



Tecnología Química

ISSN: 0041-8420

revista.tec.quimica@fiq.uo.edu.cu

Universidad de Oriente

Cuba

Rojas Vargas, Armando; Trujillo Nieves, María Elena
MEDICIÓN DEL PH DURANTE LA DESTILACIÓN DEL LICOR PRODUCTO DEL
PROCESO DE LIXIVIACIÓN AMONÍACAL

Tecnología Química, vol. XXVII, núm. 2, mayo-agosto, 2007, pp. 34-40

Universidad de Oriente

Santiago de Cuba, Cuba

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=445543753006>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal

Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

MEDICIÓN DEL PH DURANTE LA DESTILACIÓN DEL LICOR PRODUCTO DEL PROCESO DE LIXIVIACIÓN AMONIACAL

Armando Rojas Vargas, María Elena Trujillo Nieves
Centro de Investigaciones del Níquel (CEINNIQ)

En este trabajo se refleja la importancia de la medición del pH durante la destilación del licor producto del proceso de lixiviación carbonato-amoniaco. Se empleó una columna de destilación (MCD) a escala de banco. Se identificó el anillo controlante, el cual permite predecir la concentración de amoníaco en la descarga de la MCD. Éste correlaciona el 96,79 % de la variabilidad del amoníaco con un $R^2 = 93,47\%$. La medición del pH en el plato controlante mejora la precisión de la predicción de la concentración de amoníaco en la descarga, el estadígrafo de regresión R^2 se incrementa hasta un 98,62 %, ajustado por los grados de libertad. La medición del pH en la pulpa de carbonato en el destilado indica la calidad de la operación para disminuir la redisolución del níquel.

Palabras clave: lixiviación amoniaco, destilación, amoníaco.

In this work, it is reflected the importance of pH measurement during the liquor distillation, product of the process of ammoniacal-carbonate leaching. It was used a distillation column (MCD) at bank scale. It was identified the decisive plate, which allows to predict the ammonia concentration in the MCD discharge. It correlates the 96,79 % of the ammonia variability with a $R^2 = 93,47\%$. The measurement of ptt in the decisive plate improves the precision of the prediction of the ammonia concentration in the discharge, the regression statistic is increased until 98.62 % adjusted by the freedom degrees. The ptt measurement in the carbonate pulp in the distilled indicates the quality of the operation to diminish the redissolution of nickel.

Key words: ammoniacal leaching, distillation, ammonia.

Introducción

El proceso de obtención del níquel y cobalto por la tecnología carbonato-amoniaco de Nicaro consta de varias plantas de producción, éstas son:

- Planta de preparación del mineral (secado y molienda).
- Planta de hornos de reducción.
- Planta de lixiviación-lavado y cobalto.
- Planta de recuperación de amoníaco y sinterización.

A la sección de recuperación de amoníaco se alimenta el licor producto y las colas o pulpa residual lixiviada, y se obtienen como productos el licor fresco y el carbonato de níquel.

Se denomina licor producto al efluente de la planta de lixiviación-lavado con contenido de níquel disuelto por destilar. El licor fresco es el licor enriquecido con dióxido de carbono y amoníaco.

Se han realizado varios estudios con el objetivo de disminuir las pérdidas de amoníaco en el

efluente de las torres de destilación, tales como identificar los factores causales, establecer y desarrollar nuevas alternativas, así como determinar el anillo controlante, exponente de la concentración de amoníaco en el destilado.

En este trabajo, se muestra la importancia que presenta la determinación del pH para el control del proceso.

Descripción de la instalación experimental

Las corridas experimentales se realizaron en una minicolumna de destilación (MCD) de platos de burbujeo, con características semejantes a las existentes en las industrias del níquel. Algunas de sus características principales son:

- Altura total (mm): 1 320
- Diámetro interior (mm): 200
- No. de platos de copa de burbujeo (u): 8

El licor procedente de un tanque de almacenamiento se precalienta y se bombea a la parte superior de la columna. El método empleado para

calentar el licor en el interior de la minicolumna es por contacto directo con vapor, alimentado por el plato inferior. El vapor de agua y los gases que se desprenden del licor en cada uno de los anillos, pasan al anillo inmediato superior a través de un conducto en forma de chimenea, que descarga en el interior de una copa de burbujeo de dicho anillo, donde son obligados

en su recorrido ascendente en el licor, a burbujear, transmitiendo de esta forma el calor de un anillo a otro.

El licor en su descenso pierde amoníaco y dióxido de carbono, hasta determinadas concentraciones de amoníaco, y precipita el carbonato de níquel tal como lo refleja la siguiente ecuación:



Condiciones experimentales

Para el estudio efectuado en la MCD se desarrolló un diseño de experimentos 2^{k-1} mediante el programa computacional Statgraphics 4.1, como se muestra en la tabla 1. Las variables fueron:

Variables dependientes: Níquel y amoníaco en el destilado o descarga de la MCD (g/L).

Variables independientes:

- Temperatura en el tope: T (°C) de la MCD

- Flujo de licor (L/h), el que determina el tiempo de retención (TR)

En la tabla 2, se muestra el diseño experimental con las variables codificadas. La caracterización química del licor amoniacal se realizó por espectrofotometría de absorción atómica SP-9, y el amoníaco y dióxido de carbono por método destilado. Las temperaturas en el tope se registraron mediante el sistema de supervisión y control EROS.

Tabla 1
Diseño experimental

Flujo de licor (L/h)							
	12,0			16,0	20,0		
T (°C) en el tope	80	85	90	85	80	85	90

Tabla 2
Valores codificados

Corrida	Flujo de licor (L/h)	Temperatura en el tope (°C)
1	-1	-1
2	-1	1
3	1	-1
4	1	1
5	0	0

Resultados y discusión

Mediante el análisis de amoníaco, dióxido de carbono y pH en cada uno de los platos de la MCD, se identificó el plato exponente de la concentración de amoníaco en la descarga, denominado “plato controlante”. Mediante el control de la concentración de amoníaco en dicho plato, se puede controlar

la operación para alcanzar el amoníaco establecido por la norma en la descarga, tal como lo han recomendado autores en la bibliografía consultada /2, 3/. Para las condiciones de destilación establecidas, el amoníaco en el plato controlante posee un coeficiente de correlación de 96,79 % con la descarga y error estándar igual a 0,336 1. En la figura 1, se refleja dicha interacción.

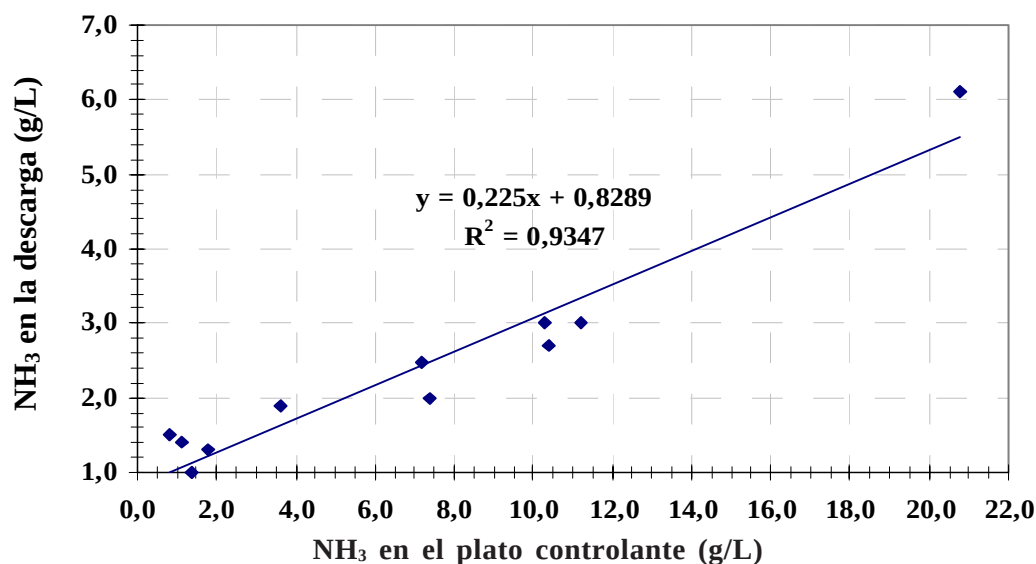


Fig. 1 Control del amoniaco en la descarga.

Se obtuvo que la medición del pH en este mismo plato, permite mejorar la predicción de la concentración de amoniaco en la descarga, incrementando el

estadígrafo de regresión R^2 en un 98,96 %, ajustado por los grados de libertad para los valores de pH entre 8,4 y 10,5, y NH_3 entre 0,8 y 20,6 g/L.

$$NH_3D = -5,16016 + 0,663967 * pH_{Pc} + 1,71262 * NH_{3-Pc} - 0,157767 * pH_{Pc} * NH_{3-Pc}$$

$R^2 = 98,96$

R^2 (ajustado por los grados de libertad) = 98,62

Error estándar del estimado = 0,165

Media absoluta del error = 0,104

DW = 2,29

donde:

NH_3D : concentración de amoniaco en el destilado o descarga de la MCD (g/L);

pH_{Pc} : pH en el plato controlante;

NH_{3-Pc} : amoniaco en el plato controlante.

El estudio de la destilación del licor producto de las distintas concentraciones de iones según las desviaciones en el proceso industrial, permitirá corregir los coeficientes de las variables del modelo estadístico para predecir la concentración de amoniaco en la descarga, así como establecer la norma de amoniaco y níquel en la descarga bajo un costo mínimo.

En la figura 2 se muestran los valores predichos contra los observados de la predicción de la

concentración de amoniaco en el destilado en función del amoniaco y el pH en el plato controlante, datos alineados sobre la línea diagonal, demostrando la bondad del ajuste, con un estadígrafo de regresión de 98,97 %.

Se analizó la interacción entre la concentración de amoniaco, níquel y pH en el plato controlante con la concentración de níquel en la descarga, y se obtuvo ecuación semejante a la obtenida para la predicción del amoniaco, con coeficiente de regresión ajustado por los grados de libertad de 96,73 %. Sin embargo, la prueba de Durbin-Watson no fue satisfactoria, con valor de 0,99. Esta prueba indica que el estadígrafo F garantiza buenos resultados en la hipótesis, justifica un buen ajuste y demuestra que el proceso que se estudia es completamente independiente y representativo de la data.

Un análisis de la interacción entre el amoniaco y níquel en la descarga, demostró una interacción lineal, tal como se refleja la figura 3, con un 92,01 % de correlación. Al incrementarse la concentración de amoniaco en el efluente, se incrementa la del

níquel para las condiciones experimentales y la columna de destilación empleada.

En la figura 3, puede apreciarse para concentraciones de amoníaco en la descarga entre 1,2 y 1,3 g/L, concentraciones de níquel disuelto entre

0,181 g/L y 0,259 g/L. Esta última concentración de níquel fue también obtenida a mayor concentración de amoníaco de 1,9 g/L. Un análisis del pH en la pulpa efluente de la columna se refleja en la figura 4, que explica este comportamiento.

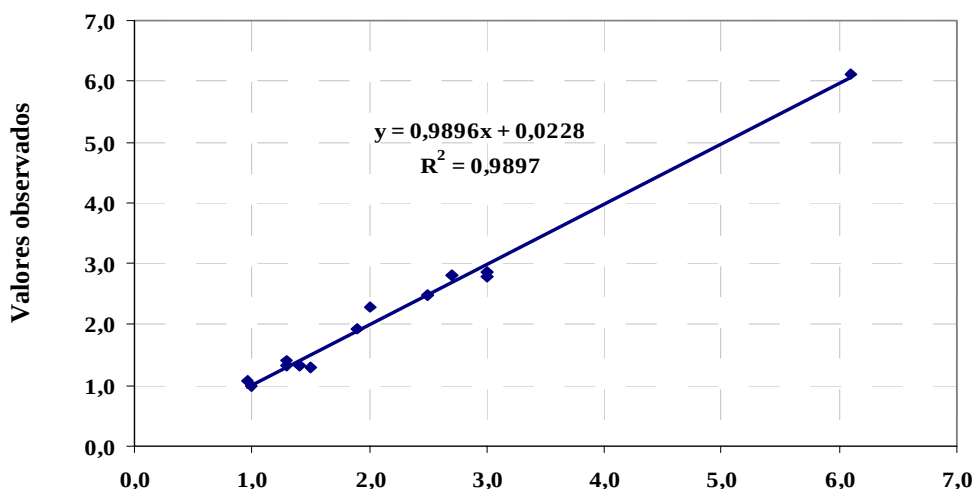


Fig. 2 Predicción del amoníaco en la descarga de la MCD.

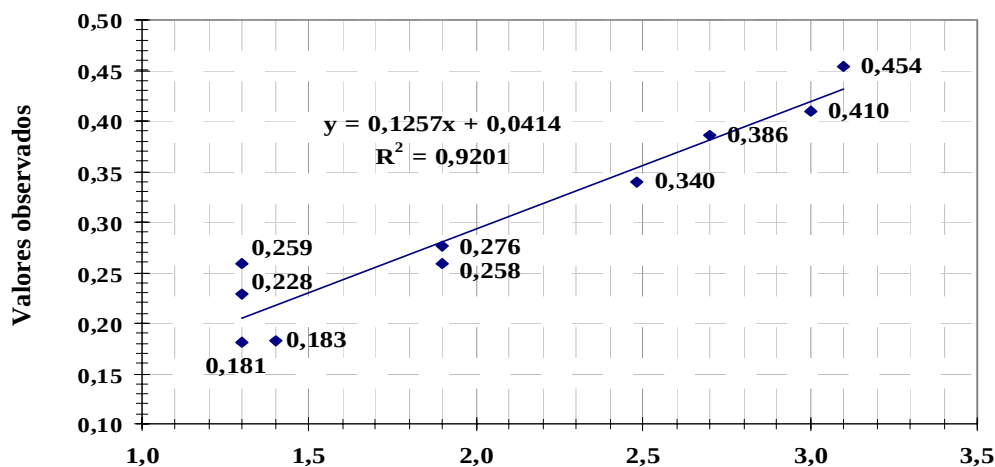


Fig. 3 Interacción entre el amoníaco y níquel en la descarga de la MCD.

En la figura 4 se muestran los valores del pH de la pulpa de carbonato en la descarga de la MCD. Éstos son los valores correspondientes al último punto para cada una de las curvas. Los puntos superiores se corresponden con algunos valores de pH en los platos superiores. Se aprecia, que para las concentraciones de níquel en la descarga de 0,259 g/L y 0,228 g/L,

se alcanzaron los valores de pH menos alcalinos: pH=8,20 y 8,33.

A pesar de que la concentración de amoníaco en el destilado fue baja (1,3 g/L), se obtuvo esta alta concentración de níquel, indicando una sobredestilación o redisolución del níquel, lo que se reflejó en valores inferiores de pH.

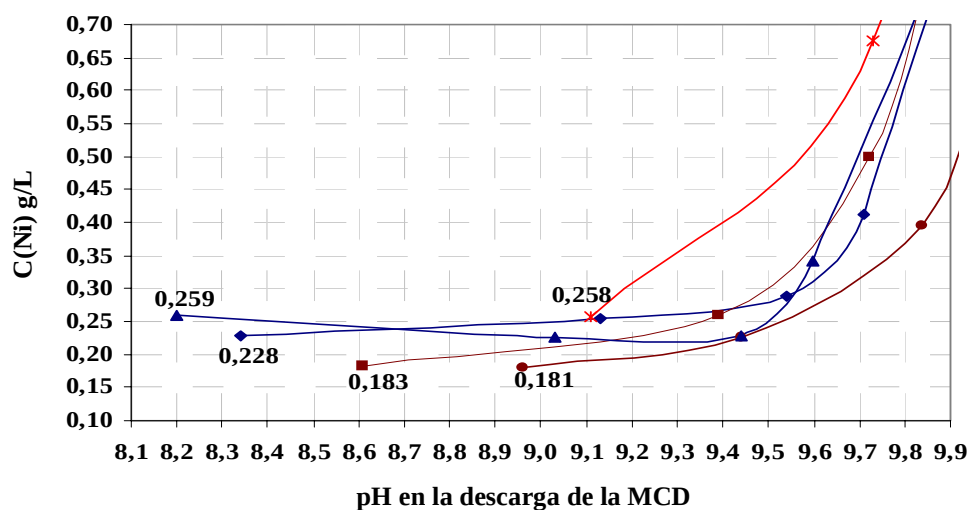


Fig. 4 pH de la pulpa de carbonato en el efluente.

En corridas efectuadas con alimentación lateral de licor fresco en un plato superior al plato controlante de la MCD, se corroboraron estos resultados. Al incrementarse la concentración de amoníaco en la descarga de la MCD, se incrementó el níquel en el destilado. Los valores de níquel que se alejaron de la línea de tendencia lineal, es decir, que con baja concentración de amoníaco en la descarga se obtuvo alta concentración de níquel, se reflejó en el pH de la pulpa. En caso de que se despreciaran estos valores, el coeficiente de correlación entre amoníaco y níquel en el destilado, se incrementó desde 43,98 a 94,49%.

En la figura 5 se muestran los valores de concentración de níquel disuelto, obtenidos en los platos inferiores de la MCD en interacción con el pH de la pulpa de carbonato. Se aprecia redisolución significativa de níquel en los anillos inferiores de la MCD a pH menores, a $\text{pH} < 8,55-8,60$, para las condiciones del licor alimentado. Los puntos donde no hubo sobredestilación o incremento de la concentración de níquel, se corresponden con las condiciones donde se alimentó licor fresco por un lateral.

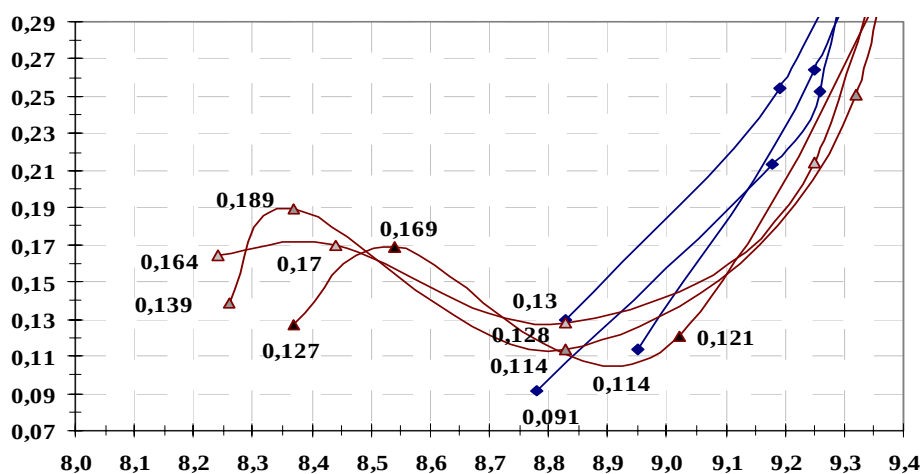


Fig. 5 pH de la pulpa de carbonato en el efluente.

A partir de estos resultados, se demuestra que estos valores de pH en la pulpa efluente de la MCD deben evitarse, teniendo en cuenta que están asociados a un incremento de la concentración del níquel en el destilado.

En la figura 6 se muestra un análisis de la interacción entre el pH en el plato controlante y la concentración de amoníaco y níquel en la descarga de la MCD. Puede apreciarse una interacción

exponencial entre la concentración de níquel y el pH en el plato controlante, con un estadígrafo de regresión de 95,14 %, en un rango más estrecho que para la predicción a partir del análisis del amoníaco en el plato controlante. Esto se debe a que a valores de concentración de amoníaco en el plato controlante mayor a 12 g/L, no se reflejaron en un cambio significativo en el valor del pH en dicho plato.

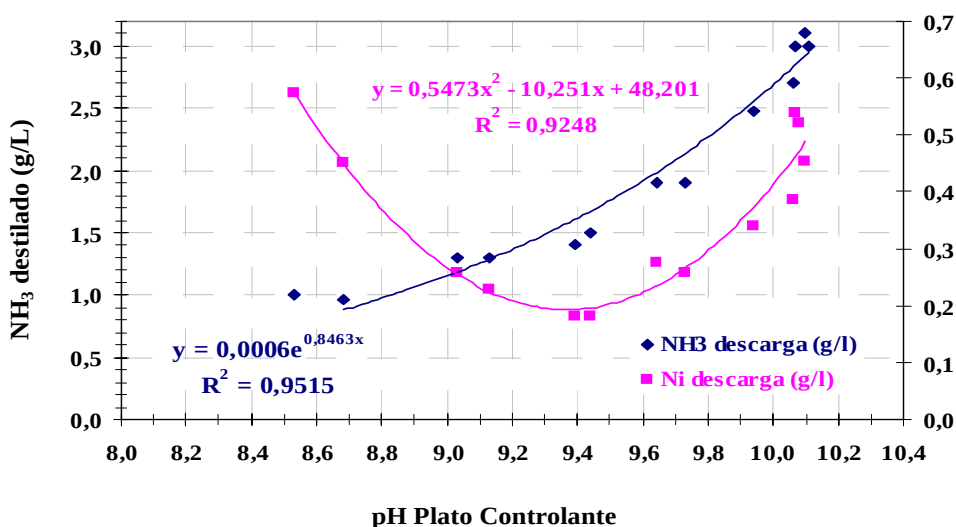


Fig. 6 Interacción entre pH, NH₃ y Ni en el destilador.

$$NH_3 = \text{Exp} (- 7,474 \ 29 + 0,846 \ 325 * \text{pH})$$

Coefficiente de correlación = 0,975 4

$R^2 = 95,145$

Error estándar del estimado = 0,095 4

A valores menores de pH, de alrededor de pH= 8,7, el amoníaco permanece prácticamente constante a una concentración de 1,0 g/L para la instalación y condiciones experimentales estudiadas; sin embargo, el níquel se redisuelve, mostrando un comportamiento parabólico. La optimización del pH estará ligado a las pérdidas de amoníaco y níquel, posterior a su precipitación, la determinación del pH permitiría automatizar la operación y elevar la estabilidad de la operación.

Conclusiones

1. Se identificó un anillo controlante durante la destilación del licor producto, el cual permite

predecir la concentración de amoníaco en la descarga de la MCD a partir del análisis del amoníaco en dicho plato.

2. La medición del pH en el plato controlante, conjuntamente con el amoníaco, mejora la precisión de la predicción de la concentración de amoníaco en la descarga, incrementando el estadígrafo de regresión.
3. La medición del pH en el plato controlante por sí solo, permite controlar la concentración de amoníaco y el níquel en el efluente de la destilación, mostrando valor óptimo, lo que permite automatizar la operación.
4. El valor del pH de la pulpa de carbonato en el destilado, indica la calidad de la operación para disminuir la sobredestilación.

Bibliografía

1. Rojas, V. A. *et al.*, Destilación del licor producto en una columna de destilación a escala de banco, Informe de proyecto de investigación, Centro de Investigaciones del Níquel, Unidad de Proyecto, Nicaro, 2006.
2. Rodríguez, M. C.; Rodríguez, C. R., Disminución del gasto energético y de las pérdidas de níquel en la operación de los alambiques de licor, Informe técnico, Nicaro, 1985.
3. Marzán, M. A., Análisis de la relación entre la concentración de amoniaco en el anillo controlante y la descarga de los alambiques de licor, Informe Técnico, Nicaro, 1977.
4. Osseo-Asare, S.W. Asihene, Heterogeneous Equilibrium in Ammonia / Laterite Leaching System, Department of Materials of Science and Engineering, The Pennsylvania State University, University Park, Pennsylvania, Archivo de la Unidad de Proyecto, Nicaro, 2006.