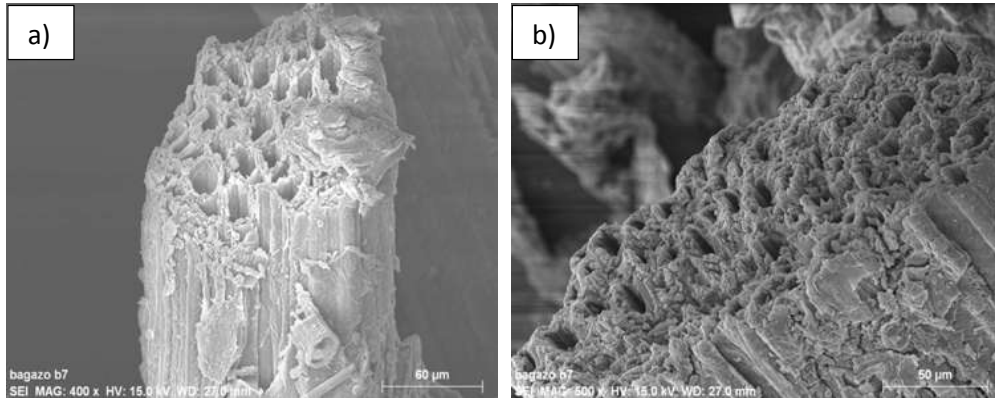
El bagazo de agave es un residuo que está compuesto de celulosa, hemicelulosa y lignina. Físicamente el bagazo de agave, es un material constituido principalmente por fibras largas de color amarillo-café y el residuo de la piña o cabeza del agave contiene además otro material que las recubre llamado matriz, que es el que le da la estructura a la parte central del agave. Las micrografías obtenidas para las fibras y su superficie se encuentran mostradas en la Figura 4.1.



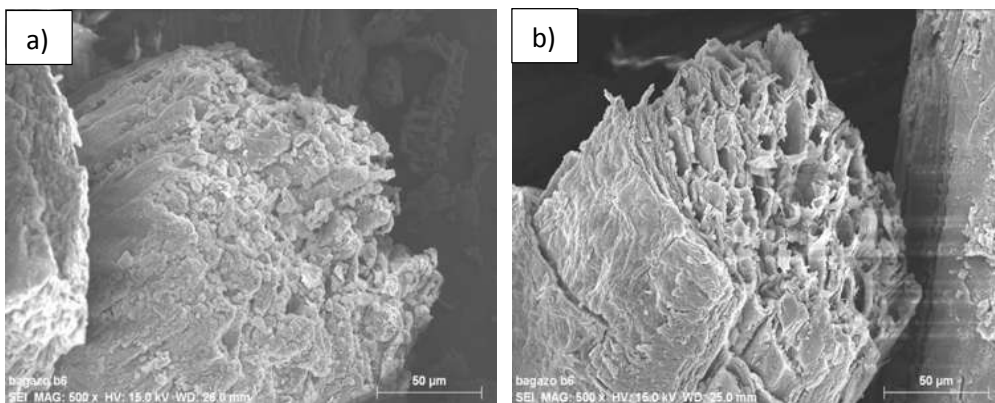
**Figura 4.1.** a) Fibras del bagazo de agave vistas en el MEB a 50x, b) Superficie de una fibra del bagazo de agave a 500x.

En la Figura 4.1 a), se aprecian algunas fibras de bagazo de agave las cuales tienen forma cilíndrica, en la Figura 4.1 b), se muestra la micrografía de la superficie de una fibra en la cual se puede describir como una superficie rugosa. Con la finalidad de evidenciar la presencia de la celulosa y la lignina en el bagazo de agave, este fue sometido a un tratamiento ácido con HCl y otro tratamiento básico con NaOH. En el caso del bagazo del agave tratado con NaOH es evidente el daño superficial que sufren las fibras. En este caso la lignina (matriz) es la fase que se descompone quedando expuesta la estructura celulosa en la que se ve claramente en las micrografías de la Figura 4.2 los huecos o poros.

Por otra parte, las imágenes de la Figura 4.3 corresponden a las fibras del bagazo de agave tratadas con HCl. En ellas es posible apreciar algunos defectos superficiales provocados por el tratamiento químico realizado. En este caso la parte que se ve afectada de la fibra es la celulosa, poniéndose en evidencia claramente un colapso total de los poros o huecos de la fibra.

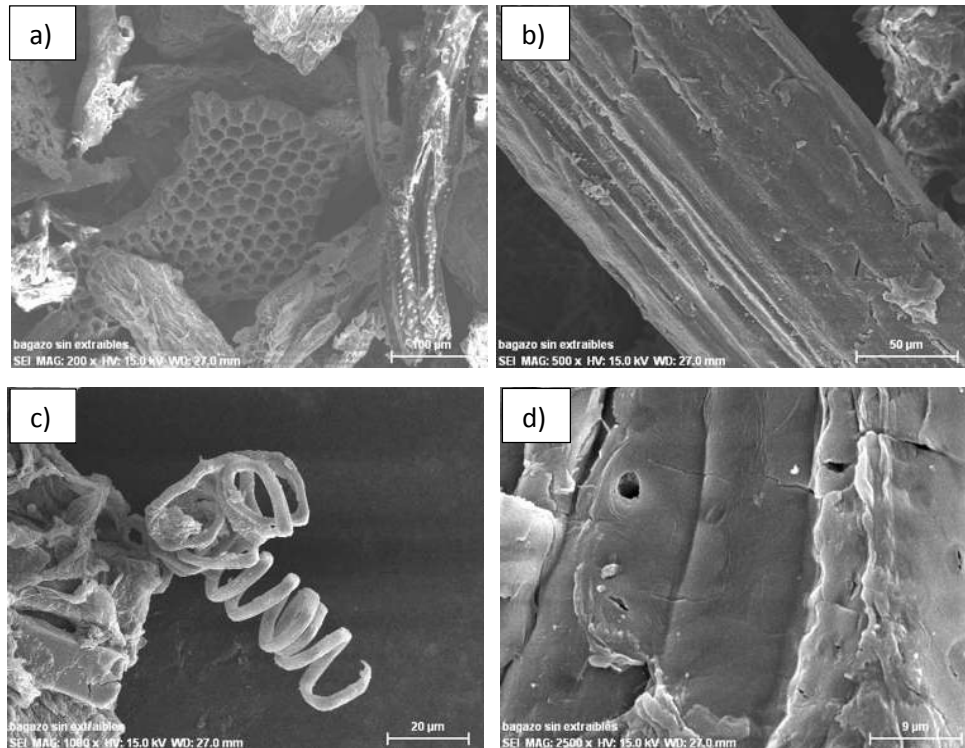


**Figura 4.2.** a) Fibras del bagazo de agave tratadas con NaOH vistas en el MEB a 400x, b) Sección transversal de una fibra de bagazo de agave a 500x.



**Figura 4.3.** Fibras de bagazo de agave tratadas con HCl vistas en el MEB a 500x.

En la Figura 4.4 se puede apreciar las superficies de las fibras del bagazo de agave después de la determinación de los componentes extraíbles. Se puede observar que las fibras están lisas o limpias en comparación con las micrografías de la Figura 4.1 donde se muestra la caracterización del bagazo de agave. Esto indica que las superficies de estas, están libres de los componentes eliminados por la acetona dejando solo la estructura de celulosa y lignina.

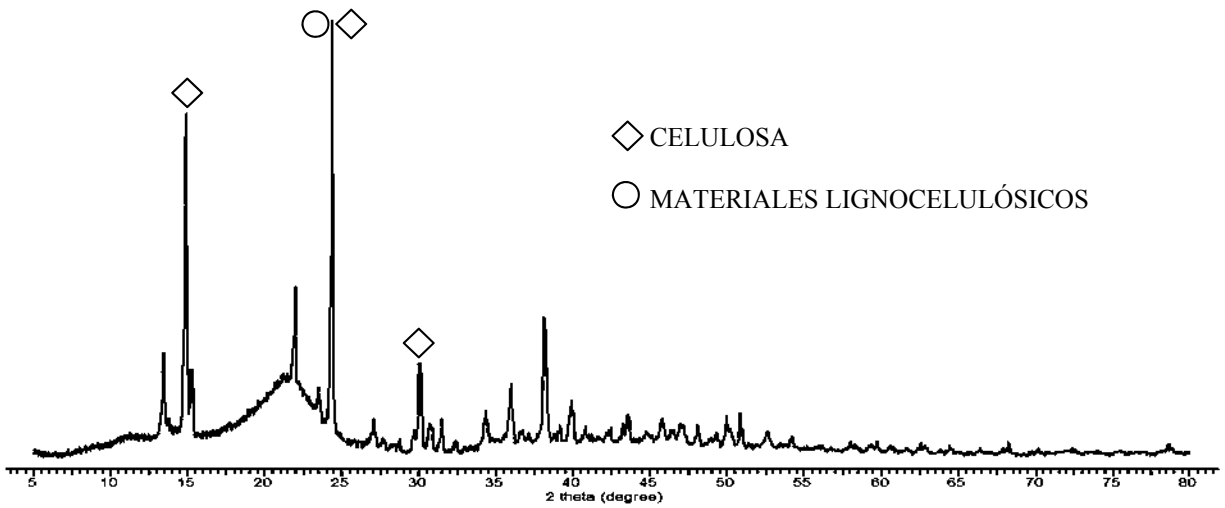


**Figura 4.4.** Bagazo de agave libre de extraíbles analizado en el microscopio electrónico de barrido a: a) 200x, b) 1000x, c) 500x y d) 2500x.

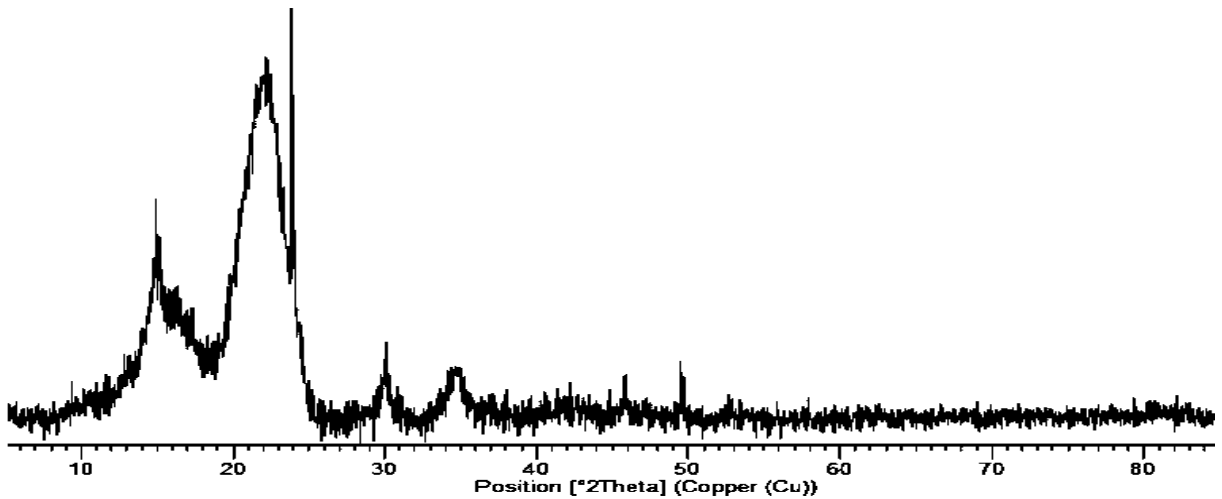
#### **4.1.9 Caracterización por difracción de rayos X (DRX)**

En la Figura 4.5 se muestra el difractograma de la muestra de bagazo de agave molido sin ningún tipo de tratamiento. De acuerdo a esta figura, se puede apreciar la presencia de varias señales siendo las presentadas en  $2\theta = 14.99^\circ$ ,  $24.5^\circ$  y  $30.5^\circ$  correspondientes a la celulosa, (uno de los componentes principales del bagazo) de acuerdo a lo reportado por Tronc y col.[40]. Por otro lado, Liñan-Montes y col.[35] reportan la presencia de una señal en  $24.4^\circ$  que se encuentra asociada a materiales lignocelulósicos. Por otra parte Vieira y col.[41] han reportado que el máximo cercano a  $20^\circ$ , se conoce como halo de Van der Waals. Este máximo aparece en el caso de materiales poliméricos y se debe a las fuerzas de van der Waals que se dan entre las cadenas poliméricas provocando un empaquetamiento, siendo este el caso de la estructura de la celulosa. Finalmente el difractograma obtenido para el bagazo de agave concuerda con lo reportado por Kestur y col.[36]. No obstante, no se han encontrado referencias en las que se haya reportado alguna señal que corresponda a la lignina o a otros componentes.

Por otra parte, en la Figura 4.6 se presenta el difractograma obtenido para el bagazo de agave libre de extraíbles. En este se puede notar la ausencia de algunos picos que son mostrados en el difractograma de la Figura 4. 5. Estos, pueden ser atribuidos al material extraíble que son constituyentes minoritarios como grasas, ceras, resinas, azúcares reductores, etc. Cabe mencionar que no se encontró reportado en la literatura ningún difractograma de bagazo de agave libre de extraíbles que permita su comparación con el obtenido en este trabajo.

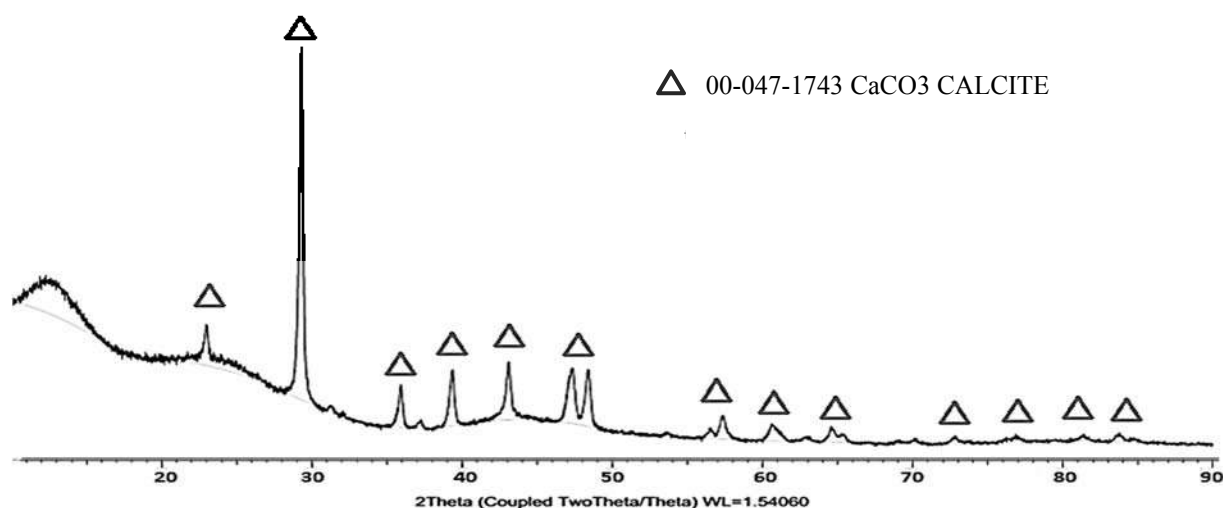


**Figura 4.5.** Difractograma de rayos X obtenido para el bagazo de agave molido.



**Figura 4.6.** Difractograma de rayos X obtenido para el bagazo de agave sin extraíbles.

Por otro lado, se sometió a análisis de difracción de rayos X, las cenizas del bagazo de agave que fueron calcinadas a 800 °C en una atmósfera inerte simulando el proceso de reducción. El resultado se presenta en la Figura 4.7, en la cual se ha hecho una identificación encontrando que corresponde a calcita ( $\text{CaCO}_3$ ).

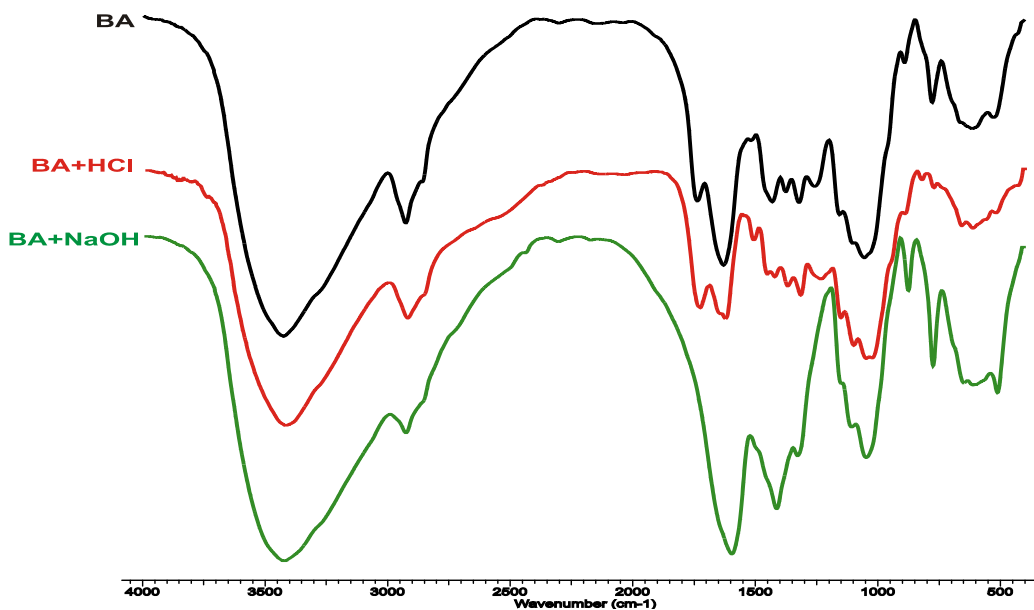


**Figura 4.7.** Difractograma de rayos X de las cenizas del bagazo de agave.

#### **4.1.10 Caracterización por Espectroscopía infrarroja (FTIR)**

Por otro lado, se hizo un análisis de infrarrojo a la biomasa (antes y después del tratamiento químico) para conocer las frecuencias de vibración de los principales grupos funcionales presentes en el bagazo y de su modificación posterior al tratamiento. En la Figura 4.8, se muestran los espectros obtenidos del bagazo de agave molido sin tratamiento y posterior al tratamiento químico (NaOH y HCl). Todos los espectros muestran señales que pueden ser atribuidas a los componentes celulosa y lignina, siendo menos evidentes para el caso de la hemicelulosa. El espectro que corresponde al bagazo de agave sin tratar (BA), muestra una banda ancha en  $3423\text{ cm}^{-1}$  que corresponde a la vibración de los grupos hidroxilos (O—H) de la celulosa, esta misma banda se puede apreciar en el bagazo tratado. También es posible observar una banda en  $1736\text{ cm}^{-1}$  que es atribuida a la vibración de enlace C=O de los grupos aldehídos presentes en la lignina. La lignina es insoluble en medios ácidos mientras que en presencia de un álcali como el NaOH es soluble. Como se aprecia en el espectro de infrarrojo que corresponde al

bagazo tratado con medio básico (BA+NaOH), la banda de  $1736\text{ cm}^{-1}$  desaparece debido a que la lignina es soluble en este medio.



**Figura 4.8.** Espectros de infrarrojo del bagazo de agave sin tratamiento BA (negro), tratado BA+HCl (rojo), tratado BA+NaOH (verde).

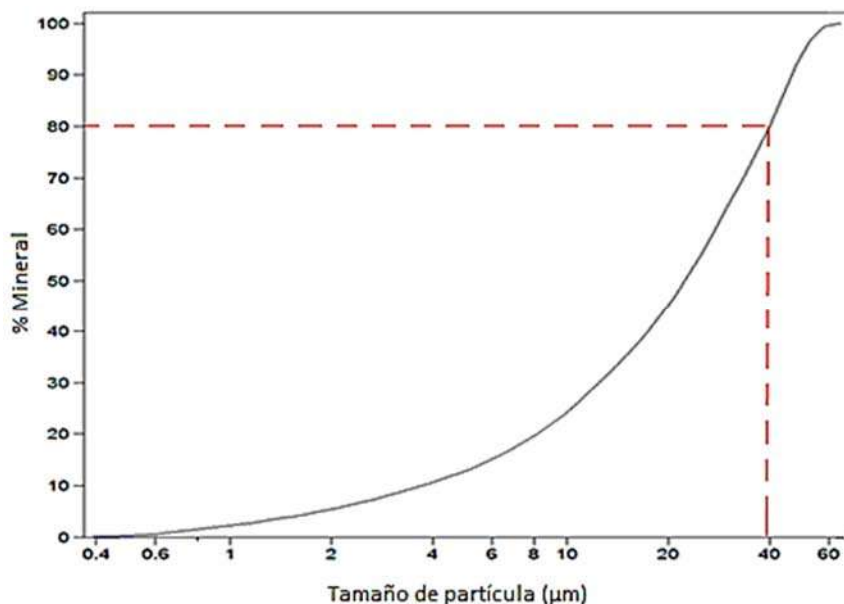
Otra banda asociada a la lignina, es la presente en  $1431\text{ cm}^{-1}$ , que al igual tiende a desaparecer en el espectro del bagazo tratado. Según lo reportado por Tronc y col.[40], la banda observada en  $1630\text{ cm}^{-1}$ , no suele asociarse a los componentes de las fibras, pero su presencia ha sido relacionada con el agua absorbida por materiales lignocelulósicos. Como se observa, esta banda aparece tanto en el espectro tratado como en el espectro sin tratar, aunque en menor medida cuando el bagazo ha sido tratado con HCl (BA+HCl). La celulosa contiene grupos metilos cuya frecuencia de vibración corresponde a la banda ubicada en  $2925\text{ cm}^{-1}$ , así como enlaces C—O de la estructura del anillo de la glucopiranososa (unidad repetitiva de la celulosa) con bandas en 1103, 1056 y  $893\text{ cm}^{-1}$ [42].

#### 4.2 Caracterización del concentrado mineral

Debido a que la fuente de óxidos de hierro, es un concentrado de mineral (magnetita) proveniente de la ciudad de Lázaro Cárdenas Michoacán de la empresa Mittal Steel, debe ser caracterizada previamente a la realización de los experimentos de reducción.

#### 4.2.1 Determinación del tamaño de partícula del concentrado mineral.

La determinación del tamaño de partícula del mineral es un factor importante en la reducción del mismo, ya que cuanto menor sea el tamaño de partícula del óxido de hierro más rápida es la velocidad de reacción e incrementa el grado de reducción. En la Figura 4.9 se muestra la granulometría obtenida para la muestra del concentrado mineral. El gráfico representa el volumen % (porcentaje acumulado) contra el diámetro de partícula, mostrando con una línea punteada el tamaño que tiene el 80% de las partículas analizadas ( $d_{80}$ ). Este tamaño corresponde a 39.78  $\mu\text{m}$  por lo que la biomasa fue molida y pulverizada hasta lograr un tamaño menor a 200  $\mu\text{m}$ , lo que permite que las partículas estén en contacto directo con el mineral durante la reducción.

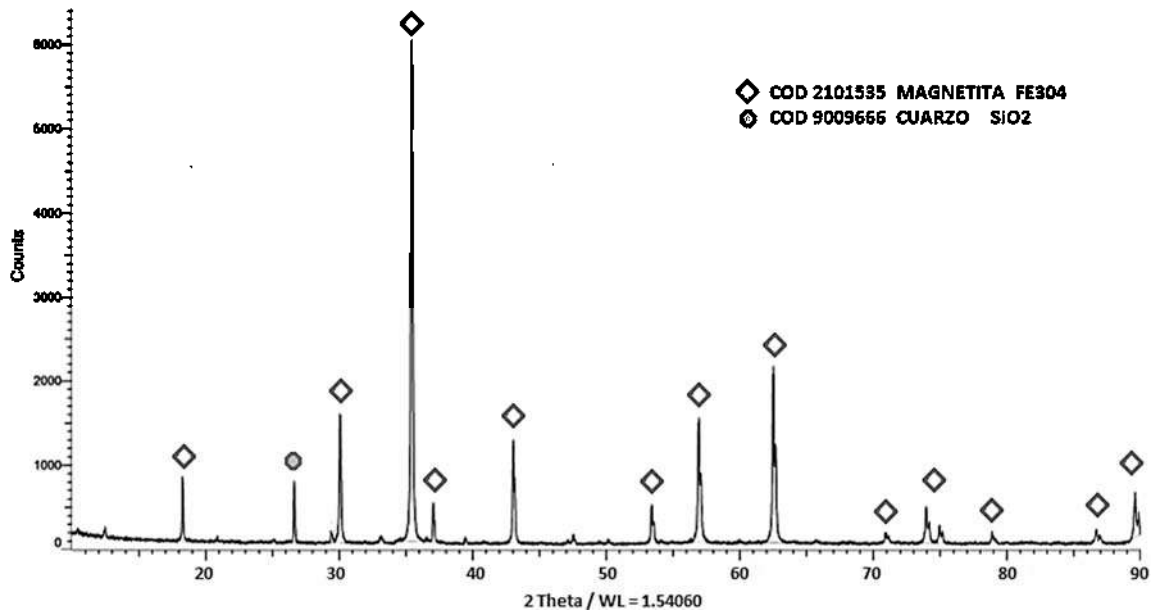


**Figura 4.9.** Distribución de tamaño de partícula en el concentrado mineral. La línea punteada corresponde al valor  $d_{80}$ .

Si bien, algunos autores como Pang y col. [19] han mostrado la influencia del tamaño de partícula, observando que a una misma temperatura, cuanto menor sea el tamaño de partícula del mineral, más rápida es la velocidad de reacción; en este caso no se dio un tratamiento adicional al mineral para disminuir su tamaño ya que se trata de un concentrado mineral empleado industrialmente. Por lo que el tamaño de partícula en este caso (39.78  $\mu\text{m}$ ) se considera como un tamaño de partícula adecuado para la reducción.

#### 4.2.2 Caracterización por difracción de rayos X (DRX)

Se caracterizó el concentrado mineral por difracción de rayos X para identificar el óxido presente. Como se muestra en la Figura 4.10, las señales obtenidas corresponden mayormente a magnetita.



**Figura 4.10.** Difracción de rayos X del mineral óxido de hierro.

En la literatura se han presentado diferentes materiales de partida siendo minerales de hematita y magnetita los más comunes. Algunos autores como Rashid y col.[10] y Yunus y col. [14] quienes utilizaron la hematita como mineral a reducir, mostraron en sus difractogramas algunas impurezas como la kaolinita y el cuarzo. Para este caso se encontró la presencia de cuarzo en la magnetita como impureza siendo similar a lo mostrado por los autores mencionados.

#### 4.2.2 Caracterización por fluorescencia de rayos X (FRX)

Se realizó un análisis del concentrado mineral (magnetita) mediante la técnica de Fluorescencia de rayos X. En la Tabla 4.6 se muestran los valores de los componentes como óxidos donde se observa que el de mayor proporción es la magnetita con un 92.9% seguido de algunas impurezas como el óxido de silicio (cuarzo) y óxido de calcio. El primero solo es identificado en el difractograma de la Figura 4.10, mientras que el óxido de calcio no se alcanza

identificar ya que el contenido en la muestra es cercano al 1% lo que corresponde al límite de detección de la técnica.

**Tabla 4.6.** Análisis del concentrado mineral (magnetita) mediante FRX.

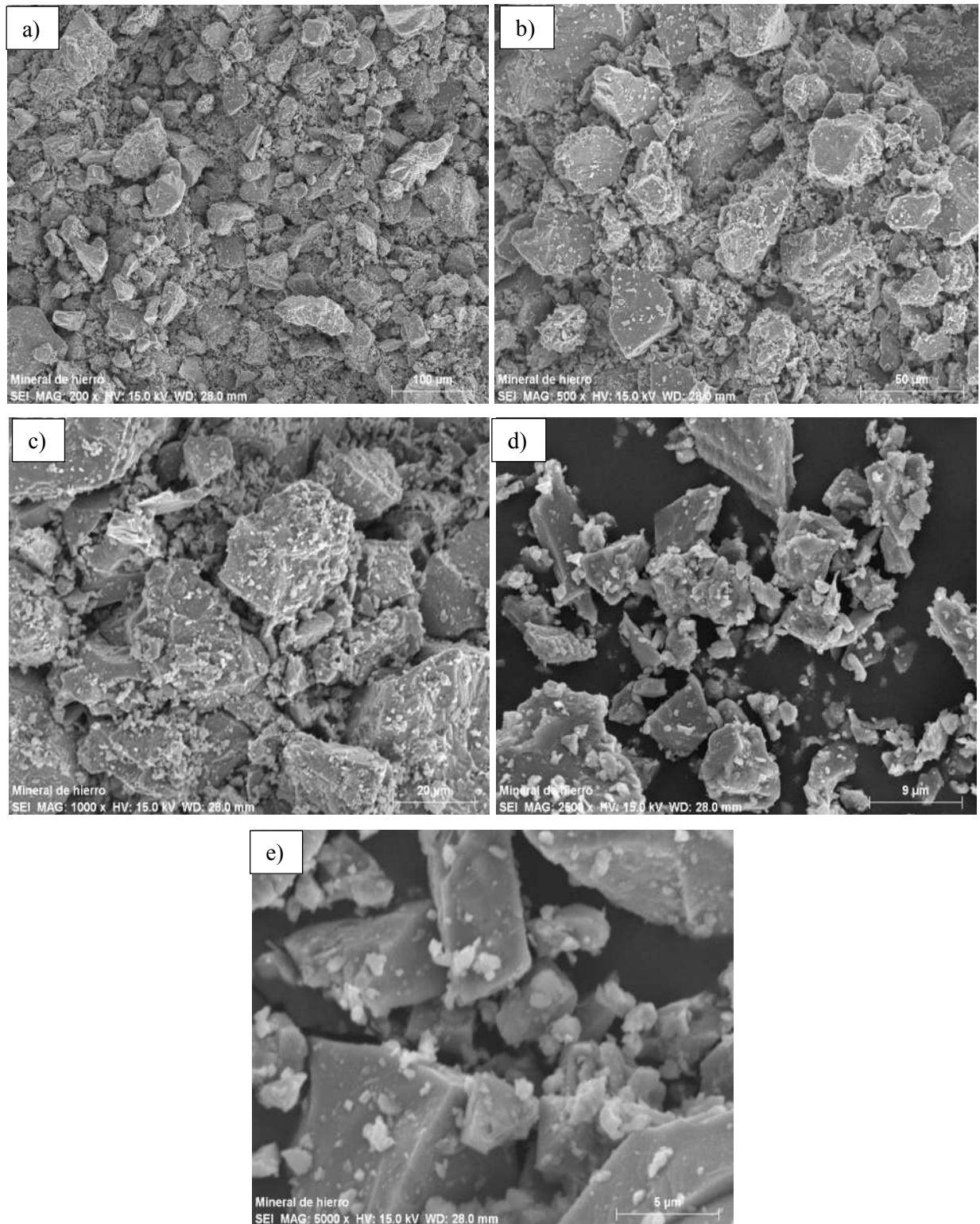
FRX	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub> (ppm)	K <sub>2</sub> O (ppm)	MnO (ppm)
<b>Magnetita</b>	92.9%	3.42%	1.34%	0.486%	0.420%	0.286%	883	535	482

La pureza en el mineral es un factor importante en la reducción como lo menciona Kazemi y col. [11]. Estos autores utilizaron hematita grado reactivo con dos diferentes porcentajes de pureza (95.9 y 99.5%) y encontraron los mejores resultados de la reducción con el mineral que contiene mayor pureza. No obstante, el mineral empleado en este trabajo es un concentrado industrial por lo que no se dio tratamiento adicional.

#### **4.2.3 Caracterización por microscopía electrónica de barrido (MEB)**

También se analizó la morfología de este mineral por MEB para obtener micrografías a 200, 500, 1000, 2500, y 5000x. Se puede observar en la micrografías presentadas en la Figura 4.11, que hay algunos granos que son de menor tamaño que otros (esencialmente en la micrografía a 2500 aumentos). Se observa que las superficies de los granos son de una superficie irregular tipo rocosa.

Adicionalmente se realizó un microanálisis EDS para las micrografías de 200, 500, 1000, 2500 y 5000x encontrándose en la magnetita como elementos en mayor proporción el hierro y el oxígeno con valores promedios de 72.784 y 20.401 % en peso respectivamente. Como elementos en menor proporción se encuentra el calcio, silicio y aluminio con valores promedio de 0.67, 0.66, 0.067 y 0.047 % en peso respectivamente (Tabla 4.7.)



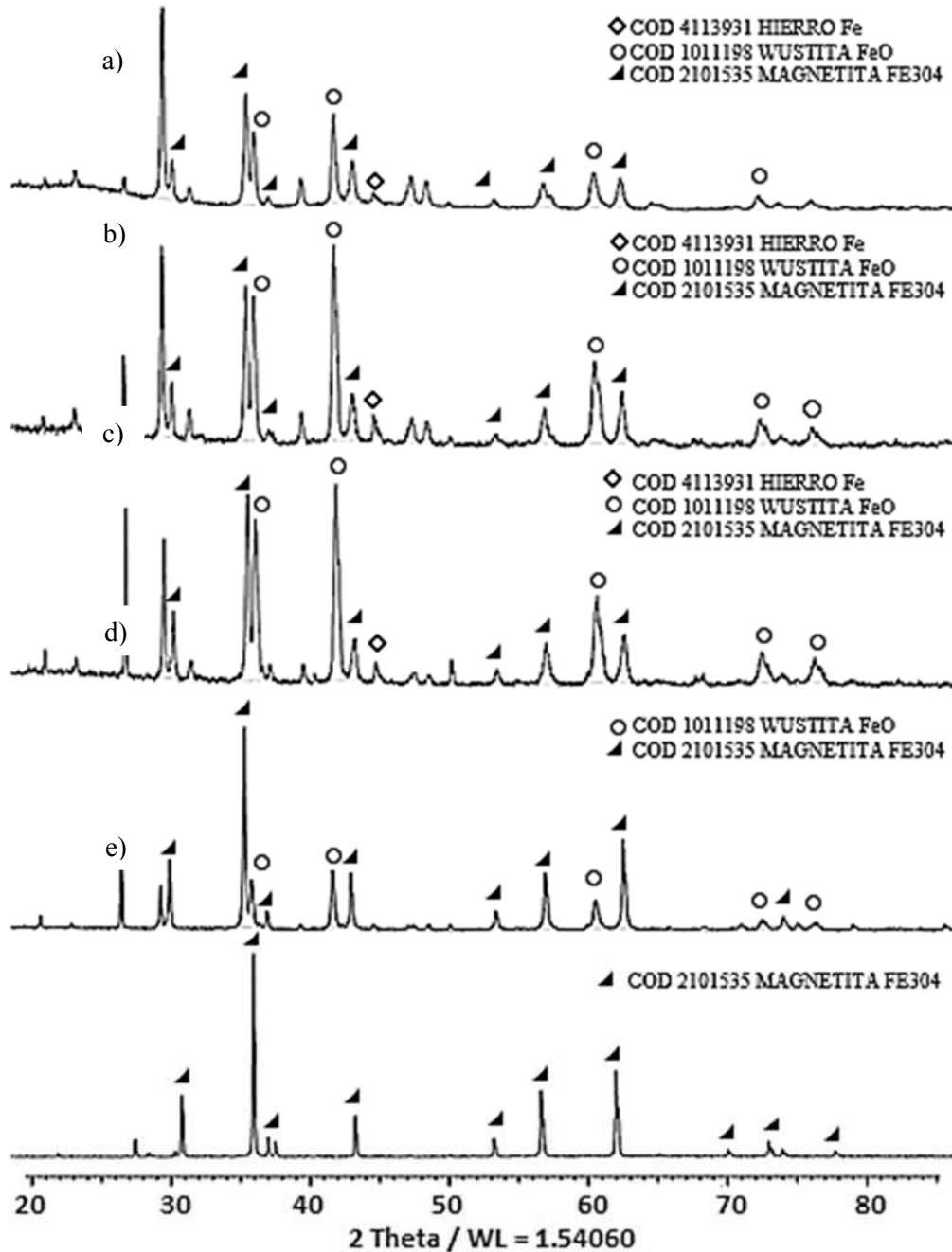
**Figura 4.11.** Concentrado de mineral analizado en el microscopio electrónico de barrido:  
a) 200x, b) 500x, c) 1000x, d) 2500x, y e) 5000x.

**Tabla 4.7.** Valores de porcentaje en peso de los elementos analizados mediante un EDS del concentrado mineral.

<b>Elemento</b>	<b>200x</b>	<b>500x</b>	<b>1000x</b>	<b>2500x</b>	<b>5000x</b>
Hierro (%)	80.580	78.94	79.94	59.19	65.27
Oxigeno (%)	17.756	13.604	18.253	27.806	17.002
Calcio (%)	0.657	0.744	0.65	0.4318	0.5604
Silicio (%)	0.885	0.535	0.888	0.357	0.256
Aluminio (%)	0.0168	0.528	0.115	0.125	0.0186

### **4.3 Reducción del concentrado mineral con biomasa**

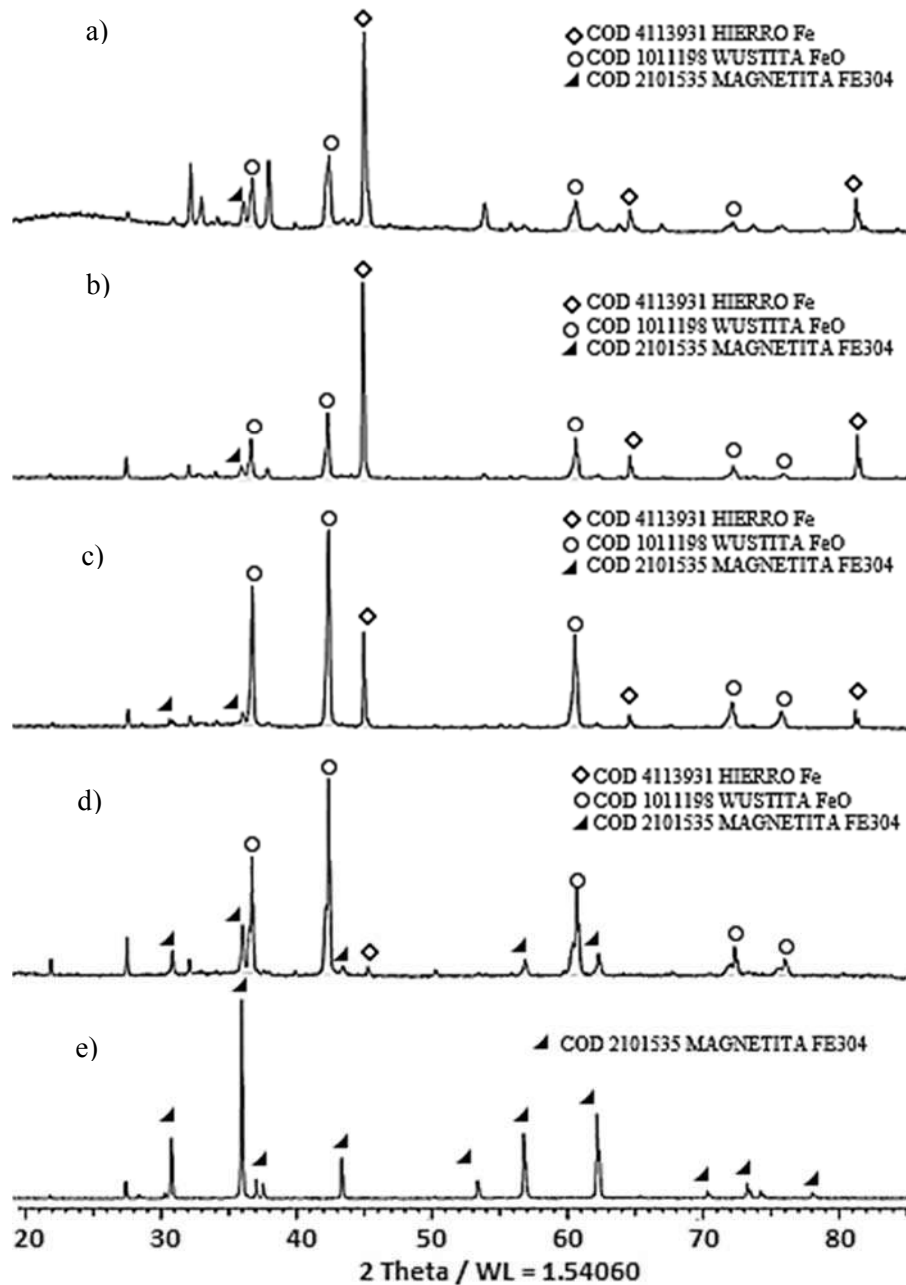
La reducción del concentrado mineral (magnetita) se llevó a cabo a 800, 900, 1000, 1100 y 1200 °C, con 45 minutos de permanencia y con una composición de 10, 25, 35 y 50% de biomasa respecto a la masa total (3 gramos). Posteriormente, las muestras se analizaron mediante DRX. Se comparó el proceso de reducción de magnetita usando biomasa y en ausencia del bagazo de agave para conocer su efecto. Para ello, se realizó un experimento sometiendo el mineral a las mismas condiciones de reducción sin biomasa. Los resultados obtenidos a una temperatura de 800°C se presentan en las Figura 4.12, en la que el difractograma (e) corresponde a la reducción del mineral sin bagazo de agave. Como se puede apreciar, este difractograma contiene picos asignados a magnetita, por lo que en ausencia de biomasa el mineral no sufre transformación. Esto se puede corroborar al comparar este difractograma con el reportado en la Figura 4.9 pudiendo constatar que no hay modificación. Para mostrar el efecto, se ha incluido el difractograma correspondiente en ausencia de biomasa en cada caso. Cuando se utiliza 10% de biomasa (Figura 4.11 d)) la magnetita se transforma parcialmente a wustita, pero al incrementar la biomasa a 25, 35 y 50 % (Figura 4.11 c), b) y a)) se aprecia que aparece la fase hierro. Bajo estas condiciones, solo hay reducciones parciales ya que todavía hay presencia de picos que evidencian la magnetita y wustita en todos los casos, por lo tanto a esta temperatura no hay una reducción completa.



**Figura 4.12.** Reducción de concentrado mineral a 800 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.

En la Figura 4.13, se presentan los difractogramas del mineral reducido a 900 °C. Cuando se utiliza 10% de biomasa (Figura 4.12 d)) se identifica un pico de hierro de intensidad muy baja pero con 25, 35 y 50 % de biomasa, (Figura 4.12 c), b) y a)) aparecen 3 picos de la fase hierro identificados con un rombo e incluso se logra observar que la intensidad de estos picos incrementa. Esto se relaciona con la cantidad de hierro metálico, es decir que a medida que

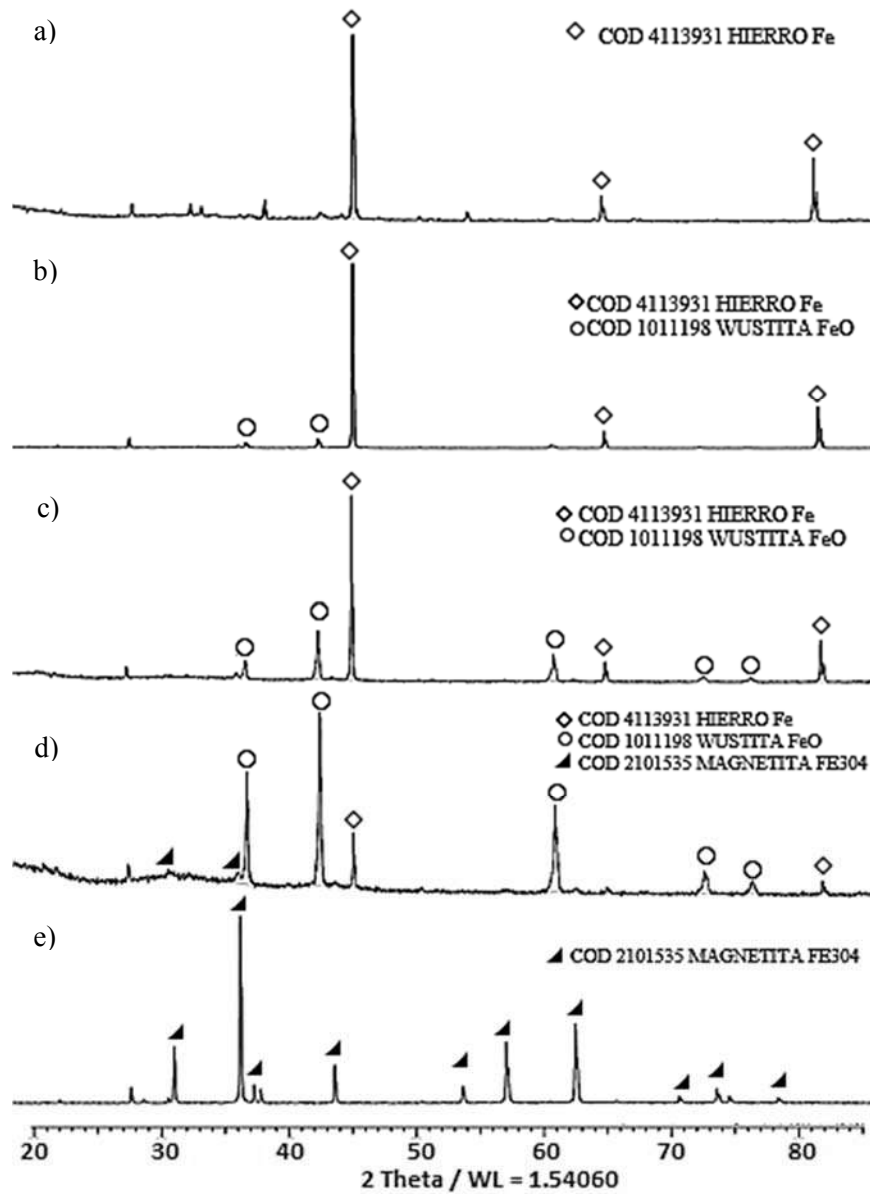
aumenta la cantidad de biomasa hay más carbón disponible para transformar el mineral en hierro. Bajo estas condiciones solo hay una reducción parcial ya que todavía hay presencia de picos que evidencian la presencia de magnetita y wustita en todos los casos.



**Figura 4.13.** Reducción de concentrado mineral a 900 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.

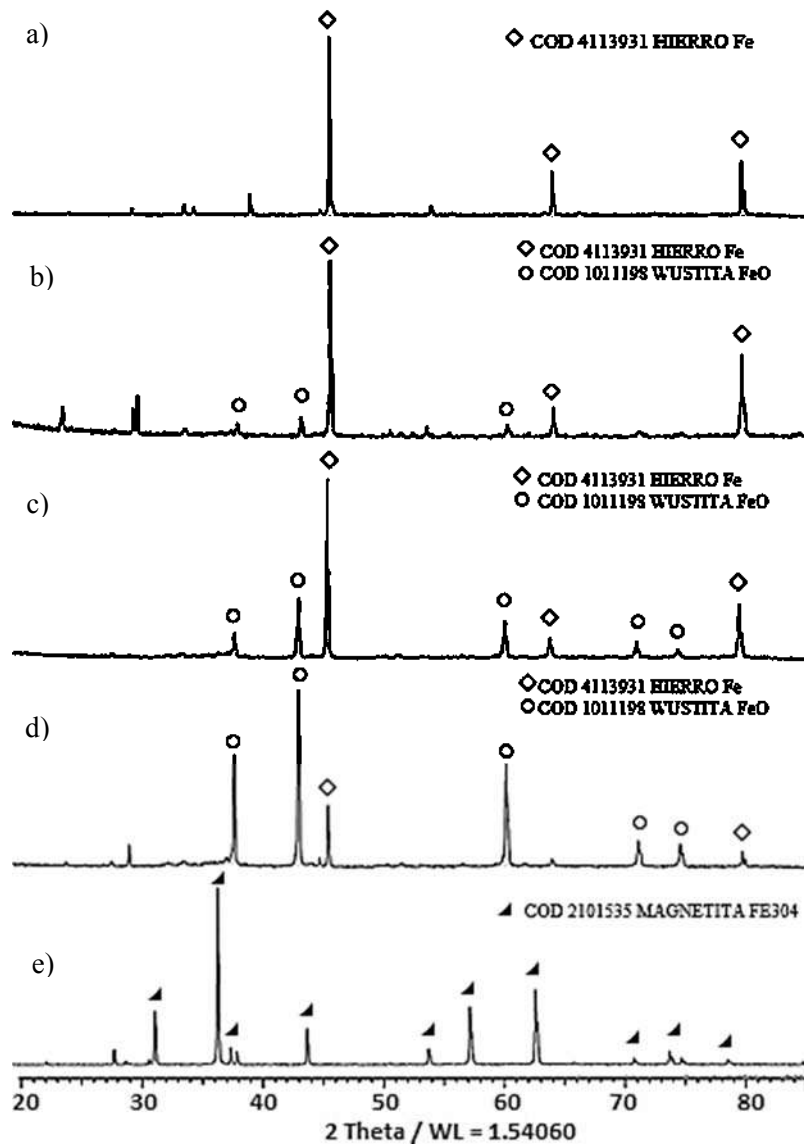
En la Figura 4.14, se muestran los difractogramas de la reducción a 1000 °C de las distintas relaciones mineral-biomasa. Se observa que con un 10% de biomasa (Figura 4.13 d)), la

presencia de magnetita es poco notable con picos de baja intensidad. Es notable la presencia de hierro bajo esta condición aunque la wustita es la fase predominante. Con 25% de biomasa (Figura 4.14 c)) aumenta la intensidad de las señales atribuidas al hierro y disminuyen la intensidad de los picos de la wustita. Con un 35% de biomasa desaparecen las señales atribuidas a la magnetita y disminuyen aún más los picos de wustita (Figura 4.13 b)) indicando esto que la cantidad de wustita ha disminuido. Finalmente con un 50% de biomasa la muestra se ha reducido totalmente a hierro.



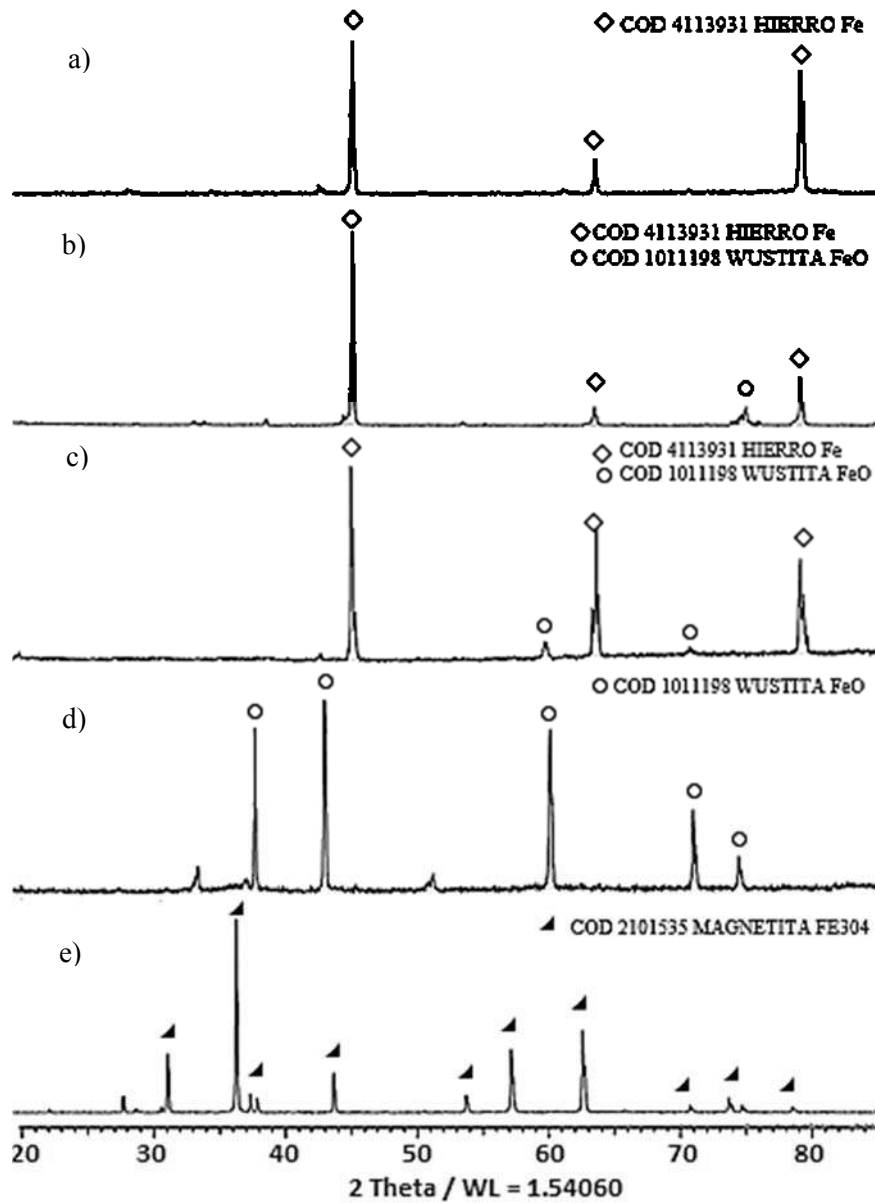
**Figura 4.14.** Reducción de concentrado mineral a 1000 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.

En la Figura 4.15, se muestran los difractogramas de otras 4 muestras que fueron reducidas a 1100 °C. En los difractogramas se puede observar claramente que cuando se emplea un 10, 25 y 35% de biomasa (Figura 4.15 d), c) y b)) la magnetita se reduce a dos fases diferentes: wustita y hierro, logrando bajo estas variables solo una reducción parcial. Como se ha dicho anteriormente, la intensidad de los picos está relacionada con la cantidad de esas fases en cuestión, por lo tanto bajo estas condiciones, la cantidad de wustita disminuye y la cantidad de hierro aumenta. En la Figura 4.15 d) se observa que cuando se utiliza 50% de bagazo de agave se logra reducir totalmente el mineral a la fase hierro.



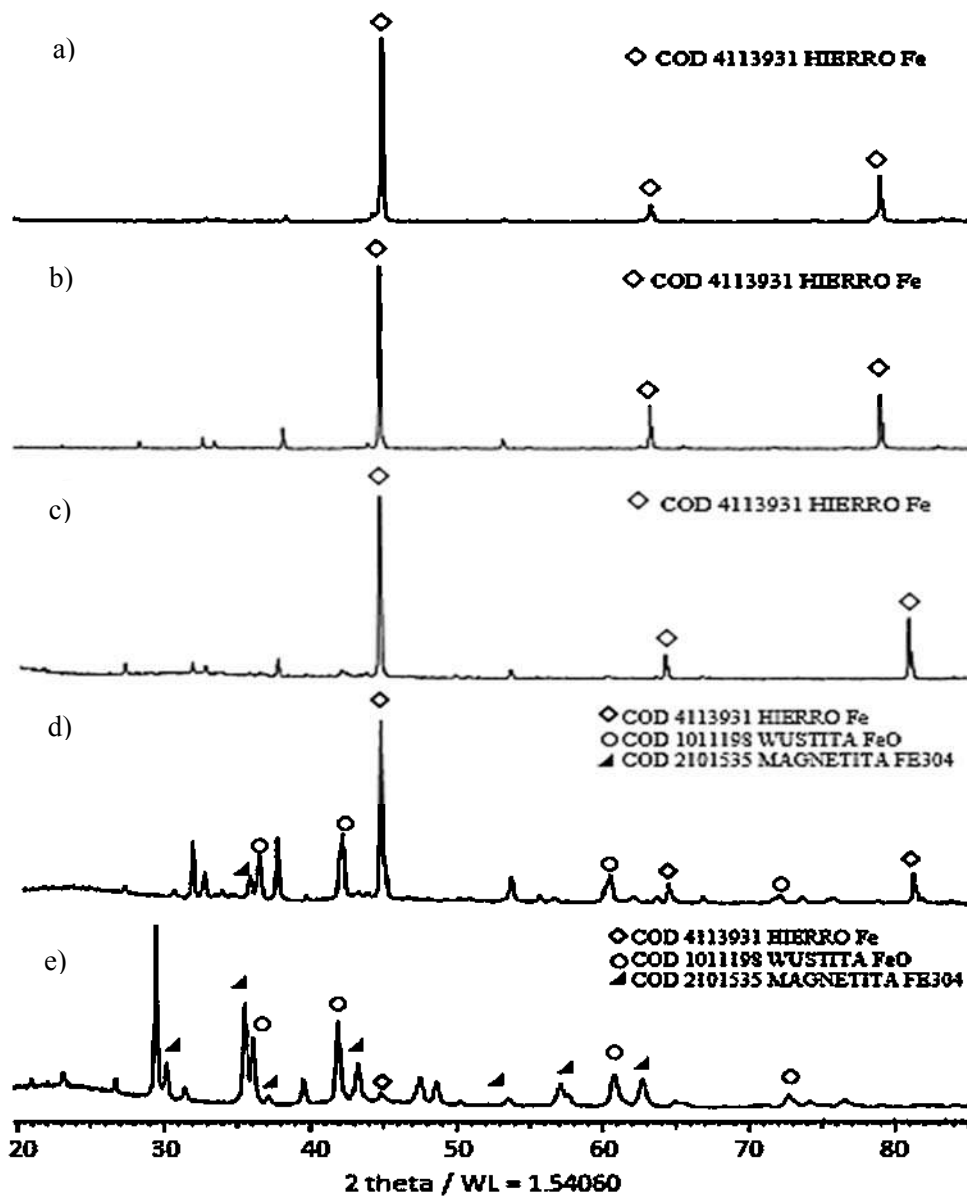
**Figura 4.15.** Reducción de concentrado mineral a 1100 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.

En la Figura 4.16, se muestran los difractogramas de las últimas 4 muestras que fueron reducidas a 1200 °C con un tiempo de permanencia de 45 minutos. Se puede observar claramente en la Figura 4.16 d), que con 10 % de biomasa el mineral es totalmente wustita pero ya con un 25, 35 y 50% de biomasa se encuentra el hierro metálico (Figura 4.16 c), b) y a)). Consecuentemente, en este caso se muestra la presencia wustita con picos de intensidad estrechamente bajos. Finalmente con un 50% de biomasa se logra reducir la magnetita totalmente.



**Figura 4.16.** Reducción de concentrado mineral a 1200 °C con 45 minutos de permanencia usando a) 50% biomasa, b) 35% biomasa, c) 25% biomasa, d) 10% biomasa, e) sin biomasa.

Como se pudo apreciar en los difractogramas anteriores, el mayor grado de reducción se alcanza cuando se utiliza un 50 % de biomasa en relación al peso total. Para observar la influencia que tiene la temperatura en el proceso de reducción de la magnetita, se muestra la comparativa de todos los difractogramas en donde se utilizó un 50 % de biomasa (Figura 4.17). Como se muestra en la Figura 4.17, a temperaturas de 1000, 1100 y 1200 °C, la magnetita es reducida totalmente, a 800 y 900 °C hay una reducción parcial.



**Figura 4.17.** Reducción de concentrado mineral usando 50% de biomasa con 45 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 1200, b) 1100, c) 1000, d) 900 y e) 800°C.

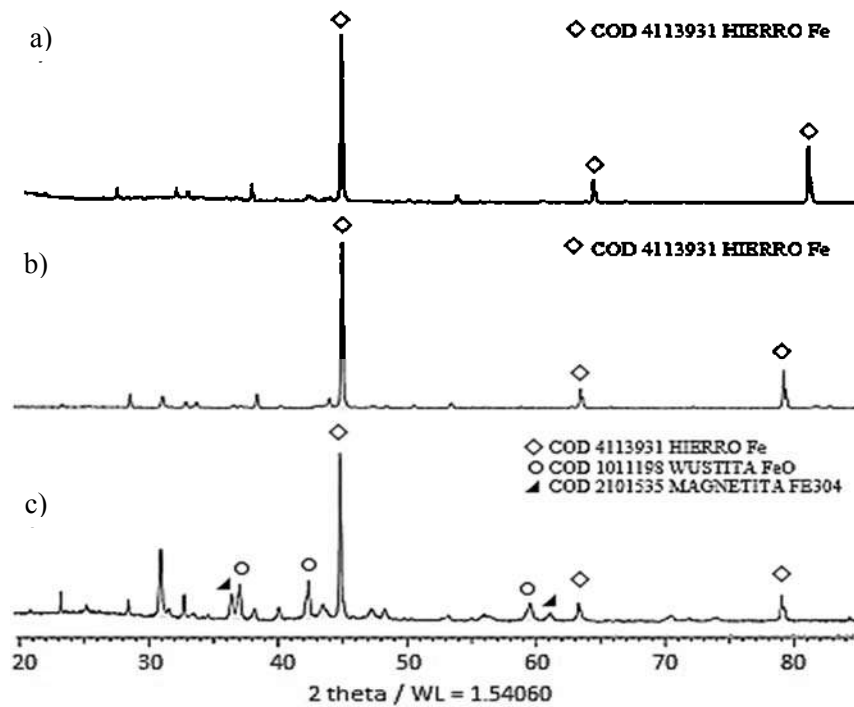
En la Tabla 4.8, a manera de resumen de las figuras anteriores, se muestran las fases que hay presentes a las distintas temperaturas de reducción y porcentajes de biomasa de acuerdo a los difractogramas. Es notable que a partir de los 1000°C y con 50 % de biomasa se obtiene hierro y para las otras condiciones solo hay reducciones parciales.

**Tabla 4.8.** Fases magnetita (M), wustita (W) y hierro (Fe) presentes en la reducción a las distintas temperaturas y porcentajes de biomasa.

Temperatura	10% biomasa	25% biomasa	35% biomasa	50% biomasa
800 °C	M – W	M – W – Fe	M – W – Fe	M – W – Fe
900 °C	M – W	M – W – Fe	M – W – Fe	M – W – Fe
1000 °C	M – W – Fe	W – Fe	W – Fe	Fe
1100 °C	W – Fe	W – Fe	W – Fe	Fe
1200 °C	W	W – Fe	W – Fe	Fe

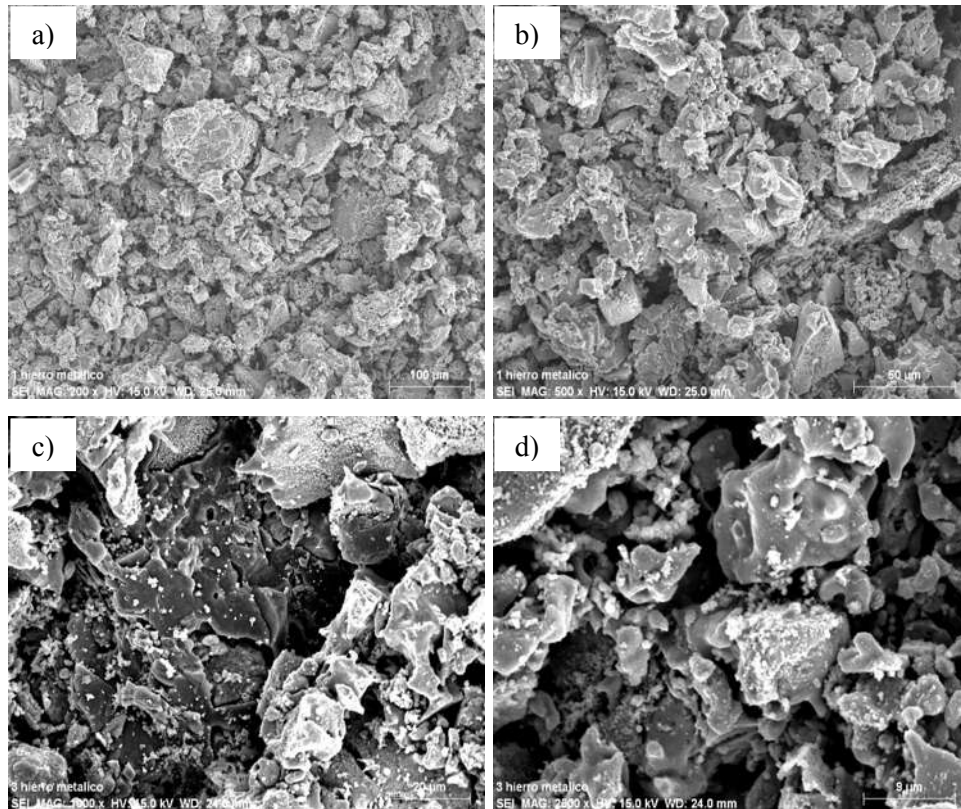
Para evaluar la influencia que tiene el tiempo de permanencia en la reducción, se hicieron reducciones con 50% de biomasa pero con distintos tiempos de reducción (45, 30 y 15 minutos) a 1000 °C ya que esta temperatura se considera como la temperatura óptima para reducir la magnetita usando el bagazo de agave. El resultado se muestra en la Figura 4.18. En este caso, se logra evidenciar mediante los difractogramas que con un tiempo de reducción de 15 minutos la reducción es incompleta, pero con 30 y 45 minutos la reducción de la magnetita se suscita completamente. Con este resultado, se concluye que la reducción de magnetita usando bagazo de agave en un 50%, no requiere de tiempos superiores a los 30 min. Este tiempo se encuentra muy por debajo del reportado por Narcin y col. [8] quienes requieren de un tiempo de 90 min y 1000°C para lograr la reducción a Fe metálico en un 90%. Por su parte Yunus y col. [14] han mostrado que requieren de 120 min para la reducción parcial del mineral de hierro empleado. Por lo que el resultado obtenido con el bagazo de agave es mejor al reportado en la literatura.

Se puede apreciar además en la Figura 4.18, que algunos picos no identificados en todos los difractogramas presentados anteriormente son atribuidos a algunas impurezas como: el cuarzo (SiO<sub>2</sub>), óxido de calcio (CaO) y calcita (CaCO<sub>3</sub>), que se encuentran presente en el mineral o bien como esta última, en las cenizas del bagazo de agave.



**Figura 4.18.** Reducción de magnetita en función del tiempo con 50 % biomasa en relación al peso (3gr) a 1000 °C. a) 45 minutos, b) 30 minutos, c) 15 minutos.

Posteriormente se analizó por microscopía electrónica de barrido, la morfología de las muestras que fueron reducidas a 1000°C con 50% de biomasa y 30 minutos de reducción. En la Figura 4.19 se muestran las micrografías obtenidas a diferentes magnificaciones. Se puede notar en las Figuras 4.19 a) b) que estas micrografías son muy claras y presentan una tonalidad muy ceniza o grisácea ya que se puede decir que los granos del mineral están cubiertos por residuos de la biomasa como son las cenizas que se generaron por la temperatura de reducción y algunas impurezas del mineral. En comparación con las micrografías en donde se caracteriza solo el mineral (Figura 4.11) se observa que a 1000 y 2500 aumentos (Figura 4.19 c) y 4.19 d)) hay un contraste de color lográndose observar que la superficie de los granos tienen un semblante de deformación o aspecto de sinterizado.



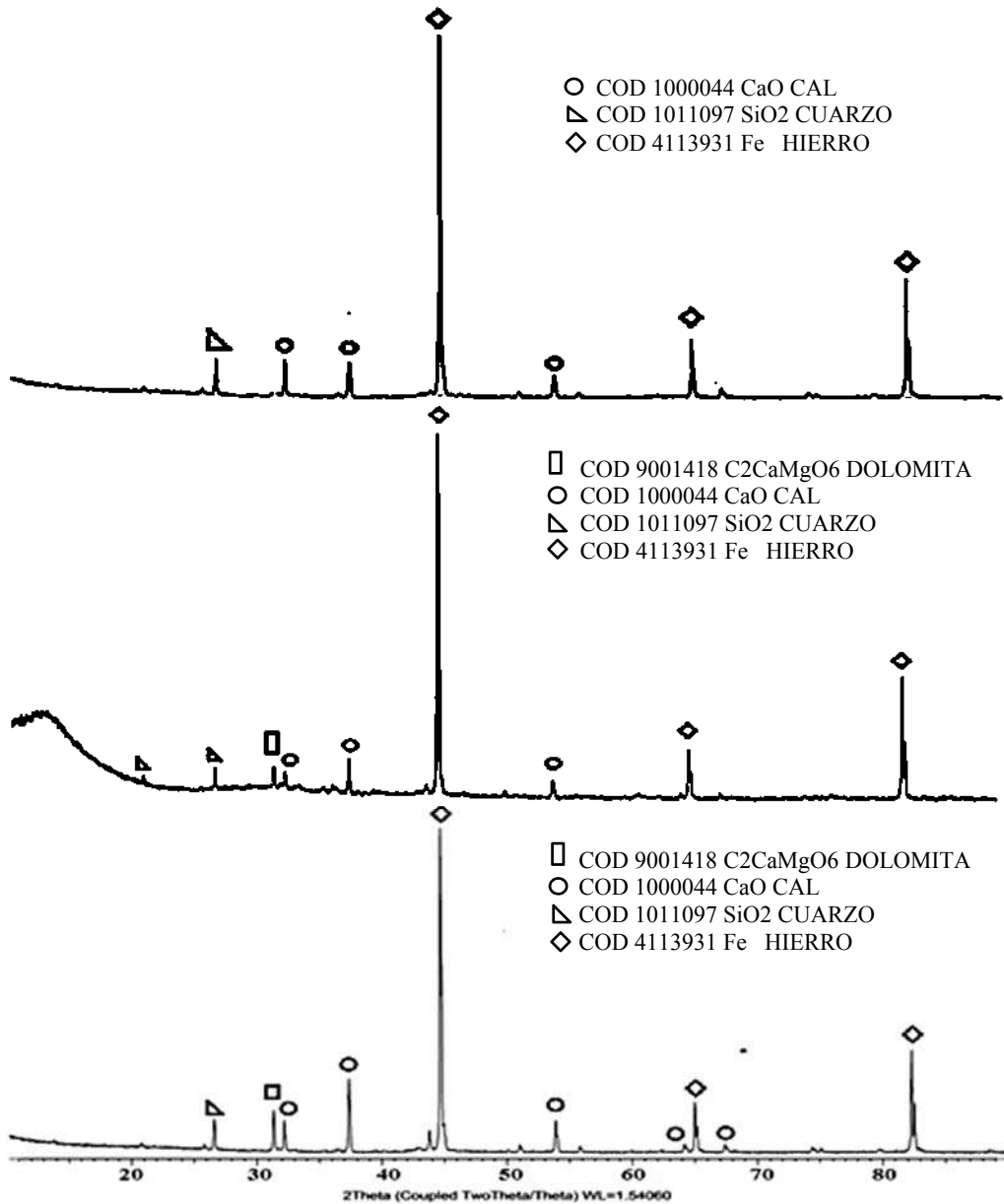
**Figura 4.19.** Análisis de microscopía electrónica de barrido de las muestras reducidas a 1000°C con 50% de biomasa y 30 minutos de reducción: a) 200x, b) 500x, c) 1000x y d) 2500x.

#### 4.4 Reducción de briquetas

Se elaboraron briquetas con distintas presiones de compactación (50-1500 Kg cm<sup>-2</sup>). No obstante, para presiones inferiores de 1500 Kg cm<sup>-2</sup>, el mineral y la biomasa no se logran compactar lo suficiente por lo que las briquetas son inconsistentes. Las briquetas preparadas a 1500 Kg cm<sup>-2</sup> fueron las empleadas para el proceso de reducción. En base a los resultados de reducción de polvos, las condiciones seleccionadas fueron: 1000 °C, 30 minutos de permanencia y un 50% de biomasa.

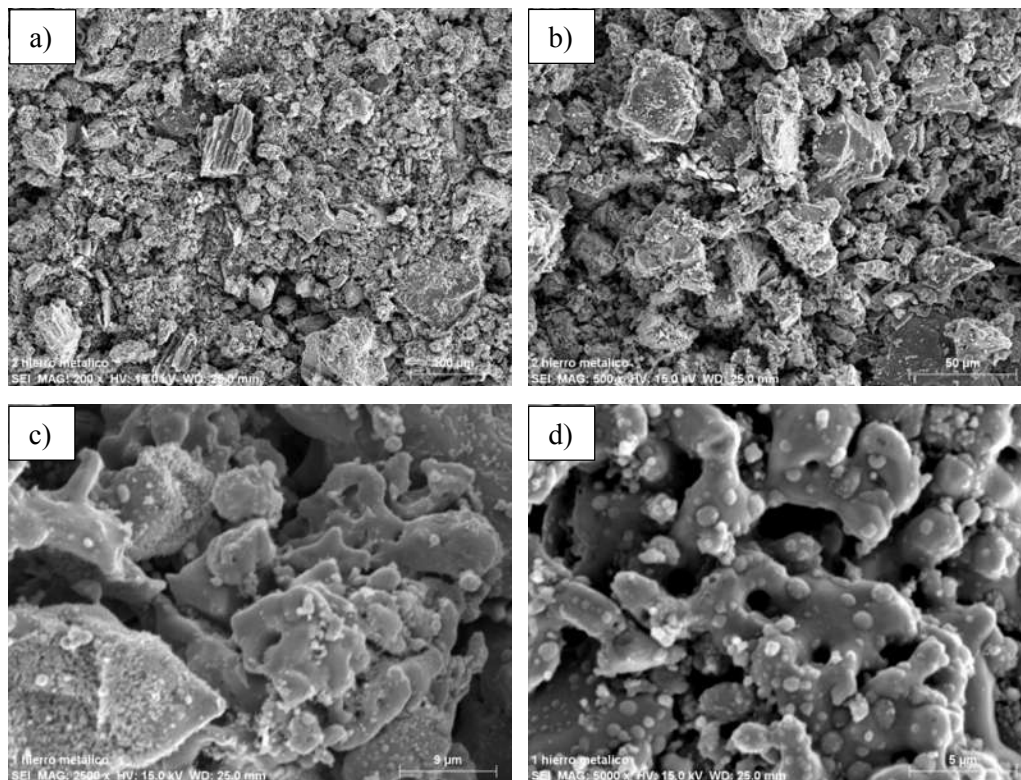
Se realizaron tres experimentos de manera independiente para evaluar la reproducibilidad del resultado y una vez que las briquetas fueron reducidas, se colocaron en un desecador para evitar la reoxidación. Posterior a la reducción, se hizo un análisis de DRX de las briquetas reducidas.

En las Figura 4.20 se exponen los difractogramas de las briquetas que fueron reducidas. Como se aprecia, todos los difractogramas son similares y no hay cambios significativos en los resultados, lo que verifica que el resultado es equivalente al obtenido en polvos. En todos los casos se identifican picos de hierro metálico, lo cual indica que hay una reducción total de la magnetita a hierro metálico. Los componentes como el cuarzo y la cal identificados se consideran como impurezas que se encuentran en el mineral y las cenizas del bagazo.



**Figura 4.20.** DRX de las briquetas reducidas (50 % biomasa, 1000 °C y 30 min. de reducción).

Posteriormente se analizaron las muestras mediante microscopia electrónica de barrido. Se puede observar en las micrografías (Figura 4.21) que hay algunos granos que son de menor tamaño que otros y la superficie de estos es irregular tipo rocosa, pero a medida que aumenta las magnificaciones (2500 y 5000x) se observa que hay una mayor superficie de aspecto derretido en comparación con las micrografías de las muestras reducidas en polvo (Figura 4.19) deduciendo que hay una mayor unión de las partículas de hierro por la temperatura de reducción y principalmente debido a la compactación (mayor contacto entre las partículas).



**Figura 4.21.** Análisis de microscopia electrónica de barrido de las briquetas reducidas totalmente a hierro metálico: a) 200x, b) 500x, c) 2500x y d) 5000x.

Se realizó la cuantificación de hierro mediante la técnica de fluorescencia de rayos X de las tres briquetas que fueron reducidas bajo las condiciones óptimas anteriormente mencionadas, encontrando los siguientes valores que se muestran en la Tabla 4.9. En base a los difractogramas presentados anteriormente, es posible decir que el Fe cuantificado por FRX corresponde a hierro metálico. Los valores del hierro de las tres muestras reducidas (briquetas) son de 90.4, 87.1, 89.7 % de la muestra 1, muestra 2 y muestra 3 respectivamente, obteniéndose como valor promedio un  $89\% \pm 1.74$ , lo cual indica que hay una conversión de magnetita a hierro metálico elevada.

Por otro lado, relacionando los resultados de FRX con los de DRX se puede mencionar que los elementos menores a 1% (Tabla 4.9) no son detectados por DRX por lo tanto solo el silicio y calcio aparecen en el difractograma de las briqueta que fueron reducidas con las variables óptimas (Figura 4.20).

**Tabla 4.9.** Valores de los elementos analizados mediante FRX de las briquetas reducidas.

FRX	% Fe	% Ca	% Si	% Mg	% Al	% P	% S	Ti (ppm)	Mn (ppm)	Sr (ppm)
<b>Briqueta 1</b>	90.4	3.77	2.63	1.45	0.682	0.503	0.387	542	505	210
<b>Briqueta 2</b>	87.1	5.23	2.87	1.13	0.578	0.452	0.550	577	553	358
<b>Briqueta 3</b>	89.7	3.53	2.62	0.639	0.504	0.456	0.359	615	601	215

Dado que la preparación de briquetas no implicó el uso de un aglutinante, su influencia deberá ser evaluada para mejorar el resultado de la compactación.

#### 4.5 Porcentaje de metalización

Como lo han evidenciado los resultados anteriormente descritos, el bagazo de agave es capaz de lograr la reducción de magnetita a Fe metálico a una temperatura de 1000 °C usando un 50% de biomasa. Además se ha mostrado que el tiempo óptimo para la reducción es de 30 min. Los resultados de caracterización (DRX y MEB) de las muestras reducidas a 30 min en función de la temperatura, se presentan en la figura 4.22 y 4.23. Es importante remarcar que el resultado obtenido para estas muestras concuerda con los resultados anteriormente mostrados, en los que un incremento en la temperatura se traduce en un aumento con la reducción de magnetita. Tanto para el caso de 1000 y 1100°C, se aprecia una reducción completa del mineral. No obstante, estas técnicas de caracterización ofrecen información cualitativa. Para mostrar la capacidad del bagazo de agave, es relevante poder evaluar la eficiencia del sistema tanto en función de la temperatura como del contenido de biomasa. Para ello, se ha evaluado el porcentaje de metalización usando la ecuación 3.13 a un tiempo de reducción constante de 30 min para las distintas temperaturas de reducción.

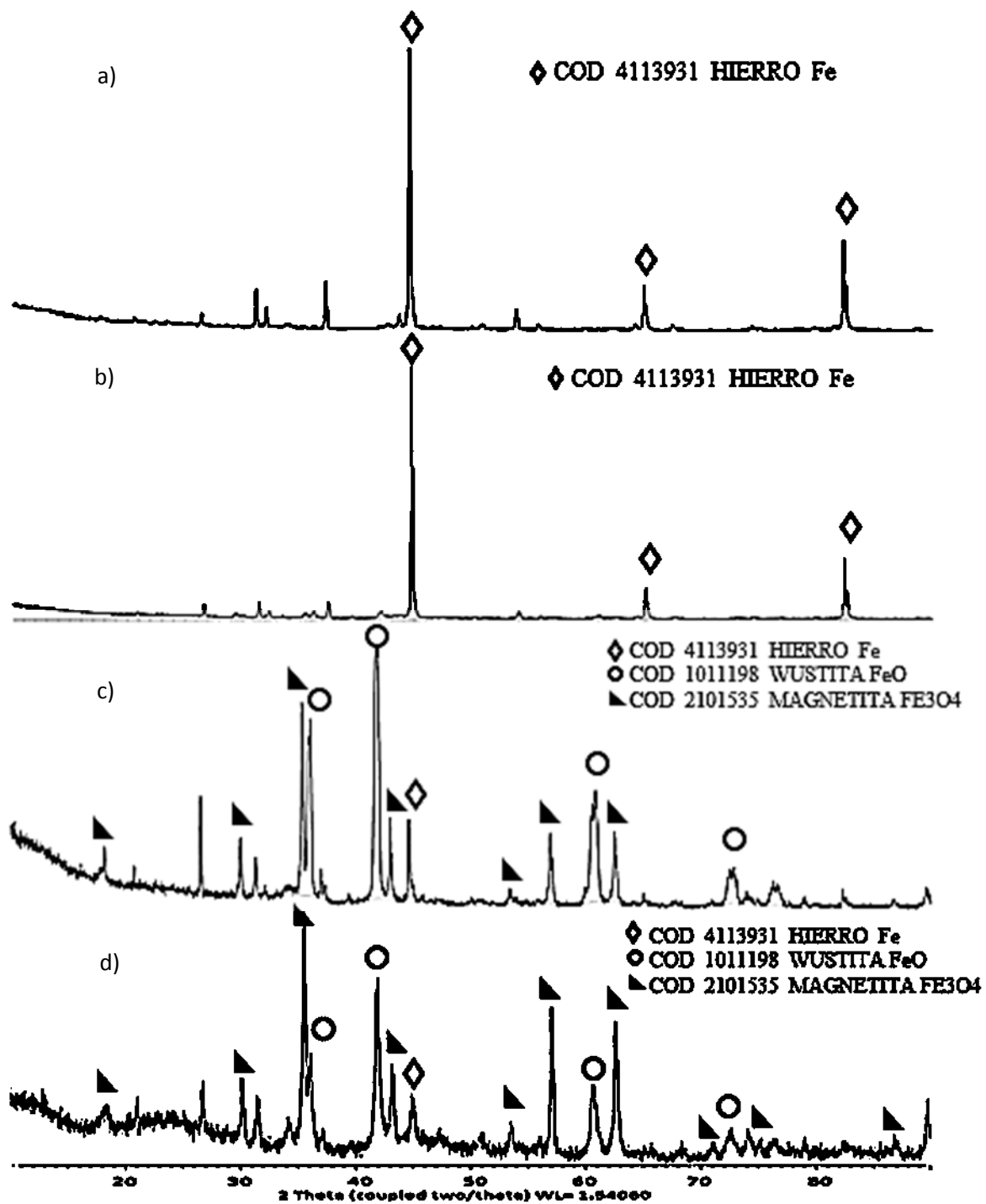
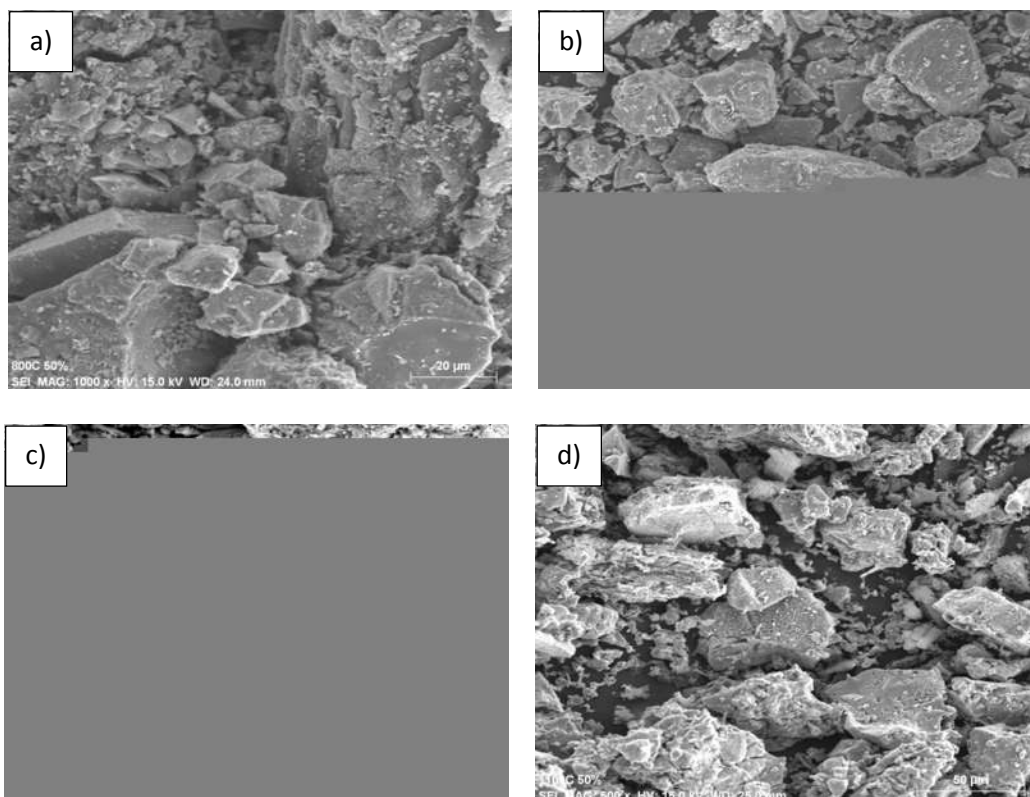


Figura 4.22. Difractogramas de la reducción de concentrado mineral usando 50% de biomasa con 30 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 1100, b) 1000, c) 900, d) 800 °C.

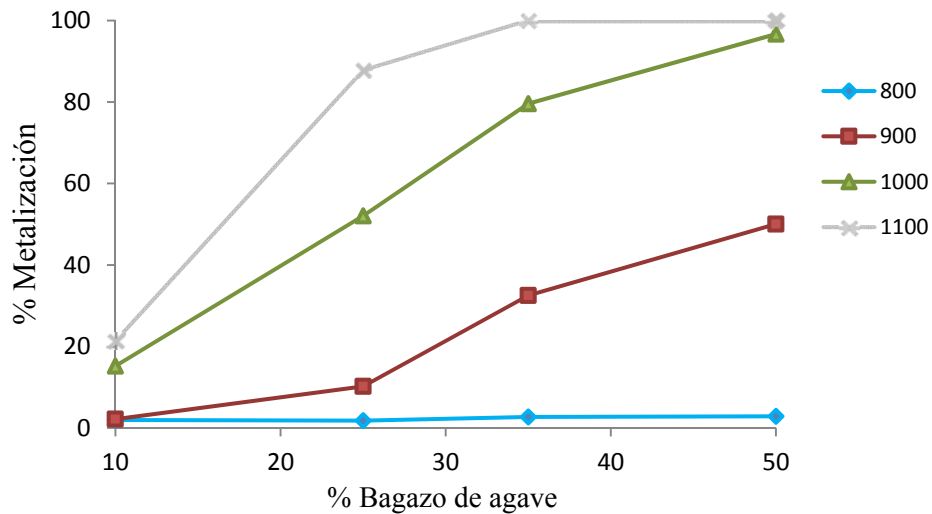


**Figura 4.23.** Análisis de microscopía electrónica de barrido de las muestras reducidas con 50% de biomasa con 30 minutos de permanencia a una temperatura de: a) 800, b) 900, c) 1000 y d) 1100°C

La cantidad de Fe inicial (concentrado mineral), fue calculada en base a los análisis de FRX reportados en la Tabla 4.6. El concentrado mineral contiene el 92.9% de Magnetita, con lo que se aporta un 72.35% de Fe en las muestras. Los resultados del porcentaje de metalización en función de la temperatura y del contenido de biomasa, se presentan en la Figura 4.24. Se puede observar en la gráfica que a 800°C el porcentaje de metalización es pequeño (<3%) y se mantiene casi constante para los distintos porcentajes de bagazo de agave (10, 25, 35 y 50% de biomasa). Al incrementar la temperatura de reducción (900°C) se observa una mejora en el porcentaje de metalización conforme el contenido de biomasa es mayor. Al usar un 50% de biomasa, el porcentaje de metalización alcanzado es del 50%. En este caso, si bien el incremento de la temperatura favorece el proceso de reducción, no es suficiente para lograr la reducción completa y superar la etapa limitante del proceso (FeO a Fe).

Cuando la temperatura de reducción es de 1100°C, se observan cambios significativos en los porcentajes de metalización, aumentando cuando el porcentaje de biomasa es mayor. El

porcentaje de metalización de 96.66% se obtiene cuando la reducción se realiza con un 50% de biomasa, mientras que una reducción cercana al 80% se obtiene para 35% de bagazo de agave. La reducción completa es lograda al incrementar la temperatura a 1100°C para un contenido de bagazo de agave desde el 35%. En la Tabla 4.10 se muestran los valores del porcentaje de metalización para las distintas temperaturas y porcentajes de bagazo de agave a manera de resumen.



**Figura 4.24.** Porcentaje de metalización en función del porcentaje de bagazo de agave y de la temperatura de reducción (30 min de permanencia).

**Tabla 4.10.** Porcentaje de metalización en función del porcentaje de bagazo de agave a distintas temperaturas de reducción.

Biomasa (%)	Porcentaje de Metalización (%)			
	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C
10	1.94	2.14	15.183	21.32
25	1.80	10.20	52.06	87.79
35	2.71	32.50	79.59	100
50	2.84	50.01	96.66	100

Como se ha mostrado en este capítulo, el bagazo de agave es capaz de reducir un concentrado mineral (magnetita) sin necesidad de gas reductor. Cabe mencionar que no se descarta la posibilidad de utilizarlo (monóxido de carbono o hidrógeno). El uso combinado de la biomasa y un gas reductor, permitiría disminuir la temperatura o el tiempo de reducción.

---

## CAPÍTULO 5. CONCLUSIONES

Una vez realizado el presente trabajo de investigación y analizados los resultados, se deduce que se logró reducir el concentrado mineral de óxido de hierro (magnetita) a hierro metálico utilizando el bagazo de agave, con lo cual se ha comprobado la hipótesis planteada en esta investigación.

De manera particular se concluye lo siguiente:

1. Derivado de la caracterización, se encontró que el bagazo de agave tiene propiedades que lo hacen un buen candidato para ser usado como biomasa en el proceso de reducción de minerales ferrosos. En comparación con otras biomásas reportadas en la literatura, contenidos de N, S y cenizas son menores, lo que lo hace competitivo.
2. Se estimó el valor del poder calorífico del bagazo de agave en base a su composición siendo de  $17.39 \text{ MJ Kg}^{-1}$ , lo que es comparable con los valores reportados para carbón.
3. Se analizó el efecto de variables como el tiempo de permanencia, la temperatura de reducción y el contenido de biomasa en atmósfera inerte. Para la reducción de la magnetita las condiciones a las que fue obtenida la reducción completa fueron a  $1000^{\circ}\text{C}$ , 30 minutos y 50 % de biomasa.
4. La preparación de las briquetas muestra que se requiere de  $1500 \text{ Kg cm}^{-2}$  de presión de compactación. El resultado de reducción mostró que no existe alguna diferencia en la reducción de la magnetita en forma de polvos o en briqueta ya que en ambos casos se obtiene hierro metálico.
5. En base al análisis elemental del bagazo de agave, la cantidad generada de  $\text{H}_2$  como gas reductor a partir de la biomasa es pequeña. La reducción del mineral con la biomasa se lleva a cabo primordialmente por la generación de CO y Carbón durante el proceso y esta cantidad es suficiente para lograr la reducción completa.
6. La utilización de algún tipo de gas reductor como el monóxido de carbono o hidrógeno en la reducción de la magnetita con bagazo de agave no fue necesaria debido a los buenos resultados de la reducción del mineral con la biomasa.

---

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] WORLD S, "World Steel in Figures 2014," 978-2-930069-73-9, 2016.
- [2] BEDOLLA E, LEÓN C A, AGUILAR E A, Aplicación de técnicas cinéticas no isotérmicas en la reducción de tres minerales de hierro de grado comercial, *Revista de Metalurgia*; Vol 33, No 4 (1997) DO - 10.3989/revmetalm.1997.v33.i4.851, 1997.
- [3] PANG J-M, GUO P-M, ZHAO P, CAO C-Z, ZHANG D-W, Influence of Size of Hematite Powder on Its Reduction Kinetics by H<sub>2</sub> at Low Temperature, *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 16, pp. 07-11, 2009.
- [4] KUILA S K, CHATTERJEE R, GHOSH D, Kinetics of hydrogen reduction of magnetite ore fines, *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 41, pp. 9256-9266, 2016.
- [5] MAN Y, FENG J X, LI F J, GE Q, CHEN Y M, ZHOU J Z, Influence of temperature and time on reduction behavior in iron ore-coal composite pellets, *Powder Technology*, vol. 256, pp. 361-366, 2014.
- [6] KAZEMI M, GLASER B, SICHEN D, Study on Direct Reduction of Hematite Pellets Using a New TG Setup, *steel research international*, vol. 85, pp. 718-728, 2014.
- [7] AKHTAR K, TAHMASEBI A, TIAN L, YU J, LUCAS J, An experimental study of direct reduction of hematite by lignite char, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 123, pp. 1111-1118, 2016.
- [8] NARÇIN N, AYDLIN S, ŞEŞEN K, DIKEÇ F, Reduction of iron ore pellets with domestic lignite coal in a rotary tube furnace, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 43, pp. 49-59, 1995.
- [9] STREZOV V, Iron ore reduction using sawdust: Experimental analysis and kinetic modelling, *Renewable Energy*, vol. 31, pp. 1892-1905, 2006.
- [10] ABD RASHID R Z, MOHD. SALLEH H, ANI M H, YUNUS N A, AKIYAMA T, PURWANTO H, Reduction of low grade iron ore pellet using palm kernel shell, *Renewable Energy*, vol. 63, pp. 617-623, 2014.
- [11] SRIVASTAVA U, KAWATRA S K, EISELE T C, Production of pig iron by utilizing biomass as a reducing agent, *International Journal of Mineral Processing*, vol. 119, pp. 51-57, 2013.

- 
- [12] ZANDI M, MARTINEZ-PACHECO M,FRAY T A T, Biomass for iron ore sintering, Minerals Engineering, vol. 23, pp. 1139-1145, 2010.
- [13] LUO S,FU J, Co-pyrolysis of biomass tar and iron ore fines for the production of direct reduced iron, Journal of Renewable and Sustainable Energy, vol. 7, p. 043131, 2015.
- [14] YUNUS N A, ANI M H, SALLEH H M, RASHID R Z A, AKIYAMA T,PURWANTO H, Reduction of Iron Ore/Empty Fruit Bunch Char Briquette Composite, ISIJ International, vol. 53, pp. 1749-1755, 2013.
- [15] EL-TAWIL A A, AHMED H M, EL-GEASSY A A,BJORKMAN B, Effect Of Volatile Matter On Reduction Of Iron Oxide- Containing Carbon Composite, 2015.
- [16] UEKI Y, YOSHIIE R, NARUSE I, OHNO K-I, MAEDA T, NISHIOKA K,SHIMIZU M, Reaction behavior during heating biomass materials and iron oxide composites, Fuel, vol. 104, pp. 58-61, 2013.
- [17] KONISHI H, ICHIKAWA K,USUI T, Effect of Residual Volatile Matter on Reduction of Iron Oxide in Semi-charcoal Composite Pellets, ISIJ International, vol. 50, pp. 386-389, 2010.
- [18] CHÁVEZ L, Uso de bagazo de la industria mezcalera como materia prima para generar energía, INGENIERÍAS. Revista de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, vol. XIII, pp. 8-16, 2010.
- [19] MEYERS H,JENNINGS R F, Charcoal Ironmaking--a Technical and Economic Review of Brazilian Experience, SEAIQ Quarterly, vol. 8, pp. 38-80, 1979.
- [20] EMMERICH F G,LUENGO C A, Babassu charcoal: A sulfurless renewable thermo-reducing feedstock for steelmaking, Biomass and Bioenergy, vol. 10, pp. 41-44, 1996.
- [21] TEQUILA C R D,Información Estadística Nacional [en línea]. Disponible en: <https://www.crt.org.mx/EstadisticasCRTweb/>,Junio.
- [22] CEDEÑO M C, Tequila Production, Critical Reviews in Biotechnology, vol. 15, pp. 1-11, 1995.
- [23] IÑIGUEZ-COVARRUBIAS G, DÍAZ-TERES R, SANJUAN-DUEÑAS R, ANZALDO-HERNÁNDEZ J,ROWELL R M, Utilization of by-products from the tequila industry.

- 
- Part 2: potential value of Agave tequilana Weber azul leaves, *Bioresource Technology*, vol. 77, pp. 101-108, 2001.
- [24] IÑIGUEZ-COVARRUBIAS G, LANGE S E, ROWELL R M, Utilization of byproducts from the tequila industry: part 1: agave bagasse as a raw material for animal feeding and fiberboard production, *Bioresource Technology*, vol. 77, pp. 25-32, 2001.
- [25] BERNARDO G-R R, RENE R-M J, MA. CATALINA A-D L T, Chromium (III) uptake by agro-waste biosorbents: Chemical characterization, sorption-desorption studies, and mechanism, *Journal of Hazardous Materials*, vol. 170, pp. 845-854, 2009.
- [26] VELAZQUEZ-JIMENEZ L H, PAVLICK A, RANGEL-MENDEZ J R, Chemical characterization of raw and treated agave bagasse and its potential as adsorbent of metal cations from water, *Industrial Crops and Products*, vol. 43, pp. 200-206, 2013.
- [27] MYLSAMY K, RAJENDRAN I, The mechanical properties, deformation and thermomechanical properties of alkali treated and untreated Agave continuous fibre reinforced epoxy composites, *Materials & Design*, vol. 32, pp. 3076-3084, 2011.
- [28] IÑIGUEZ C G, BERNAL C J J, RAMÍREZ M W, VILLALVAZO N J, Recycling Agave Bagasse of the Tequila Industry, *Advances in Chemical Engineering and Science*, vol. 04, pp. 135-142, 2014.
- [29] -84 A D, Standard test method for ash in wood, *Annual book of ASTM standard 2001*, vol. vol. 04.10, p. 174.
- [30] ASTM D 2016 - 74, Standard test method for moisture in wood., *Annual book of ASTM standard 2001*, vol. part 22, pp. 624-627.
- [31] ASTM D 1762-84, Standar test method for chemical analisis of wood charcoal., *Annual book of ASTM standard 2001*, vol. Vol. 4.10, p. pp. 289.
- [32] ASTM D 3172-89, Standard practice for proximate analisis of coal and coke. , *Annual book of ASTM standard 2001.*, vol. Vol. 05-06., p. pp. 299.
- [33] ÁLVAREZ RODRÍGUEZ A, Caracterización química de biomasa y su relación con el poder calorífico, 2013.
- [34] MINERO C D F, Análisis de minerales: métodos químicos para el análisis de minerales: Comisión de Fomento Minero, 1977.

- 
- [35] LIÑÁN-MONTES A, DE LA PARRA-ARCINIEGA S M, GARZA-GONZÁLEZ M T, GARCÍA-REYES R B, SOTO-REGALADO E, CERINO-CÓRDOVA F J, Characterization and thermal analysis of agave bagasse and malt spent grain, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 115, pp. 751-758, 2014.
- [36] KESTUR G S, FLORES-SAHAGUN T H S, DOS SANTOS L P, DOS SANTOS J, MAZZARO I, MIKOWSKI A, Characterization of blue agave bagasse fibers of Mexico, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 45, pp. 153-161, 2013.
- [37] VARGAS-MORENO J M, CALLEJÓN-FERRE A J, PÉREZ-ALONSO J, VELÁZQUEZ-MARTÍ B, A review of the mathematical models for predicting the heating value of biomass materials, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 16, pp. 3065-3083, 2012.
- [38] SAUCEDO-LUNA J, CASTRO-MONTOYA A J, MARTINEZ-PACHECO M M, SOSA-AGUIRRE C R, CAMPOS-GARCIA J, Efficient chemical and enzymatic saccharification of the lignocellulosic residue from Agave tequilana bagasse to produce ethanol by *Pichia caribbica*, *Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology*, vol. 38, pp. 725-732, 2011.
- [39] VELÁZQUEZ-VALADEZ U, FARIÁS-SÁNCHEZ J C, VARGAS-SANTILLÁN A, CASTRO-MONTOYA A J, Tequilana weber Agave Bagasse Enzymatic Hydrolysis for the Production of Fermentable Sugars: Oxidative-Alkaline Pretreatment and Kinetic Modeling, *BioEnergy Research*, vol. 9, pp. 998-1004, 2016.
- [40] TRONC E, HERNÁNDEZ-ESCOBAR C A, IBARRA-GÓMEZ R, ESTRADA-MONJE A, NAVARRETE-BOLAÑOS J, ZARAGOZA-CONTRERAS E A, Blue agave fiber esterification for the reinforcement of thermoplastic composites, *Carbohydrate Polymers*, vol. 67, pp. 245-255, 2007.
- [41] JÚLIA G. VIEIRA G R F, CARLA DA S. MEIRELES, FERNANDA A. C. FARIA, DAYANE D. GOMIDE, DANIEL PASQUINI, Synthesis and Characterization of Methylcellulose from Cellulose Extracted from Mango Seeds for Use as a Mortar Additive, *Polímeros*, vol. 22, pp. 80-87, 2012.
- [42] YANG H, YAN R, CHEN H, LEE D H, ZHENG C, Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis, *Fuel*, vol. 86, pp. 1781-1788, 2007.