Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. "Antonio Núñez Jiménez"
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia-Química

RÉGIMEN ÓPTIMO DE OPERACIÓN DE LOS ALAMBIQUES DE LICOR PRODUCTO PARA LA CRISTALIZACIÓN DEL CARBONATO BÁSICO DE NIQUEL

Tesis presentada en opción al título de Master en Metalurgia

Nerys Labori Leyva

Moa 2016

Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa
Dr. "Antonio Núñez Jiménez"
Facultad de Metalurgia y Electromecánica
Departamento de Metalurgia-Química

RÉGIMEN ÓPTIMO DE OPERACIÓN DE LOS ALAMBIQUES DE LICOR PRODUCTO PARA LA CRISTALIZACIÓN DEL CARBONATO BÁSICO DE NIQUEL

Tesis presentada en opción al título de Master en Metalurgia

Autor: Ing. Nerys Labori Leyva

Tutor: Ing. Antonio Chang Cardona, Dr.C.

Moa 2016

DECLARACIÓN DE AUTORÍA

Declaro que soy el único autor de la tesis titulada: Régimen óptimo de operación de los alambiques para la cristalización del Carbonato básico de Níquel y autorizo al Instituto Superior Minero Metalúrgico de Moa “Dr. Antonio Núñez Jiménez” a hacer uso del mismo en su beneficio.

Para que así conste, firmo la presente a los ___ días del mes de _____ del año 2016.

Nerys Labori Leyva

_____

Firma de autor

Dr.C Antonio R. Chang Cardona

_____

Firma de tutor

AGRADECIMIENTOS

A mi tutor, Dr.C. Antonio Chang Cardona por cada uno de sus consejos sin los cuales hubiera sido imposible la confección de este documento. Gracias por su paciencia, entrega y por las horas que en su tiempo libre le dedicó a esta investigación.

Gracias por todo.

A mis padres por su apoyo, confianza e infinito amor.

Gracias por todo.

A mis amistades, esas que son tantas y que por temor a pecar no puedo mencionar. A ustedes que en algún momento me ayudaron con un consejo o alguna idea.

Gracias por todo.

A mis profesores del Departamento de Metalurgia Química que sin sus enseñanzas mis sueños no se hubieran hecho realidad.

Gracias por todo.

A los compañeros de la Empresa Cmdte Ernesto Che Guevara, por toda la información facilitada para el desarrollo de la investigación.

Gracias por todo.

Y a todos aquellos que de una forma u otra contribuyeron a la realización de esta investigación.

Gracias por todo.

DEDICATORIA

A mis padres, Osiris Fernández Escalona y Mercy Leyva Cobas y a mi esposa Roxana Oliveros Hernández, a quienes les estaré eternamente agradecido por darme por su apoyo en los momentos buenos y, sobre todo, en los malos. A ustedes les digo que me esforcé todo lo que pude y que ya casi tengo un gran sueño realizado: el tener un título de master en una especialidad que me gusta y que también es un sueño de ustedes. Sólo me queda decirles lo siguiente:

"Que adorno más grande puede haber para un hijo que la gloria de un padre, o para un padre que la conducta honrosa de un hijo."

A mis compañeros de trabajo Ariel Díaz Puig y Eluberto Espinosa, por darme todo su apoyo en la realización de este trabajo.

A mi tutor, por estar todo el tiempo pendiente de este trabajo y por alentarme a seguir hasta el final.

Y a todas aquellas personas que han confiado en mí y en algún momento me han tendido su mano solidaria.

RESUMEN

El presente trabajo tiene el objetivo de optimizar los parámetros de la cristalización del Carbonato básico de Níquel en las torres de destilación de licor producto de la Empresa productora de Níquel "Comandante Ernesto Che Guevara", pues los índices de calidad del proceso: Tamaño de partículas, velocidad de sedimentación y concentración de amoníaco son muy bajos por lo que su viabilidad técnico-energética es cuestionable. Los principales resultados fueron los siguientes: Se optimizaron los índices de consumo específico de vapor y de velocidad de cristalización en los rangos de 0,272 y 0,276 t de vapor/m^3 y de 0,79 y 0,91 t de vapor/(m^3·min) para los niveles de flujo de licor producto y de vapor estudiados, lográndose resultados de tamaños de partículas y velocidad de sedimentación adecuados de 21 micrómetros y 8,0 m/h, respectivamente, superiores en un 30 % con respecto a los valores actuales alcanzados en la industria, manteniendo perdidas de amoníaco inferiores a la norma. Por primera vez se demostró experimentalmente que las variaciones de estos índices, logran inestabilidades en la calidad del Carbonato básico de níquel, se obtuvieron los modelos matemáticos-estadísticos, que optimizan estos parámetros mediante un software de análisis estadístico, lo que contribuyó al ahorro energético y la estabilidad granulométrica del óxido de níquel en la planta de Calcinación y Sinter, el estudio de viabilidad técnico económica demostró que se ahorran aproximadamente 300 000 USD/año.

Palabras claves: Destilación de NH_3, carbonato básico de níquel, cristalización, tamaño de partículas.

ABSTRACT

This paper objective is optimizing the Basic Nickel Carbonate parameters at the product liquor distillation towers of Commander Ernesto Che Guevara Nickel Producing Company, based on the process quality indicators: particle size, settling velocity and ammonia concentration are very low, so that the technical energetic viability is questionable. The main results are outlined as follows: The main specific consumption indicators for stem and the crystallization velocity in the ranges of 0,272 y 0,276 t of vapor/m^3 and of 0,79 y 0,91 t of steam/(m^3·min) were optimized for the levels of product liquor flow and steam as per the research, so that the particle size and settling velocities obtain are proper, 21 micrometers and 8,0 m/h, respectively, as well as they are higher by 30 % regarding the values which have been obtained at present in the company. This allows us to keep ammonia losses values lower than the standard. It was experimentally proved for the first time that the variations of these indicators, cause instability on the quality of the Basic Nickel Carbonate, Besides, the statistical -mathematical models were obtained, which allow to stabilize these parameters through a software for statistical analysis, leading energy saving and the particle size stability of the nickel oxide at the Sinter and Calcining plant, the research on the technical economical viability showed that about 300 000 USD/ years are saved.

Key words : NH_3 distillation, Basic Nickel Carbonate, crystallization, particle size.

INDICE - PÁG-

INTRODUCCIÓN..... - 1 -
1 MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL Y ESTADO DEL ARTE..... - 7 -
1.1 Antecedentes de la investigación..... - 7 -
1.2 Aspectos generales de la cristalización ..... - 11 -
1.2.1 Mecanismo cinético de la formación de los núcleos de los cristales ..... - 13 -
1.2.2 Factores que influyen en el proceso de cristalización ..... - 15 -
1.4 Conclusiones del Capítulo 1 ..... - 19 -
2.1 Materiales ..... - 20 -
2.2 Instalación experimental ..... - 22 -
2.2.1 Muestreo ..... - 24 -
2.2.2 Mediciones a realizar..... - 25 -
2.2.3 Determinación de la velocidad de sedimentación en pulpa de CBNi..... - 27 -
2.3 Técnicas de análisis en el laboratorio central ..... - 27 -
2.3.1 Determinación del tamaño medio de partículas del CBNi ..... - 27 -
2.3.2 Determinación de la concentración de Ni en licor producto..... - 29 -
2.3.3 Determinación de la concentración de NH_3 en licor producto..... - 30 -
2.3.5 Determinación de la concentración de azufre en licor producto. ..... - 31 -
2.3.6 Determinación de la concentración de CO_2 en licor producto ..... - 31 -
2.3.4 Determinación de la concentración de NH_3 en pulpas de CBNi ..... - 31 -
2.4 Diseño de la investigación. ..... - 32 -
2.5. Procesamiento de resultados..... - 36 -
2.6 Conclusiones del Capítulo 2. ..... - 37 -
3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS.....- 38 -
3.1 Influencia del consumo específico de vapor sobre el tamaño de partículas. ... - 38 -
3.2 Influencia de la velocidad de cristalización sobre el tamaño de partículas ..... - 40 -
3.3 Influencia del consumo específico de vapor sobre la velocidad de sedimentación. ..... - 41 -
3.4 Influencia de la velocidad de cristalización sobre la velocidad de sedimentación. ..... - 44 -

3.5 Análisis de Correlación. ..... - 45 -
3.6 Optimización de los resultados considerando las pérdidas de amoníaco residual..... - 46 -
3.6.1 Optimización del consumo específico de vapor..... - 46 -
3.6.2 Optimización de la velocidad de cristalización..... - 47 -
3.7 Análisis del comportamiento de las condiciones experimentales..... - 48 -
3.7.1 Comportamiento de los flujos materiales del proceso. ..... - 48 -
3.7.2 Análisis de los flujos de licor producto ..... - 49 -
3.8 Conclusiones parciales ..... - 51 -
3.9 VALORACIÓN ECONÓMICA DE LOS RESULTADOS ..... - 52 -
CONCLUSIONES GENERALES .....- 58 -
RECOMENDACIONES .....- 59 -
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....- 60 -
ANEXOS .....- 63 -

SIGNIFICADO DE LA SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS

CBNi:	Carbonato básico de níquel.
NiO:	Óxido de níquel.
FV:	Flujo de vapor [t/h]
FL:	Flujo de licor producto [m^3/h]
FV/FL:	Consumo específico de vapor por volumen de licor producto [t /m^3]
Q_V:	Velocidad específica de vapor para cristalizar [t(m^3·min]
TPAR:	Tamaño de partículas promedio [micrómetros]
VSED:	Velocidad de sedimentación [m/h]
TEMP.VAP:	Temperatura de vapor de entrada al alambique [℃]
t_{res}:	Tiempo de residencia [min]
Ni:	Concentración de níquel [g/L]
NH_3:	Concentración de amoníaco [g/L]
CO_2:	Concentración de dióxido de carbono [g/L]
R8:	Muestra de pulpa en la descarga del alambique
NH_3R8:	Concentración de amoníaco en la descarga del alambique [g/L]
UBP:	Unidad básica productiva planta Recuperación de amoníaco.
UDP:	Unidad demostrativa de producción.
AB-208:	Alambique 208.
LCA:	Lixiviación Carbonato amoniacal
ERRL:	Empresa René Ramos Latour
ECECG:	Empresa Comandante Ernesto Che Guevara
CIL:	Centro de Investigaciones de la Laterita.
CTE:	Central termoeléctrica.
HC:	Hornos Calcinadores.
MS:	Máquina de Sinterizar.

INTRODUCCIÓN

La cristalización ha sido empleada en múltiples empresas de la industria química como las de vidrio, plástico y de la metalúrgica. En la tecnología carbonato amoniacal que emplean la destilación del licor producto también ha sido utilizada la cristalización con el objetivo de mejorar la calidad de los productos. Todas las plantas productoras de níquel utilizaron la destilación de licor producto para precipitar el carbonato básico de níquel. Actualmente, Queensland utiliza la extracción por solvente y las de Nonoc y Tocantins utilizan procesos de refinación para la producción de los productos de níquel a través de la extracción electrolítica.

De la tecnología de obtención de carbonato básico de níquel solo Nicaro y Punta Gorda utilizan el proceso original, o sea el óxido de níquel es producido utilizando la técnica de calcinación.

Durante los últimos 25 años investigadores de plantas metalúrgicas como por ejemplo: Tocantins, Sered y Nicaro, estas últimas cerradas en 1996 y 2014, respectivamente, han realizado grandes esfuerzos dirigidos al mejoramiento de la calidad del CBNi, al presentarse problemas en sus productos finales por deficiente granulometría en el oxido descargado por los hornos calcinadores, como consecuencia de la operación en las torres de destilación.

Las investigaciones realizadas hasta el presente con mayor éxito y difusión han estado dirigidas hacia la adición de semillas de CBNi y la adición de carbonato de sodio, la primera explicándose porque el reciclado produce áreas de nucleación y conduce a la formación de cristales mayores y la segunda para incrementar la cantidad de CO_2 en el sólido precipitado, mejorando la calidad del Carbonato y disminuyendo el níquel disuelto.

En el caso particular de la Empresa “Comandante Ernesto Che Guevara” estas prácticas, aunque fueron evaluadas no arrojaron resultados satisfactorios, debido a la gran variabilidad del licor producto destilado y de los parámetros relacionados con la calidad del vapor.

El proceso tecnológico de la fábrica “Comandante Ernesto Che Guevara” está basado en el esquema de la lixiviación carbonato amoniacal del mineral reducido (proceso CARON), según el cual el mineral oxidado de níquel es reducido selectivamente.

La decisión de utilizar este proceso se explica por las ventajas propias de esta tecnología, siendo un proceso continuo que se realiza en las condiciones de presión atmosférica, el equipamiento tecnológico del proceso se distingue por su sencillez y amplia utilización del equipamiento, como: Hornos de soleras múltiples, sedimentadores y torres de destilación, lo cual favorece la creación de una producción con alto nivel de mecanización y automatización.

El esquema amoniacal permite la elaboración de las mezclas de los minerales lateríticos y serpentiníticos, mientras que el de lixiviación con ácido sulfúrico permite solo la elaboración de la fracción limonítica.

Este complejo minero metalúrgico de níquel comprende varias entidades, entre ellas la planta Recuperación de amoniaco, donde existen varias torres de destilación de licor producto a las cuales está dedicada la presente investigación.

Dicha planta tiene la función de recuperar el NH_3 y el CO_2, tanto de los licores como de las colas recibidas de la planta de Lixiviación y Lavado, obteniéndose como producto la pulpa de carbonato de níquel y los licores frescos de NH_3 y CO_2 y la cola como desecho. La misma recibe el licor producto descobaltizado desde la Planta de Separación de Cobalto, el cual es bombeado a las torres de destilación.

En las mismas se separa parte del amoníaco y el dióxido de carbono y se forma el precipitado de carbonato básico de níquel que es descargado de las torres a los tanques despresurizadores en forma de pulpa y posteriormente bombeada hasta los sedimentadores de CBNi correspondiente a la Planta de Calcinación, como se observa en la figura 1 del anexo A-1.

En el interior de las torres ocurre la cristalización del carbonato básico de níquel sobre la base de la separación del NH_3 y otros gases y la obtención de una pulpa, por debajo de 25 micrómetros, en correspondencia con el proceso de transformación físico química que sufre el licor producto.

A finales de la década de los 90, a raíz del incremento de la productividad de la empresa hubo una crisis granulométrica en el óxido descargado por los Calcinadores que ocasionó una disminución de la productividad de la Máquina de Sinterizar, motivados fundamentalmente por variaciones en la calidad del CBNi obtenidos en las torres de destilación, lo que significó un impacto económico millonario. En el período comprendido entre el año 1999 y 2003 se llevaron a cabo múltiples investigaciones técnicas que contribuyeron a atenuar dicho problema. Estos trabajos estuvieron dedicados a evaluar las operaciones de los alambiques en cuanto a productividad del equipo a escala industrial y de banco, calidad del vapor suministrado por CTE, adición de aditivos, como soda o licor fresco de recirculación, y a comparar las operaciones con respecto a la ERRL donde se lograban mejores resultados. A pesar de haberse implementado la mayoría de las conclusiones y recomendaciones de los trabajos técnicos evaluados, mensualmente se reportan como promedio entre 3 y 5 días de existencia de algunos síntomas leves que afectan la calidad del óxido de níquel y la productividad de la máquina de Sinter por exceso de finos, lo que demuestra que no sido erradicada esta problemática.

Situación problémica

El aumento en los costos de producción de la planta por reciclos al calcinador de oxido de níquel fuera de especificaciones de forma frecuente que disminuyen la productividad del NiO descargado, produciéndose un considerable exceso de finos de sus productos comercializables, que limitan la productividad en la máquina de Sinterización. Ambas afectaciones se deben a la inestabilidad en la calidad del CBNi, obtenido en la destilación del licor producto, entre las cuales se encuentran: el tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación.

Problema científico

Insuficiente conocimiento sobre el comportamiento del consumo específico de vapor y de la velocidad de cristalización del CBNi respecto al tamaño promedio de partículas y la velocidad de sedimentación en la pulpa descargada por los alambiques.

Sobre la base de este problema, se establece el objeto de la investigación, los objetivos del trabajo y la hipótesis científica.

Objeto de estudio:

El tamaño de partículas del CBNi y la velocidad de sedimentación en las pulpas descargadas por los alambiques de licor producto.

Campo de acción:

La cristalización en el proceso de destilación del licor producto en la tecnología carbonato amoniacal.

Objetivo general:

Optimizar los parámetros de la cristalización del CBNi en las torres de destilación para garantizar una calidad estable del CBNi alimentado a los hornos de calcinación, con la finalidad de evitar la disminución de la producción del NiO y de Sinter y el incremento de los costos por sobreconsumo de combustible.

Objetivos específicos:

Los objetivos específicos que a continuación se explicarán se refieren a la realización de las pruebas a escala industrial en una unidad demostrativa de producción (un alambique de licor).

1) Optimizar el consumo específico de vapor - relación Flujo de vapor/Flujo de lico (**FV**/**FL**, t/m^3)-, manteniendo bajas las pérdidas de amoníaco en el licor residual, lo que permitirá estabilizar el tamaño de partículas de CBNi.

2) Evaluar la introducción de un nuevo parámetro de operación - velocidad específica del vapor para cristalizar el CBNi ($\mathbf{Q_V}$, t/(m^3·min) - a partir del licor producto alimentado, con el propósito de estabilizar la calidad del CBNi.
3) Evaluar la correlación del tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación en función del consumo específico de vapor - relación Flujo de vapor/Flujo de licor (**FV**/**FL**, t/m^3)- y de la velocidad específica del vapor para cristalizar el CBNi ($\mathbf{Q_V}$, t/(m^3·min).
4) Evaluar el impacto económico de la región óptima de operación de los alambiques de licor producto, para obtener los valores deseados de tamaño de partículas y de velocidad de sedimentación.

Hipótesis científica de la investigación:
Si se optimizan los valores de **FV**/**FL** y $\mathbf{Q_V}$ en una región de operación de los alambiques de licor para obtener los valores deseados de tamaño de partículas y velocidad de sedimentación con las normas de pérdidas de amoníaco establecidas por la empresa, entonces, se podría estabilizar el tamaño de partículas de CBNi que se alimenta a los hornos calcinadores y disminuir el costo de producción e incrementar la productividad del Sinter.

Consecuentemente con el cumplimiento de los objetivos propuestos y la hipótesis planteada constituyen **aportes del trabajo** lo siguiente:

- **En lo científico metodológico**: La metodología para optimizar los parámetros de cristalización del CBNi (**FV**/**FL** y $\mathbf{Q_V}$) en las condiciones de operación industrial de los alambiques de licor para garantizar una calidad estable del producto en cuanto a: Tamaño de partículas y velocidad de sedimentación, lo que permitirá obtener un modelo predictivo de TPAR, cuando se logre una población de datos suficiente que garantice su confiabilidad.
- **En lo tecnológico**: El establecimiento de nuevos indicadores en las operaciones a realizar en la destilación del licor producto que garantizaran la

estabilidad de la calidad del CBNi alimentado a los calcinadores y contribuirán al ahorro de portadores energéticos y al incremento de la productividad.

- **En lo económico**: Al optimizar los parámetros estudiados se podrán disminuir los índices de petróleo en Calcinación, y de costos e incrementar la producción de Sinter, además, de disminuir el consumo de vapor en los alambiques, lo que permitirá disminuir en la CTE los índices de petróleo, vapor y agua.

1 MARCO TEÓRICO CONCEPTUAL Y ESTADO DEL ARTE

En el presente capítulo se describen los principales estudios realizados hasta la fecha que han abordado el proceso de cristalización a partir de los licores amoniacales producto de la lixiviación LCA. En el mismo se hace una crítica científica de cada uno de ellos, así como, se abordan las tendencias actuales que resultan esenciales para el desarrollo del trabajo.

Son tratados temas relacionados con la cristalización del CBNi a partir del licor carbonato amoniacal, entre ellos, la teoría de la cristalización, su mecanismo cinético y el control de las variables relacionadas con el proceso.

1.1 Antecedentes de la investigación

Los estudios de la cristalización en la tecnología carbonato amoniacal han estado dirigidos a mejorar las características del CBNi en la destilación del licor producto en las plantas productoras de níquel de Tocantins, Yabulu, Sered y Nicaro, en esta última fue donde mayor cantidad de estudios se hicieron, ello se debió a las pérdidas de níquel y de amoníaco que se originaban en este proceso.

Algunos trabajos investigativos han tenido como propósito mejorar las características del CBNi, estudiándose varios métodos, entre estos: la optimización de los parámetros de la destilación, la adición de semillas de CBNi recirculado del sedimentador, la adición de licor fuerte y la adición de soda a los alambiques.

Vives-Fuentes, en 1974, realizó un estudio en la ERRL para determinar los parámetros óptimos de operación de las columnas de destilación de la planta nueva de Recuperación de Amoníaco, en el mismo, se precisaron los perfiles de concentración de amoníaco, dióxido de carbono y níquel para los diferentes platos

que conforman la torre de destilación, se determinaron los flujos máximos de licor, de vapor y de temperatura de los gases. El estudio estuvo incompleto al no precisar la influencia de estos en las características del CBNi obtenido.

Por otro lado, (García-Pérez, A.1989) en la ERRL y (Alepuz-Llansana, 1999) en CEINNIQ, evaluaron la adición de semilla de pulpa del fondo del sedimentador recirculada a las torres de destilación, proceso que aunque fue comprobado su efecto positivo durante la precipitación del CBNi, resultó insuficiente al presentar inestabilidad en su funcionamiento por frecuentes tupiciones, lo que hizo la instalación inoperable. Actualmente esta práctica no se aplica en ninguno de los esquemas tecnológicos del mundo.

En prueba realizada por (Rodríguez-Mateos, 1989) en Nicaro, optimizó el consumo de vapor en relación a la profundidad de la destilación del amoníaco y determinó la influencia de los parámetros de operación del alambique sobre las características del CBNi producido y su granulación en la conversión a óxido durante la calcinación, en éste se realiza una comparación con respecto a los resultados alcanzados en la planta vieja de Nicaro, analizando el tiempo de residencia medio del licor producto, la profundidad de la destilación y la composición del CBNi obtenido bajo la operación de ambas plantas, apreciándose diferentes tiempos de residencia entre las mismas, lo que dió lugar a tortas de CBNi de mala filtración, aunque no se pudo evaluar el tamaño de partículas obtenidos de la destilación, ni establecer relación con la velocidad de sedimentación y los parámetros de operación de los alambiques. Al analizar el consumo de vapor y el flujo de licor, el autor recomendó una operación con flujos de licor mayores de 60 m^3/h, para favorecer la formación de un CBNi de mejores propiedades físicas por la disminución del tiempo de residencia y una apreciable disminución del vapor utilizado.

(Majendié-Cemitier, 2001) presentó los resultados del estudio a escala de banco de la destilación de licor producto de la ECECG. En éste se realizaron pruebas variando los principales parámetros en la minicolumna de destilación con el objetivo de evaluar el efecto de los mismos sobre las características físico - químicas del CBNi. En dicho estudio se presentó el comportamiento de las

siguientes variables: Tiempo de residencia, intensidad de la destilación y calidad del vapor alimentado, en el que se concluye que al variar los parámetros de la destilación sobre todo los relacionados con la temperatura del vapor alimentado a valores de 105 ℃ se logra mejorar las características de las pulpas destiladas, en cuanto a su granulometría. En el trabajo no se consideró el escalado de los parámetros estudiados.

(Rodríguez-Gamboa, et. al. 2001) estudiaron la variabilidad de las características del óxido de níquel de la ECG, concluyen que la causa fundamental del deterioro granulométrico del óxido radicaba en la formación de una cantidad considerable de hidróxido de níquel de granulometría muy fina durante el proceso de precipitación del CBNi en la destilación, proponiendo como una posible vía, la carbonatación del licor producto.

En prueba realizada por (Rodríguez-Mateos, 2001) evaluó en una prueba a escala de banco la inyección de licor de alto contenido de amoníaco y dióxido de carbono a las torres durante la destilación con buenos resultados en la RRL y posteriormente a escala industrial en la ECG, en esta ultima se logró disminuir el níquel disuelto en la descarga de los alambiques, pero no se alcanzaron los resultados esperados en cuanto al mejoramiento del tamaño de partículas y velocidad de sedimentación del CBNi. Esta técnica tampoco es aplicada en los esquemas tecnológicos reconocidos.

En investigaciones a escala industrial (Majendié-Cemitier, 2002), caracteriza muestras de carbonato básico de níquel de la empresa ECG en período normal y de crisis, correlacionando los resultados con las condiciones de operación mantenidas en la destilación, definiéndose tres tipos de carbonatos, siendo el método de correlación utilizado muy engorroso. No logra definir con certeza las causas de los diferentes tipos de carbonatos.

En el estudio de la destilación de licor producto (Chaviano-Rodríguez, 2000) plantea que la formación de partículas finas de CBNi se produce al variar el consumo de vapor y sus parámetros de presión, temperatura y humedad, y la presencia de impurezas de azufre en el LCA. Por lo que recomienda trabajar los alambiques con concentraciones variables de amoníaco según la concentración

de azufre en el licor, automatizar los mismos y realizar pruebas de aditivación con soda, realizándose sus recomendaciones, siendo insuficientes para resolver la problemática.

En investigaciones realizadas en la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara; (Medrano-Fernández, et al. 2004) realizaron pruebas de velocidad de sedimentación en la descarga de los alambiques y en la línea de carbonato a la planta de Calcinación, se demostró experimentalmente que al disminuir la productividad de los alambiques desde 110 hasta 60 m^3/h se estabilizaron los parámetros relacionados con la calidad del CBNi en cuanto a velocidad de sedimentación lográndose velocidades por encima de 6 m/h en la pulpa de carbonato, no definiéndose con certeza la causa por la que se mejora.

En recopilación realizada por (Regalado-Romero, et al. 2013) referente a la destilación de la ECECG concluyen que la operación con flujos de licor producto menores de 60 m^3/h es desventajosa, ya que produce un consumo excesivo de petróleo en la destilación además de obtenerse un precipitado de Carbonato básico de níquel de malas propiedades de filtración y una fracción granulométrica fina muy alta en el oxido obtenido en la calcinación, que disminuye notablemente la productividad en la Máquina de Sinter y recomiendan evaluar tiempo de residencia para cada uno de los alambiques de licor producto.

Como se puede observar, hasta el momento, a pesar de que se ha mejorado la calidad del CBNi al aplicar la mayoría de las conclusiones y recomendaciones de los diferentes investigadores, todavía no se conocen las causas reales por las cuales continúa la inestabilidad del mismo.

1.2 Aspectos generales de la cristalización

En la hidrometalurgia de metales no ferrosos, la cristalización de la soluciones se utiliza para obtener productos secundarios de la producción hidrometalúrgica, como lo refiere Zelikman, A. N., et al, (1982).

El proceso de formación del precipitado cristalino de la solución incluye cuatro etapas:

1) La formación de solución sobresaturada.
2) La formación de los núcleos cristalinos (centros de nucleación)
3) El crecimiento de los cristales.
4) La recristalización.

La formación de solución sobresaturada

El proceso tiene lugar en dos etapas. La primera de ellas consiste en la formación del cristal y recibe el nombre de nucleación. La segunda corresponde al crecimiento del cristal. El potencial impulsor de ambas etapas es la sobresaturación, de forma que ni la nucleación ni el crecimiento tendrán lugar en una solución saturada o insaturada.

Para generar la sobresaturación se pueden utilizar tres métodos distintos. Si la solubilidad del soluto aumenta fuertemente con la temperatura, por ejemplo, una solución saturada se transforma en sobresaturada simplemente disminuyendo la temperatura por enfriamiento. Si la solubilidad es relativamente independiente de la temperatura, la sobresaturación se puede dar evaporando una parte del disolvente. Si tanto el enfriamiento como la evaporación no resultan adecuados, la sobresaturación se puede generar añadiendo un tercer componente. El tercer componente puede actuar físicamente dando lugar a una mezcla con el disolvente original en la que la solubilidad del soluto disminuye bruscamente. Mediante la adición de un tercer componente es posible crear rápidamente sobresaturaciones muy grandes. También, si se desea una precipitación prácticamente completa, se puede crear químicamente un nuevo soluto añadiendo un tercer componente que reaccione con el soluto original para formar una sustancia insoluble. Este proceso recibe el nombre de precipitación.

Fuerza impulsora de la cristalización:

Para que se produzca la cristalización en un sistema es preciso que se alcance una sobresaturación previa. Rigurosamente la sobresaturación, fuerza motriz termodinámica de la cristalización, Δμ, viene dada como la diferencia entre los potenciales químicos de la sustancia que va a cristalizar en disolución sobresaturada (estado 1) y en el cristal (estado 2), por la fórmula 1:

$$\Delta\mu = \mu_1 - \mu_2 \qquad (1)$$

Para que un sistema cristalice espontáneamente Δμ>0. El potencial químico, μ, se define en función del potencial estándar, μ_0, y la actividad, a, por la fórmula 2:

$$\mu = \mu_0 + R.T.\ln a \qquad (2)$$

Siendo R la constante de los gases y T la temperatura absoluta. De forma dimensional la fuerza motriz para cristalización puede expresarse, por la fórmula 3:

$$\frac{\Delta\mu}{R.T} = \ln(\frac{a}{a_{equil}}) = \ln S \qquad (3)$$

Dónde a_{equil} es la actividad de la disolución saturada y S es un número adimensional que expresa la sobresaturación relativa fundamental a/aeq, expresado por la fórmula 4:

$$S = \exp^{\left(\frac{\Delta\mu}{RT}\right)} \qquad (4)$$

Sin embargo, en el terreno práctico las sobresaturaciones se expresan generalmente en términos de la concentración de las disoluciones.

Las consideraciones termodinámicas describen la fuerza impulsora de la cristalización, sin embargo es la cinética quien controla los procesos de nucleación y crecimiento. Para los estudios cinéticos la sobresaturación suele definirse como diferencia de concentraciones entre la concentración real y la correspondiente al equilibrio, expresada por la fórmula 5:

$$\Delta C = C - C_{equi} \qquad (5)$$

En ocasiones la sobresaturación puede expresarse como diferencia de temperatura equivalente en lugar de como diferencia de concentración. En otros

casos puede hablarse también de una sobresaturación relativa y se expresa ppr la fórmula 6:

$$\sigma = \frac{C - C_{equil}}{C_{equil}} \qquad (6)$$

Solubilidad de equilibrio en la cristalización

El equilibrio en la cristalización de cualquier sistema puede ser definido en términos de su curva de solubilidad o saturación y sobresaturación. La curva de sobresaturación difiere de la de solubilidad en que su posición no es solamente una propiedad del sistema, sino también depende de otros factores como el rango de calentamiento, el grado de agitación y la presencia de partículas extrañas.

Crecimiento del cristal

Después que el ensemillamiento inicial ha sido realizado y los cristales están creciendo, debe de evitarse una ulterior nucleación, de esta forma se obtienen cristales de tamaño más uniforme. La proporción de deposición de material cristalino depende del área de superficie de los cristales que crecen y de la sobresaturación.

1.2.1 Mecanismo cinético de la formación de los núcleos de los cristales

Para que un sistema empiece a cristalizar, deben existir en disolución un número de diminutos cuerpos sólidos, embriones, núcleos o semillas, que actúen como centros de cristalización. Esta nucleación puede ocurrir espontáneamente o ser inducida artificialmente y no siempre es posible decidir la causa de la nucleación. La velocidad de nucleación juega un papel importante en el control de la distribución final de tamaños de partículas.

La formación de la nueva fase (núcleo) va acompañada de la variación de la energía de Gibbs del sistema, condicionada por la aparición del volumen de la nueva fase y la creación de la superficie interfacial por la fórmula 7:

$$\Delta G = \Delta G_s - \Delta G_V \qquad (7)$$

Donde,

$\Delta G_S =$ Variación de la energía de Gibbs al surgir la superficie interfacial.

ΔG_v = Variación de la energía de formación del volumen de fase sólida.

$$\Delta G_S = 4\pi.r^2.\sigma \quad (8)$$

$$\Delta G_V = (\mu_C - \mu_{Csat}).\Delta n \quad (9)$$

Donde,

μ_C = Potencial químico de la solución sobresaturada.

μ_{CStat} = Potencial químico de la fase sólida, correspondiente a la solución saturada de concentración.

Δn = número de moles de fase nueva formada.

La dimensión del núcleo máximo estará en función de la máxima diferencia de energía libre y se expresa por la fórmula 10:

$$r_{crit} = \frac{2\sigma.M}{\rho.R.T.\ln\frac{C}{C_{sat}}} \quad (10)$$

$$\Delta G_{máx} = -\frac{16}{3}\pi.\frac{\sigma^3.M^2}{\rho^2.(R.T.\ln\frac{C}{C_{sat}})^2} \quad (11)$$

La dimensión del núcleo estable y la energía necesaria para su formación, se determinan por las propiedades de la sustancia que se cristaliza (tensión superficial, masa molar, densidad) y por las condiciones exteriores: el grado de sobresaturación de la solución y la temperatura. La energía de Gibbs aumenta bruscamente al disminuir la sobresaturación de la solución, como lo refiere Tabeada. M.E., et al, (1982). en la figura 1.1,

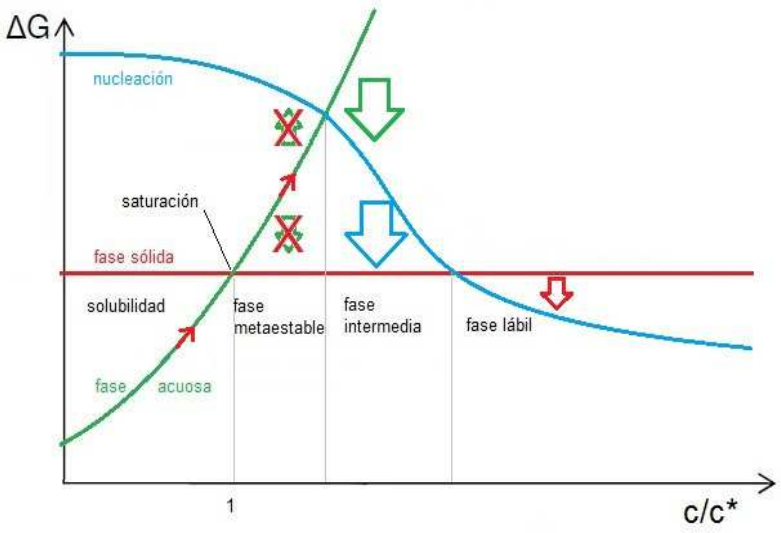

Figura 1.1 Concentración de sustancia que se cristaliza con respecto a la diferencia de energía libre.

La velocidad de cristalización másica en función del tiempo puede ser descrita por la cinética de las reacciones químicas, por la fórmula 12:

$$-\frac{dC}{dt} = K(C - C_{sat})^n.s \qquad (12)$$

Donde:

C: es la concentración de sustancia que se cristaliza en la solución en el instante dado.

s, la superficie de los cristales, s = f(t)

K y n, constantes

1.2.2 Factores que influyen en el proceso de cristalización

La concentración de la solución de licor producto: De la variación de la concentración de la solución inicial en función del tiempo dependerá la cristalización del producto.

El consumo especifico de vapor: Es un parámetro cuantitativo que permite dosificar la cantidad de vapor necesaria para el volumen de destilación con el objetivo de garantizar el crecimiento óptimo del producto.

La temperatura del vapor: Garantiza los perfiles térmicos en el interior de los alambiques para lograr las transformaciones físico-químicas del licor producto.

El tiempo de residencia: Se considera el tiempo medio del licor producto en su paso por el alambique, es un factor importante en el crecimiento del CBNi obtenido en la destilación, dependiendo en gran medida de la estructura del precipitado obtenido, correspondiendo a cada flujo de licor producto un valor de tiempo, como lo refiere Regalado. M (2013) y que se muestra en la figura 1.2.

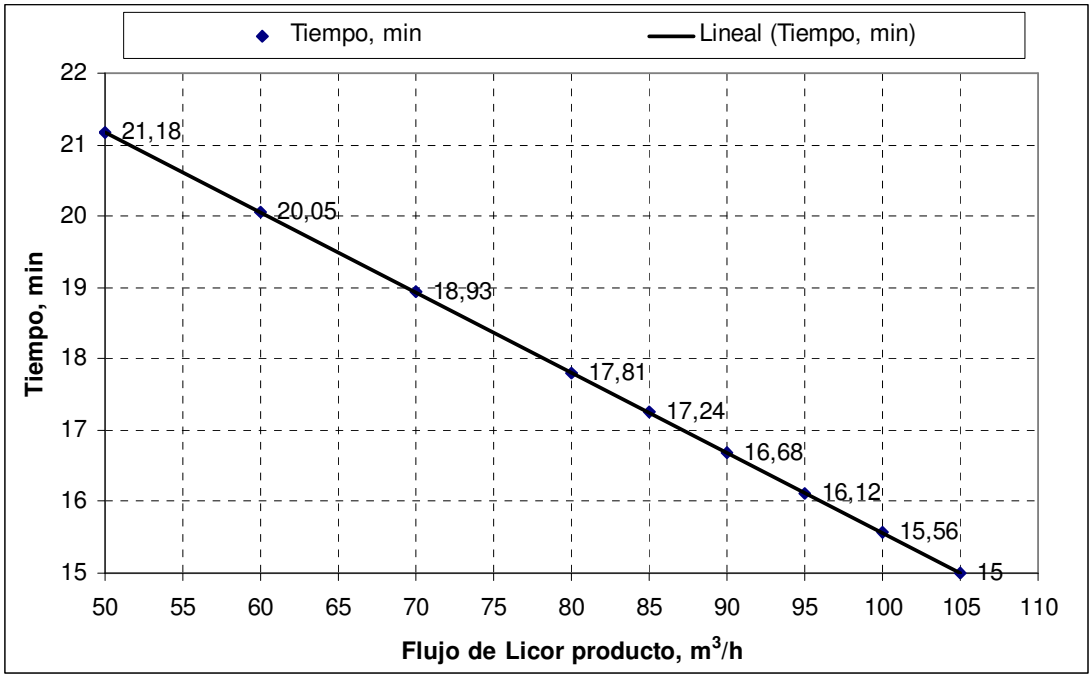

Figura 1.2 Gráfico de tiempo de residencia en los alambiques vs Flujo de licor producto.

El tiempo de residencia fue investigado por Fatjó (1968), el autor estudió la optimización del tiempo de operación del alambique, determinando el flujo máximo de licor alimentado para mantener bajas perdidas de níquel por arrastre. También Rodrigues-Mateo, (1989) en Nicaro en su intento por poner en operaciones nuevos alambiques en Nicaro con mayor productividad, compara el tiempo de residencia medio del licor producto a su paso por el alambique, utilizando

carbonato de sodio como trazador, detectando diferencias notables en el tiempo de residencia entre 16 y 25 minutos entre una planta y otra, que produce afectaciones a la granulometría del CBNi destilado y del oxido alimentado a la Sinterización, problema que fue resuelto igualando el tiempo de residencia con respecto a los alambiques originales. En este trabajo no se pudo establecer relación entre la velocidad de sedimentación y los parámetros de operación de los alambiques.

Al analizar los trabajos de investigación precedentes, se pudo observar que en ninguno de los mismos se estableció relación entre el tiempo de residencia, velocidad de sedimentación y tamaño de partículas, ni se aprovechó el tiempo de residencia para determinar la velocidad de cristalización que permitiera evaluar su influencia sobre el tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación.

1.3 Proceso de destilación de licor producto

La destilación del licor amoniacal con vapor de agua es un proceso térmico, donde se produce la separación del NH_3 y el CO_2 del complejo tetra o hexamino de níquel, $Ni(NH_3)_4\ CO_3$ o $Ni(NH_3)_6CO_3$.

Las condiciones o mecanismos de difusión de la transferencia de masa durante la destilación de licor en las columnas de burbujeo son prácticamente igual que el mecanismo de intercambio de masa descrita en la destilación de colas.

Las diferencias originadas durante la destilación del licor en base a los conocimientos actuales, con el resultado de pruebas realizadas con el licor, es permisible definirlas como sigue:

El mecanismo del proceso de destilación del licor amoniacal ocurre en dos fases: en la primera fase, la destilación del NH_3 y CO_2 de la solución, durante la cual ocurren las siguientes reacciones químicas:

Durante el calentamiento de la solución por encima de 40 °C se disocian los carbonatos ácidos de amoníaco a carbonato de amonio normal, CO_2 y agua, según la reacción:

$$2NH_4HCO_3(l) \rightarrow (NH_4)_2CO_3(l) + CO_2(g) + H_2O(l) \ldots\ldots (-238647.6 J/kg) NH_4HCO_3 \qquad (13)$$

b) Durante el calentamiento por encima de 65 a 70 ºC se disocia normalmente el carbonato de amonio.

$$(NH_4)_2CO_3(l) \rightarrow 2NH_3(g) + CO_2(g) + H_2O(l) \ldots (-238647.6\ \text{J/kg})\ NH_4HCO_3 \quad (14)$$

El resto del NH_4HCO_3 se disocia directamente en amoniaco, CO_2 y H_2O.

$$NH_4HCO_3(l) \rightarrow NH_3(g) + CO_2(g) + H_2O(l) \ldots\ldots (79549.2\ \text{J/kg})\ NH_4HCO_3 \quad (15)$$

c) Destilación del NH_3 de la solución, se realiza según la siguiente ecuación:

$$NH_3(ac) \rightarrow NH_3(g) \ldots\ldots (-2051532\ J/kg)\ NH_4HCO_3 \quad (16)$$

Cuando el contenido de amoníaco y CO_2 durante la destilación del licor baja hasta 2 %, ocurre la segunda fase, o sea comienza la descomposición del complejo amoniacal y empieza la precipitación y formación del carbonato básico de Ni no soluble y después el aumento de los cristales, según la reacción,

$$2Ni(NH_3)_2(HCO_3)_2(l) + 3H_2O(l) \Leftrightarrow Ni(OH)_2 \cdot NiCO_3(l) + 4NH_3(l) + 3CO_2(l) + 4H_2O(l) \quad (17)$$

1.4 Conclusiones del Capítulo 1

1. Se demostró un insuficiente conocimiento sobre el fenómeno de cristalización del CBNi en la destilación del licor producto con relación a la velocidad de su formación que debe influir sobre el tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación del CBNi.
2. Se identificó que, a escala industrial, no se han realizado estudios de optimización de índices operacionales como el FV/FL y QV, respecto al tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación en las dos empresas cubanas.
3. Se corroboró que la velocidad de sedimentación depende de la composición del licor producto en: Ni, NH_3 y CO_2 los que serán considerados en el diseño experimental.
4. Se identificó la no existencia de estudios que correlacionen el tiempo de residencia con el tamaño de partículas que contribuya a optimizar los rangos de flujo de licor para operar el alambique.

En el presente trabajo se trataran los problemas científicos relacionados con las conclusiones 1, 2 y 3.

2 **MATERIALES Y MÉTODOS**

El objetivo del presente capítulo es demostrar la hipótesis científica con la suficiente confiabilidad para ser aplicada en la planta de Recuperación de Amoníaco. Esto se realizará resolviendo los problemas científicos demostrados en el capítulo 1 mediante la adecuada selección de los métodos y de los materiales, así como, la realización de las pruebas a escala industrial en una unidad demostrativa de producción (UDP) de la sección de alambiques de licor de la UBP- Recuperación de Amoníaco.

2.1 Materiales

Los materiales utilizados para la investigación fueron:

El licor producto procedente de la primera etapa de descobaltización, que rebosa del sedimentador empleado en la sedimentación de las pulpas de sulfuros mixtos obtenidos en la planta de Separación de Cobalto.

El vapor procedente de la CTE.

La pulpa de CBNi destilada por los alambiques.

Las características de cada uno de los materiales fueron:

El licor producto de alimentación a la torre, tiene las características que se muestran en la tabla 2.1.

Tabla 2.1. Características del licor producto

Condiciones de entrada del LP	U/M	Valor
Temperatura	℃	43
Densidad	t/m^3	1,026
Sólidos en suspensión	mg/L	<40
Composición química		
c (Ni)	g/L	8,72
c (Co)	g/L	0,07
c (NH_3)	g/L	76,87
c (CO_2)	g/L	52,00
c(S)	g/L	2,67

El vapor de alimentación a la torre tiene las características que se muestran en la siguiente tabla 2.2.

Tabla 2.2. Características del vapor alimentado a los alambiques.

Características del vapor	U/M	Valor
Temperatura	ºC	120 - 125
Presión del vapor	kgf/cm^2	0,86 - 0,90
Densidad	t/m^3	0,98

La pulpa destilada tiene las características que se muestra en la tabla 2.3.

Tabla 2.3. Características de la pulpa destilada

Características de la pulpa	U/M	Valor
Temperatura	ºC	94 - 98
Relación L/S	-	45,68
Peso volumétrico	t/m^3	1,24
Densidad	t/m^3	1,028

En la tabla 2.4 se muestran la composición química del CBNi, realizados en el Laboratorio Central de la ECG

Tabla 2.4 Composición del CBNi base seca.

Composición química del CBNi seco, (%)	Valor
c(Ni)	49 ÷ 51
c (Co)	0,4 ÷ 0,7
c (Fe)	0,07 ÷ 0,1
c (Mg)	0,25 ÷ 1
c (S)	1,8 ÷ 3,2

2.2 Instalación experimental

Las pruebas fueron realizadas en una UDP (alambique 208) que cuenta con todos los requerimientos técnicos, energéticos y de instrumentación necesarios para la realización de las mismas, como se observa en la figura 2.1.

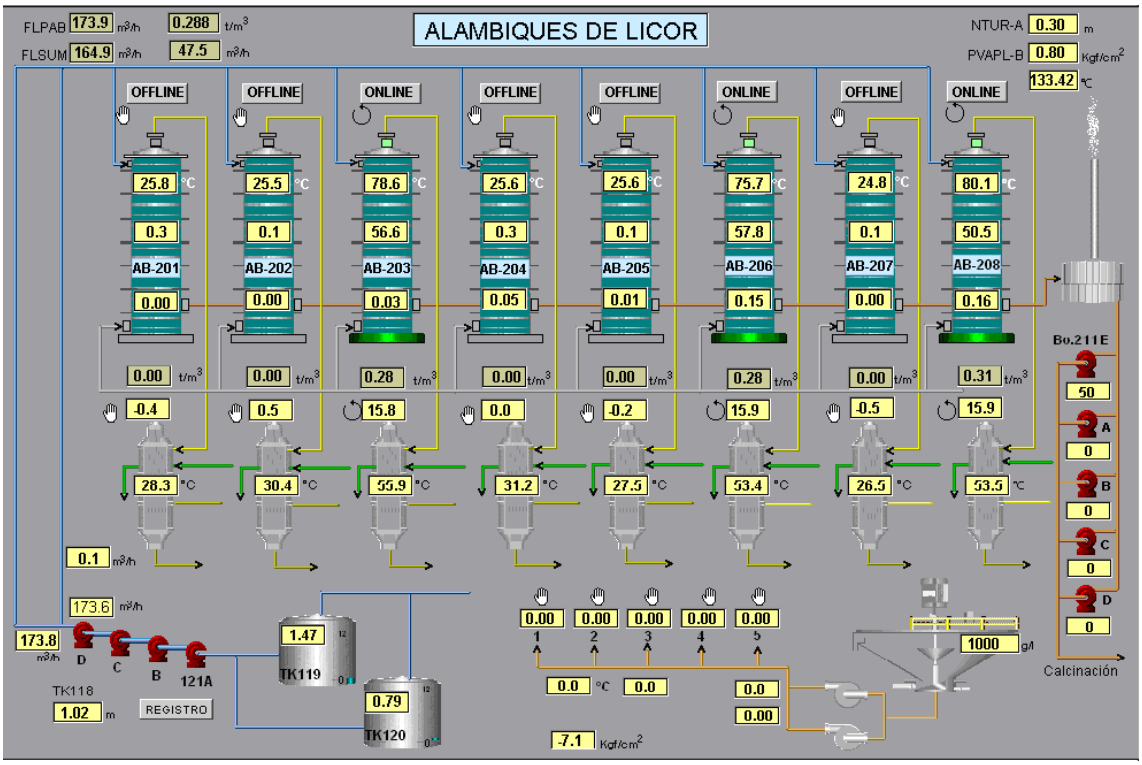

Figura 2.1 Esquema de la instalación experimental

Este equipo está constituido por 16 platos en su interior con una copa de burbujeo

en cada plato y 7 platos de calentamiento sin campanas, estos últimos actúan como un precalentador de licor producto. En la tabla 2.5 se muestran los principales datos técnicos de la UDP.

Tabla 2.5 Datos técnicos del alambique de licor 208.

Datos técnicos	**Valor**
Volumen, m^3	187,5
Flujo de licor producto, m^3/h	53
Presión de diseño, kgf/cm^2	0,5
Diámetro de la coraza, m	3, 0
Altura del alambique, m	27,146
Diámetro de las copas, m	1,95

El comportamiento de los principales parámetros de operación de una torre de destilación según diseño, se muestra en la tabla 2.6.

Tabla 2.6 Comportamiento de los parámetros de operación según diseño.

Parámetros	U/M	Por diseño
Temperatura en el tope	$^{\circ}C$	91
Presión de fondo	kgf/cm^2	0,5
Flujo de vapor	t/h	14,31
Flujo de licor	m^3/h	53
Amoníaco en el 5^{to} anillo	g/L	2 – 4
Relación vapor/licor	t/m^3	0,27
NH_3 en la descarga	g/L	0,3 – 0,7

2.2.1 Automatización y control del proceso

El proceso de destilación de licor producto cuenta desde el punto de vista de su automatización con la medición y registro de algunos parámetros del proceso a partir de los equipos e instrumentos de campo propios de la planta, para ello se utiliza el sistema de supervisión de procesos (Citect: Versión 5.42), un sistema de control PLC S7 300 y un sistema de visualización al operador a través de una computadora que es la encargada de realizar los reportes por turnos, así como, registrar el comportamiento de las distintas variables del proceso. Cuenta con medidores de flujos de placas orificios para la entrada de vapor, y para la medición del flujo de licor producto se emplea un flujómetro de inducción electromagnética,

La presión del vapor se midió con un manómetro instalado a la entrada del alambique.

Para medir la temperatura de salida de los gases se emplea una termo-resistencia de platino, del tipo Pt-100.

Los rangos de medición de los instrumentos de campo se muestran en la tabla 2.7.

Tabla 2.7. Instrumentación del proceso de destilación de licor.

Variable a Medir	Instrumento de medición	Rango de medición
Flujo de licor producto, m^3/h	Flujómetro	0 ÷ 200
Flujo de vapor, t/h	Placa orificio (transmisor de presión diferencial)	0 ÷ 25
Presión de fondo, kgf/cm^2	Manómetro	0 ÷ 1,6
Temperatura en el tope, ºC	Termoresistencia	0 ÷150

Este equipamiento trabaja con alta precisión, se encuentran debidamente calibrados, y certificados según la norma ISO 9001-2008.

2.2.1 Muestreo

La toma de muestras se realizó en 3 puntos, que se corresponden con la alimentación de licor producto, el vapor de entrada y la descarga del alambique

208, como se muestra en la figura 2.2.

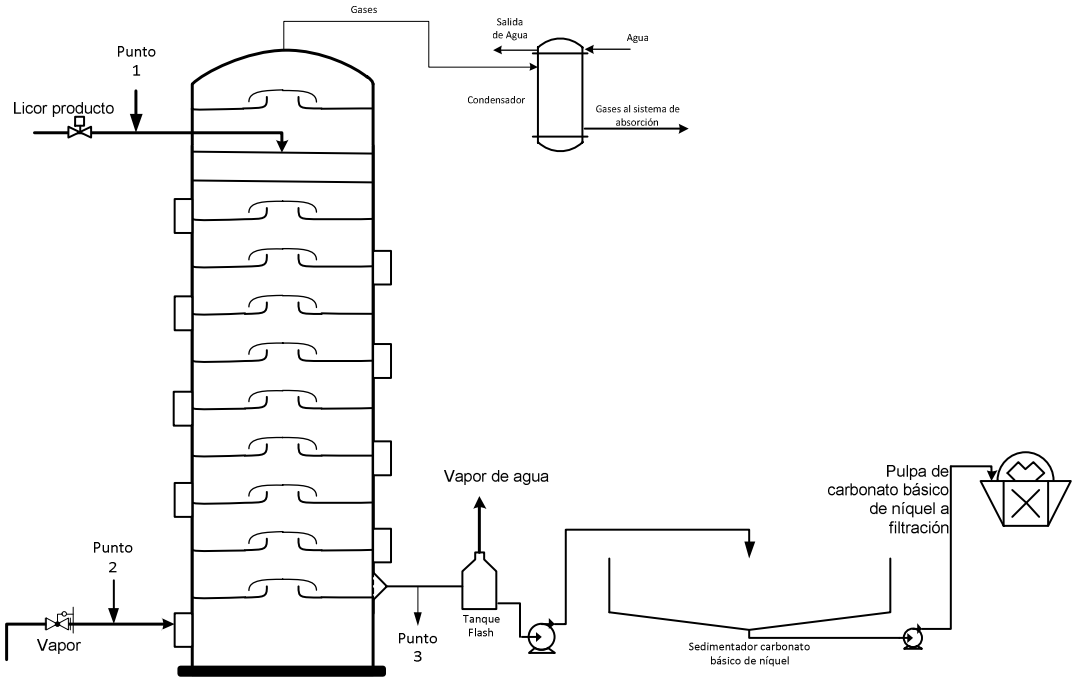

Figura 2.2 Puntos de muestreo seleccionados.

La muestra de licor producto fue tomada en la línea general de alimentación al alambique (punto 1), con un incremento de 250 mL/h hasta crear un compósito de 1000 mL de licor producto almacenándose en un pomo plástico herméticamente cerrado.

La muestra de pulpa de carbonato básico de níquel fue tomada en la línea de descarga del alambique en operación (punto 3), para un total de 1000 mL/h, almacenándose en un pomo plástico herméticamente cerrado.

Las mismas fueron tomadas en el sentido del flujo, con 3 réplicas, dejando transcurrir 60 minutos entre cada réplica. En cada punto se tuvo en cuenta la masa mínima de la muestra según el grafico de control analítico y de muestreo existente en la planta.

2.2.2 Mediciones a realizar

Para realizar las mediciones de temperatura al vapor de entrada (punto 2) fue utilizado un pirómetro óptico marca Raytek, de fabricación alemana con rangos de

medición de -30 hasta 900 ℃. Para la temperatura de la pulpa de salida del alambique un termómetro de mercurio con rango de medición de 0 a 300 ℃. Para el análisis de velocidad de sedimentación se utilizó una probeta de cristal de 1000 mL, un cronómetro y pomos plásticos de 1 litro, como se muestra en la figura 2.3.

Figura 2.3 Equipos utilizados para la toma de muestra y sus mediciones.

El control de la operación en la columna se efectuó a través del flujo de licor producto y el flujo de vapor alimentado al alambique y la temperatura de salida de los gases del último plato, en función de la relación vapor/licor.

Una vez estabilizado los parámetros de operación en la columna de destilación en las condiciones prefijadas para la experimentación, dejando transcurrir 1 hora, se tomaron muestras en la descarga de los alambiques, y luego se tomaron muestras puntuales en la descarga, para determinar el tamaño de las partículas, la velocidad de sedimentación y la concentración de amoníaco. Los parámetros de operación que se controlaron fueron: flujo de licor producto, flujo de vapor, presión

y temperatura del vapor y temperatura de la pulpa.

Para garantizar el éxito de la investigación se utilizaron los equipos de medición de análisis químicos y de magnitudes físicas del laboratorio de la Empresa del Níquel "Comandante Ernesto Che Guevara". Los mismos se encuentran calibrados y debidamente certificados, por lo que sus resultados se consideran confiables.

2.2.3 Determinación de la velocidad de sedimentación en pulpa de CBNi.

Este ensayo se realizó con el objetivo de evaluar el comportamiento de la velocidad de sedimentación en las pulpas de carbonato básico de níquel en la descarga de los alambiques.

La metodología de trabajo empleada se describe a continuación: se toma de 1 litro de pulpa en la descarga del alambique, una vez la muestra en la probeta de 1000 mL, enrazada hasta 1000 mL se agita y se comienza a leer la sedimentación, poniéndose en funcionamiento el cronómetro y se detiene el mismo una vez la pulpa halla llegado hasta 150 mL en la probeta, leyéndose el tiempo final, con esto se procedió a determinar el valor correspondiente de velocidad de sedimentación.

Se realizaron 3 determinaciones de velocidad de sedimentación por cada prueba de destilación, lo que asegura obtener mayor cantidad de datos al leer, considerando para ello el bajo contenido de sólidos, menores a 2 % y la alta velocidad de sedimentación de las pulpas destiladas, se determinó aplicando la norma cubana NEIB-2003.

2.3 Técnicas de análisis en el laboratorio central

2.3.1 Determinación del tamaño medio de partículas del CBNi

Para determinar la composición granulométrica y el diámetro medio de las partículas en la pulpa de Carbonato básico de níquel, se utilizó el equipo analisset 22 compact de procedencia alemana, como se observa en la figura 2.4, el cual fue instalado en la ECG en el año 2003.

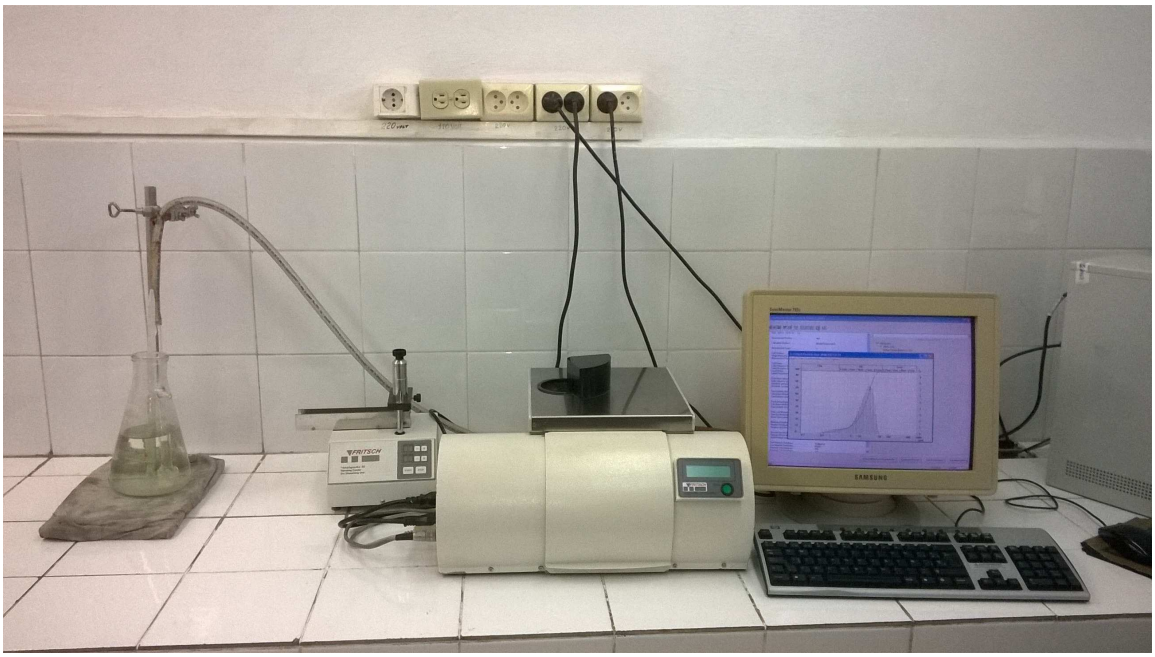

Figura 2.4 Equipo analizador de tamaño de partículas.

Esta técnica da la posibilidad de hacer mediciones en el rango de 0,03 a 300 µm, utilizando 62 canales, se emplea para medir polvos, pulpas, suspensiones y coloides.

La muestra, una vez homogeneizada se somete al proceso de análisis donde se utiliza un analizador automático de tamaño de partículas, que basa su funcionamiento en las propiedades de los rayos láser, según la teoría de Mie y Furrier.

Principio del Método.

El método se basa en la difracción de rayos láser para determinar la distribución de tamaño de partículas a través de un rayo láser convergente, emitido por un diodo con una longitud de onda de 634 nm, el cual al incidir sobre las partículas describe ángulos sólidos que llegan al detector, dando la información del grado de opacidad reflectado y por modelos matemáticos que posee el software se obtienen los resultados de los contenidos de partículas por clases de tamaño. Durante el análisis se utiliza solamente agua destilada o desmineralizada y muestra patrón de referencia.

Preparación de la muestra para el ensayo

La muestra de laboratorio, la cual ha sido previamente homogeneizada, es absorbida tomando una porción equivalente entre 2 y 3 mL necesarios para lograr la absorción recomendada por el fabricante. Limpia y llena la celda de medición se realiza el alineamiento del rayo láser.

El ajuste del equipo se efectúa una vez aparezca de forma estable el cero, indicando que el instrumento está listo para la medición de las muestras de ensayo.

La porción para el ensayo se vierte lentamente en el baño ultrasónico y se observa que el contenido de absorción supere el 50 % para el rango de 0,3 a 46 micrómetros utilizado para pulpas de CBNi, de lo contario se repite el ensayo, posteriormente los resultados son reflejados en el monitor de la computadora acoplada al equipo mediante tablas y gráficos, resumiendo el valor promedio aritmético de la distribución del tamaño de las partículas de las diferentes mallas.

2.3.2 Determinación de la concentración de Ni en licor producto

Para la determinación de la composición química del elemento níquel presente en el licor producto, el licor filtrado y el carbonato seco previa preparación de las muestras, se usó el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica, de la marca JENA, modelo AA 5FL, de procedencia alemana, del año 1995, como se muestra en la figura 2.5.

Figura 2.5. Equipo de Absorción Atómica.

2.3.3 Determinación de la concentración de NH_3 en licor producto

Esta técnica de análisis se realiza en el laboratorio central de la empresa empleando el método volumétrico que consiste en la valoración con solución de ácido clorhídrico de normalidad conocida, a licores cuyos contenidos de amoníaco de alta concentración varían entre 50 y 160 g/L, según la norma NEIB 64-01-13.

El contenido de amoníaco se calcula mediante la fórmula (1):

$$NH_{3(g/L)} = \frac{V2.C.17}{V1} \qquad (1)$$

Dónde:

V1: Volumen de la solución valorada de HCl expresada en mL.

C: Concentración exacta de la solución valorada del HCl.

V2: Volumen de la porción de ensayo expresada en mL.

17 = Equivalente químico del amoníaco

2.3.5 Determinación de la concentración de azufre en licor producto.

Este método de ensayo se realiza en el laboratorio central de la empresa y se emplea para la determinación nefelométrica de azufre total en licores amoniacales cuyo contenido en azufre sea superior a 0,1 g/L por el método del cloruro de bario, según la norma NEIB 64-01-02.

2.3.6 Determinación de la concentración de CO_2 en licor producto

Este método de ensayo se realiza en el laboratorio central de la empresa y se emplea para la determinación de la concentración de dióxido de carbono en licores amoniacales, mediante la precipitación con cloruro de bario para concentraciones de CO_2 de 10 a 120 g/L, según la norma NEIB 64-01-39: 2015.

El contenido de dióxido de carbono, se calcula a través de la fórmula (2):

$$CO_{2(g/L)} = \frac{V \cdot C \cdot 22}{V_1} \qquad (2)$$

Donde:

V: Volumen de ácido clorhídrico consumido en la valoración, expresado en mL

V1: Volumen de la porción de ensayo

C: Concentración exacta de la solución de ácido clorhídrico

22: Equivalente químico del CO_2

2.3.4 Determinación de la concentración de NH_3 en pulpas de CBNi

Esta técnica de análisis se realiza en el laboratorio central de la empresa empleando el método volumétrico que consiste en la valoración con solución de ácido clorhídrico de normalidad conocida previa destilación, a pulpas cuyos contenidos de amoníaco varían entre 0,1 y 2,0 g/L, según la norma NEIB 64-01-17.

El contenido de amoníaco se calcula por la fórmula (3):

$$NH_{3(g/L)} = \frac{V2.C.17}{V1} \quad (3)$$

donde:

V2 = volumen de la solución de ácido clorhídrico consumido en la valoración, expresado en mL

V1 = volumen de la porción de ensayo, expresada en mL

C = Concentración exacta de la solución valorada de ácido clorhídrico

17 = Equivalente químico del amoníaco

2.4 Diseño de la investigación.

Para dar solución al problema planteado, se analizó el comportamiento histórico de las variables que se controlan en la descarga de los alambiques de licor producto: tamaño de partículas y velocidad de sedimentación así como la concentración de níquel en el licor producto alimentado, correspondiente a una base de datos industrial desde el año 2009 hasta 2014, como se muestra en el figura 2.6.

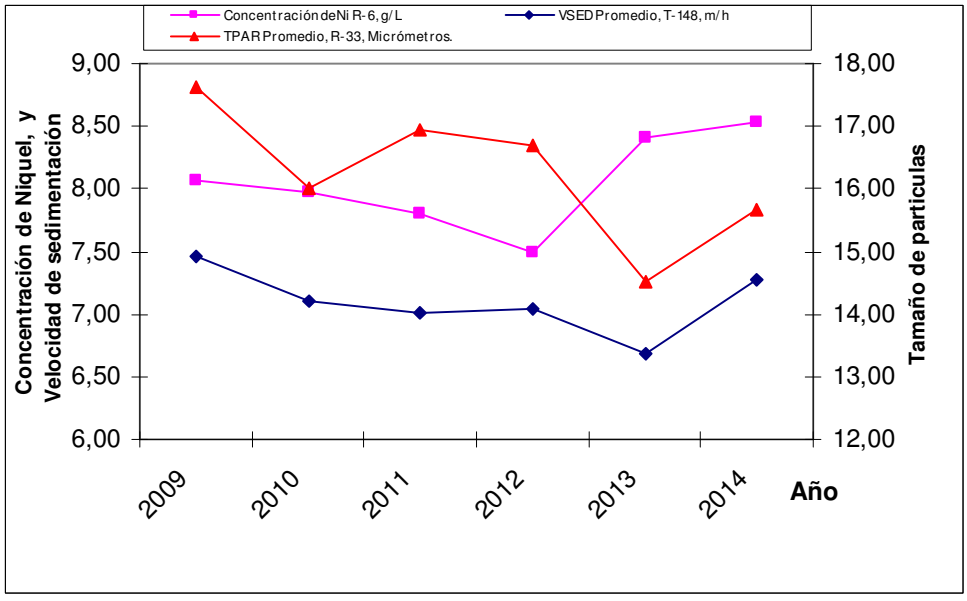

Figura 2.6. Calidad de la pulpa de carbonato básico de níquel.

En la figura 2.6 se observa que el tamaño medio de las partículas en la descarga de los alambiques es inferior que 18 micrómetros. En los últimos años éste ha

disminuido de forma gradual hasta valores menores que 16 micrómetros, los que son muy bajos, independientemente a que la concentración de níquel en el licor producto alimentado se incrementó desde 7,5 hasta 8,5 g/L, como promedio. En esta etapa la velocidad de sedimentación osciló entre 6,5 y 7,5 m/h como promedio, aunque el 30 % de estos valores fueron inferiores que 6 m/h, coincidentemente con tamaño de partículas inferiores que 14 micrómetros.

Al analizar el comportamiento de las variables operacionales: flujo de licor, flujo, temperatura del vapor y la composición química del licor producto se puede observar que las mismas sufren variaciones significativas, según se observa en la tabla 2.8.

Se aprecia que para un régimen de operación continuo del alambique de licor las mayores variaciones en los valores corresponden al flujo de licor producto y al flujo de vapor, reflejado por la desviación estándar y el coeficiente de variación, lo que demuestra que no existe una optimización de los parámetros operativos entre ellos, lo cual sirvió como punto de partida para analizar el comportamiento del consumo específico de vapor y la velocidad específica de cristalización en la investigación.

Tabla 2.8. Comportamiento de los parámetros de operación

Valores	Temp. de tope (°C)	Presión de fondo (kgf/cm^2)	Flujo de vapor (t/h)	Flujo de licor (m^3/h)	Veloc. de sedimentac. (m/h)	Tamaño de partículas promedio (mic)
Promedio	77,47	0,26	13,24	61,29	7,29	14,52
Máximo	78,60	0,30	15,30	70,10	7,56	15,87
Mínimo	70,00	0,18	10,02	51,70	6,41	13,22
Desviación estándar	1,52	0,03	1,72	4,93	0,21	0,83
Coeficiente de variación	0,02	0,01	0,13	0,08	0,03	0,69

Para realizar el estudio del TPAR y VSED en el proceso de destilación del CBNi se utilizó un diseño experimental del tipo factorial completo multinivel, obteniéndose una base de datos que sirvió para la interpretación de los resultados.

En la investigación experimental a escala industrial se analizó la influencia de los siguientes factores (variables que se modificarán para estudiar su efecto en la respuesta) en la calidad de producto obtenido a la salida de la torre.

- Flujo de licor alimentado X1 [de 60 a 70 m^3/h]
- Flujo de vapor alimentado X2 [de 12 a 22 t/h]

El tiempo de residencia T_{res} del licor producto en la UDP se toma de la fig. 1.2, el que osciló de 18,93 a 21,18 minutos. Para cada una de las combinaciones experimentales se calculan las relaciones, FV/FL y Qv.

Los niveles de las variables de entradas se indican en la tabla 2.9, estos se establecieron teniendo en cuenta que en la actualidad para estos niveles de flujos de licor y de vapor se observan anomalías en el comportamiento de las variables de respuesta del alambique, así como por las investigaciones realizadas con anterioridad.

Tabla 2.9. Niveles de experimentación.

Variables	U	Nivel Mínimo	Nivel Máximo
Flujo de licor	m^3/h	60	70
Flujo de vapor	t/h	12, 14, 16, 18, 20, 22	

Estos datos fueron obtenidos a través de un diseño experimental factorial de dos y seis niveles, respectivamente, para cada una de las variables de respuestas definidas (variable de interés que mediremos como consecuencia de la experimentación), las cuales fueron: Tamaño de partículas, Velocidad de sedimentación y Concentración de NH_3 en la descarga del alambique.

Como variables de salida se analizaron las siguientes:

- Tamaño de partículas Y1
- Velocidad de sedimentación Y2
- Concentración de NH_3 Y3

El número de ensayos se determinó de acuerdo con la función exponencial.

$N = 2^n$

Donde;

N – número de experimentos.

n – número de factores.

2 – Niveles

Aplicando la ecuación anterior se determinó en 12 el número de experimentos a realizar con tres réplicas cada uno para un total de 36 experimentos, la matriz modificada se muestra en las tablas 2.10.

Tabla 2.10. Matriz de planificación matemática del experimento

Experimento	X1	X2
I	0	-1
II	0	-0.6
III	1	-0.6
IV	0	-0.2
V	1	-0.2
VI	0	0.2
VII	1	0.2
VIII	0	0.6
IX	1	0.6
X	0	1
XI	1	1

La planificación de experimentos real se muestra en la tabla 2.11.

Tabla 2.11. Planificación de experimento real.

Experimento	Flujo de licor	Flujo de vapor	Fv/FL	Qv
I	60	12	0,200	0,598
II	60	14	0,233	0,698
III	70	14	0,20	0,634
IV	60	16	0,266	0,798
V	70	16	0,228	0,724
VI	60	18	0,300	0,897
VII	70	18	0,257	0,815
VIII	60	20	0,333	0,997
IX	70	20	0,285	0,905
X	60	22	0,366	0,997
XI	70	22	0,314	0,996

La evaluación de la calidad en el proceso de cristalización se basa en el comportamiento del tamaño medio de partículas, la velocidad de sedimentación y concentración de amoníaco residual obtenidas en la destilación del licor producto después de ser tratado en la UDP (AB-208), asumiendo como resultados favorables un incremento del tamaño medio de partículas, de la velocidad de sedimentación y una disminución de las concentraciones de amoníaco, con lo cual favorecería la teoría argumentada sobre la influencia de FV/FL y Q_V para la cristalización del carbonato básico de níquel.

2.5. Procesamiento de resultados

Se utilizó el Microsoft Excel para elaborar tablas y gráficos relacionados con los datos recopilados y el software de análisis estadístico de datos STATGRAPHIC Centurion XV, versión 15.2.14 (2007) para obtener los modelos estadísticos de correlación con los parámetros tecnológicos escogidos para evaluar la calidad del proceso y los modelos de regresión. En el presente trabajo se pretende ilustrar una metodología para obtener modelos de regresión, para futuros trabajos que garantizarán una suficiente población de datos en las pruebas que se realizarán próximamente en la UDP.

2.6 Conclusiones del Capítulo 2.

1. Se demostró que la instalación experimental escogida y los materiales utilizados tienen las suficientes condiciones para garantizar resultados veraces de las pruebas planificadas.

2. Los métodos de análisis y técnicas de medición de tamaño de partículas y velocidad de sedimentación están certificados y se emplean con equipos de avanzadas que demuestran un elevado grado de precisión.

3. Las dos conclusiones anteriores permitirán demostrar la hipótesis científica con la suficiente confiabilidad a escala industrial.

3 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

Con los resultados obtenidos de las pruebas experimentales se procedió a clasificar los experimentos según flujos de licor producto, tiempo de residencia, consumo específico de vapor y velocidad de cristalización, para la variable de respuesta, tamaño de partículas, como se muestran en la tabla 3.1 y con ello se procedió a graficar y analizar el comportamiento de los mismos.

Tabla 3.1. Resultados de tamaño de partículas para los dos flujos de licor estudiados.

Q LP, m^3/h	Qv, t/h	T_{res}, min	FV/FL, tvap/m^3 LP	Qv, t vap/(m^3·min)	TPAR R-8 -1	TPAR R-8-2	TPAR R-8-3	TPAR R-8 PROM
60	12	20,05	0,20	0,60	12,44	9,63	9,44	10,50
60	14	20,05	0,23	0,70	20,62	19,27	18,22	19,37
60	16	20,05	0,27	0,80	19,76	19,53	19,01	19,43
60	18	20,05	0,30	0,90	23,41	22,36	22,81	22,86
60	20	20,05	0,33	1,00	15,44	14,21	15,13	14,92
60	22	20,05	0,37	1,10	15,44	12,29	12,62	13,45

Q LP, m^3/h	Qv, t/h	T_{res}, min	FV/FL, tvap/m^3 LP	Qv, t vap/(m^3·min)	TPAR R-8 -1	TPAR R-8-2	TPAR R-8-3	TPAR R-8 PROM
70	14	18,93	0,20	0,63	6,28	4,30	4,82	5,13
70	16	18,93	0,23	0,72	18,02	9,67	10,73	12,80
70	18	18,93	0,26	0,82	17,30	18,66	9,63	15,20
70	20	18,93	0,29	0,91	16,15	15,73	15,64	15,84
70	22	18,93	0,31	1,00	13,95	13,66	13,85	13,82

Además se obtuvieron resultados de composición química para licores y sólidos para cada prueba los cuales aparecen en las tablas de los anexos A3.1, 3.2 y 3.3.

3.1 Influencia del consumo específico de vapor sobre el tamaño de partículas.

Basados en los resultados que se muestran en la tabla 3.1 se construyó la figura 3.1, en la que se observa un marcado efecto del consumo específico de vapor

sobre el TPAR en el producto descargado por el alambique, lo que constituye una confirmación del resultado del trabajo de Chaviano, L. (2004).

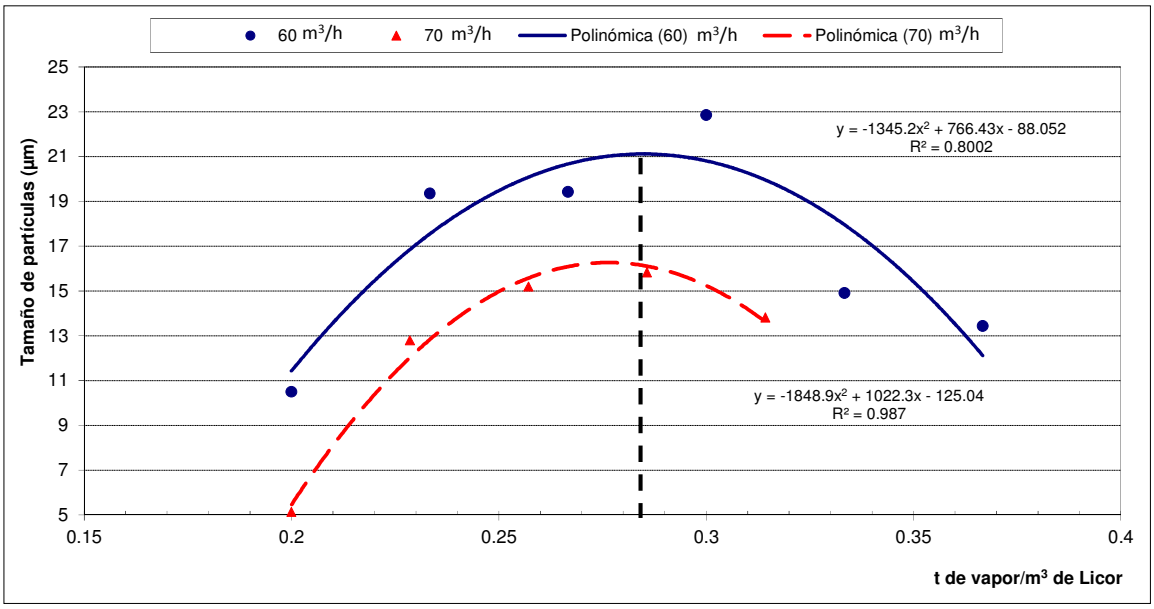

Figura 3.1 Efecto del consumo específico de vapor sobre el tamaño de partículas

En la figura 3.1 se muestra el comportamiento del TPAR para el rango de consumo específico de vapor comprendido entre 0,2 y 0,4 t/m^3 (toneladas de vapor/m^3 de LP) para los dos flujos de licor producto. El TPAR alcanza un máximo de 21 micrómetros, cuyas posiciones respecto al FV/FL, se ubica en 0,275 t / m^3, para un flujo de LP de 60 m^3/h. Al variar el consumo de vapor fuera de este rango, este disminuye gradualmente hasta 11 micrómetros.

Al operar el alambique con 70 m^3/h de LP para el mismo rango de consumo específico, solo se alcanza un máximo de 16,5 micrómetros el que desciende hasta 5 micrómetros al variar el FV/FL fuera de este rango.

Los valores de máximo tamaño de partículas se corresponden en ambos casos con las pruebas experimentales 2, 4 y 6, como se muestra en la tabla A-2.1 del anexo 2.

La figura 3.1, expresa, un buen coeficiente de distribución (R^2 = 0,98 y 0,8) para cada FL, lo que se muestra en las ecuaciones polinómicas en el interior del gráfico. Al incrementar FV/FL hasta el valor de 0,285 t/m^3 existe una clara tendencia al aumento del TPAR, después del cual, éste disminuye.

3.2 Influencia de la velocidad de cristalización sobre el tamaño de partículas

El análisis del comportamiento del consumo específico para la cristalización teniendo en cuenta el tiempo de residencia del licor producto en la destilación muestra una incidencia sobre el tamaño de partículas como lo corrobora la figura 3.2.

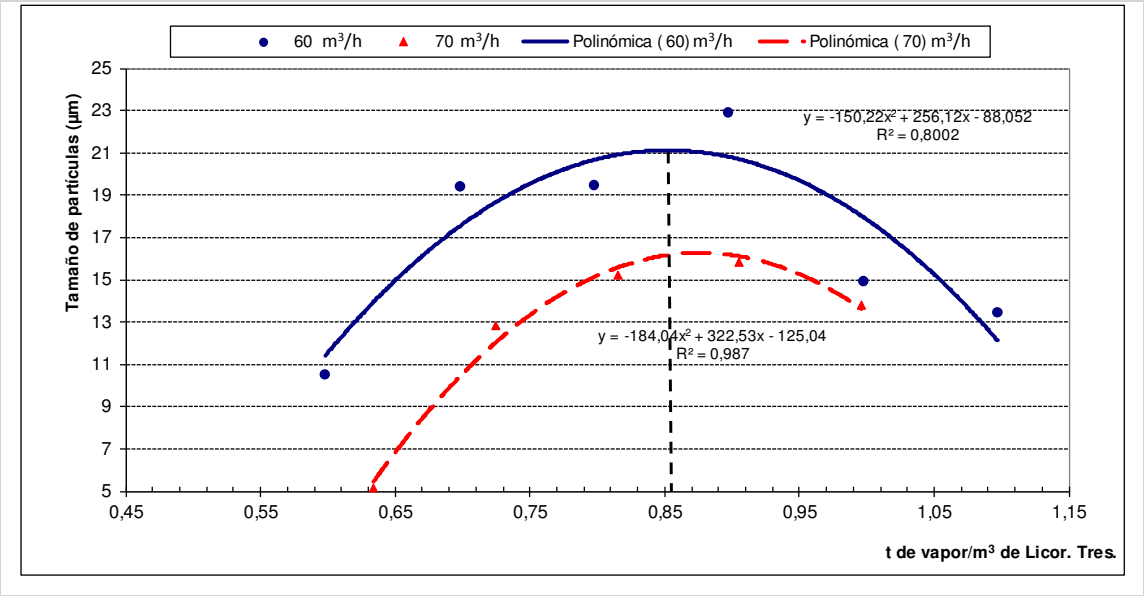

Figura 3.2 Efecto del consumo específico de vapor para la cristalización sobre el tamaño de partículas.

En la figura 3.2 se observa que al aumentar la Qv el tamaño de partículas pasa por un máximo, lo que constituye una regularidad en su comportamiento. Los máximos valores se encuentran en la región ubicada entre 0,79 y 0,91 t/(m^3·min).

Los valores con máximo TPAR se corresponden en ambos casos con las pruebas experimentales 2, 4 y 6 de la tabla A-2.1.

Como orientación metodológica para próximos trabajos- que aseguren una mayor población de datos-, se explicará la posibilidad de obtener un modelo de regresión

lineal múltiple empleando el Statgraphics que permitirá predecir el TPAR en la descarga del alambique a partir de la relación FV/(FL·Tr). Con los datos de la tabla 3.1 se obtuvo la ecuación (3.1):

$$TPAR = -53,28 - 0,57FL + 386,06FV/FL + 122,83FV/(FL \cdot Tres) - 435,05FV/FL \cdot (FV/(FLTres)) \quad (3.1)$$

El coeficiente de distribución obtenido (R^2 = 69,14) explica la variabilidad del tamaño de las partículas en la descarga de los alambiques, considerándose el valor aceptable para la escala experimental y la pobre población de datos.

Como se observa en la ecuación 3.1, el signo positivo del tercer y cuarto término contradice la regularidad expresada en las figuras 3.1 y 3.2, lo que puede estar influenciado por el signo negativo del coeficiente libre de la ecuación. El TP pasa por un máximo al aumentar FV/FL y Qv como se muestra en las figuras 3.1 y 3.2. El signo de la interacción entre ambos [$FV/FL \cdot (FV/(FLTres)$] indica que el TPAR pasa por un máximo, expresado por la parte superior de la curva que forma casi una meseta, y que posteriormente sus valores descienden.

3.3 Influencia del consumo específico de vapor sobre la velocidad de sedimentación.

Con los resultados obtenidos de las pruebas experimentales se procedió a clasificar los experimentos según flujos de licor producto, tiempo de residencia, consumo específico de vapor y velocidad de cristalización, para la variable de respuesta, velocidad de sedimentación, como se muestran en la tabla 3.2 y con ello se procedió a graficar y analizar el comportamiento de los mismos.

Tabla 3.2 Resultados de velocidad de sedimentación para los dos flujos de licor estudiados.

Q LP, m^3/h	Qv, t/h	T_{res}, min	FV/FL, tvap/m^3 LP	Qv, t vap/(m^3·min)	VSED R8-1	VSED R8-2	VSED R8-3	VSED PROM
60	12	20,05	0,20	0,60	1,74	0,40	0,40	0,85
60	14	20,05	0,23	0,70	8,68	8,28	7,00	7,99
60	16	20,05	0,27	0,80	8,68	8,85	8,68	8,74
60	18	20,05	0,30	0,90	6,79	7,65	8,60	7,68
60	20	20,05	0,33	1,00	3,13	2,59	4,18	3,30
60	22	20,05	0,37	1,10	7,59	0,40	0,40	2,80

Q LP, m^3/h	Qv, t/h	T_{res}, min	FV/FL, tvap/m^3 LP	Qv, t vap/(m^3·min)	VSED R8-1	VSED R8-2	VSED R8-3	VSED PROM
70	14	18,93	0,20	0,63	0,40	0,40	0,40	0,40
70	16	18,93	0,23	0,72	0,57	0,57	0,57	0,57
70	18	18,93	0,26	0,82	5,50	6,36	2,82	4,89
70	20	18,93	0,29	0,91	7,11	7,28	5,07	6,49
70	22	18,93	0,31	1,00	2,45	2,47	2,58	2,50

Basados en los resultados que se muestran en la tabla 3.2 se construyó la figura 3.3, en la que se observa un marcado efecto del consumo específico de vapor sobre la velocidad de sedimentación del CBNi en el producto descargado por el alambique, lo que constituye una confirmación de los resultados del trabajo de Medrano I, (2004).

En la figura 3.3 se muestra el comportamiento de la velocidad de sedimentación para el rango de consumo específico de vapor comprendido entre 0,2 y 0,4 t/ m^3 (toneladas de vapor/m^3 de LP) para los dos flujos de licor producto. La VSED alcanza un máximo de 8,0 m/h, cuyas posiciones respecto al FV/FL, se ubica entre (0,25 y 0,30) t /m^3, para un flujo de LP de 60 m^3/h. Al variar el consumo de vapor fuera de este rango, la VSED disminuye gradualmente hasta 3 m/h.

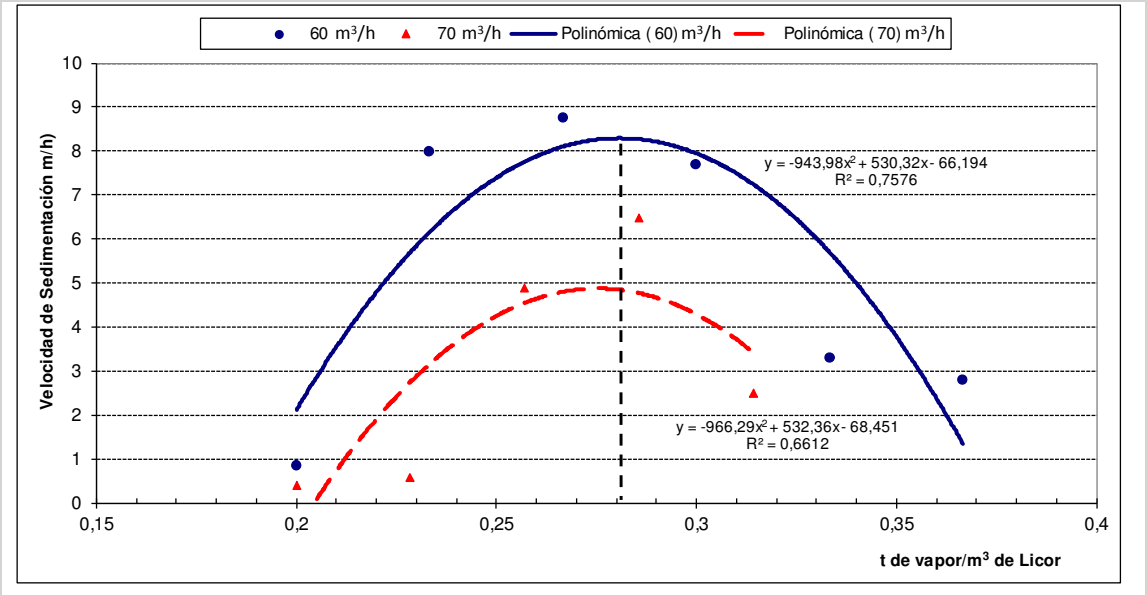

Figura 3.3 Influencia del consumo específico de vapor sobre la velocidad de sedimentación.

Al operar el alambique con 70 m^3/h de LP para el valor de FV/FL= 0,285 t/m^3, se alcanza un máximo valor crítico de 4,9 m/h. Al aumentar FV/FL la VSED no es apropiada para operar el proceso.

Los valores de máxima VSED se corresponden en ambos casos con las pruebas experimentales 2, 4 y 6, como se muestra en la tabla A2.1, coincidente con el TPAR.

La figura 3.3, también expresa, un buen coeficiente de distribución (R^2=0,66 y 0,76) para cada FL, lo que se muestra en las ecuaciones polinómicas en el interior del gráfico. El comportamiento cualitativo de la VSED al variar FV/FL es análogo al explicado para el TPAR, mientras que en lo cuantitativo, existen marcadas diferencias en los saltos de valores en las VSED respecto a los FL, y en la estrecha región de los valores de FV/FL.

3.4 Influencia de la velocidad de cristalización sobre la velocidad de sedimentación.

El efecto del consumo específico para la cristalización sobre la velocidad de sedimentación se muestra en la figura 3.4. En la misma se observa que al aumentar Qv el tamaño de partículas pasa por un máximo, lo que constituye una regularidad en su comportamiento. Los máximos valores se encuentran en la región ubicada entre 0,79 y 0,91 t/(m^3·min).

Los valores con máximo VSED se corresponden en ambos casos con las pruebas experimentales 2, 4 y 6.

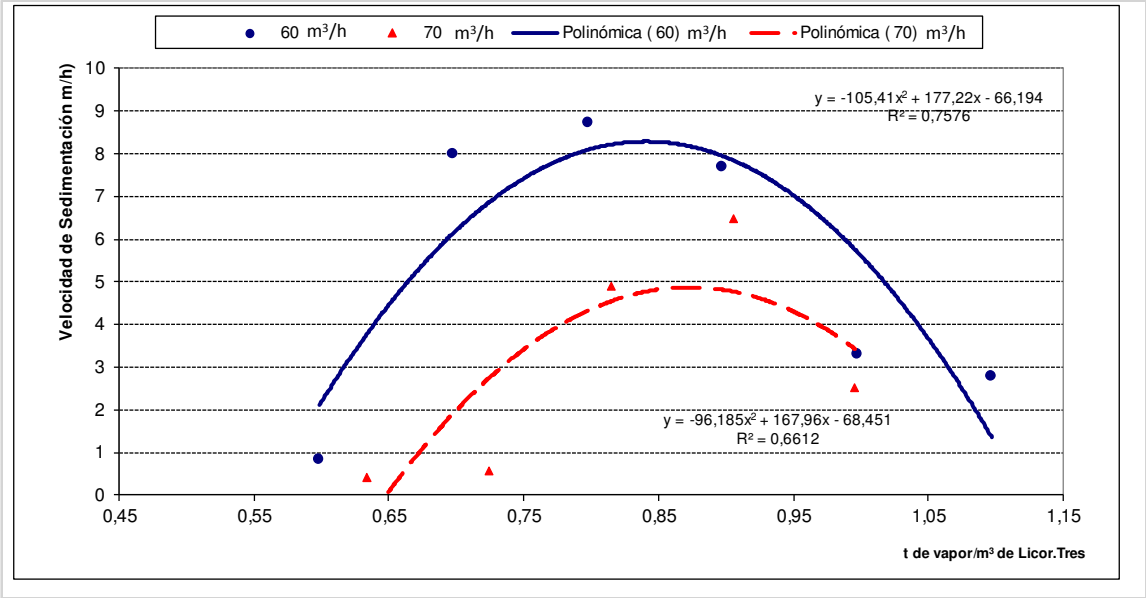

Figura 3.4 Influencia del consumo específico de vapor para la cristalización sobre la velocidad de sedimentación.

El modelo de regresión para la VSED tiene la misma intención metodológica explicada en el modelo de regresión de TPAR, el cual se muestra en la ecuación 3.2.

$$VSED = -9{,}08 - 0{,}85FL - 135{,}17FV \cdot FL + 364{,}29FL/(FV \cdot Tres) - 287{,}44FV/FL.(FV/(FL \cdot Tres)) \quad (3.2)$$

El coeficiente de correlación obtenido (R^2 = 65.68), reproduce lo explicado para el TPAR por la ecuación 3.1, lo que confirma la metodología ilustrada.

3.5 Análisis de Correlación.

Los resultados del coeficiente de correlación para las variables estudiadas: Relación FV/FL, Qv, FL y VSED, se muestran en la tabla 3.3.

Tabla 3.3. Tabla de correlación par de las variables analizadas.

	TAMAÑO DE PARTÍCULAS			
	Rel. FV/FL	FV/(m^3·Tres)	FL	VSED
Coeficiente de correlación par	0,409	0,358	-0,451	0,834
	VELOCIDAD DE SEDIMENTACIÓN			
	Rel. FV/FL	FV/(m^3·Tres)	FL	TPAR
Coeficiente de correlación par	0,265	0,244	-0,264	0,834

Estos valores indican una correlación significativa entre las variables estudiadas. La naturaleza de esta correlación es altamente positiva para el TPAR y VSED, de lo que se infiere, que al incrementarse el tamaño de partículas, también se incrementará la velocidad de sedimentación y viceversa. Para el caso de las variables FV/FL y FV/(m^3·min), la correlación es positiva, indicando que al incrementarse esta, debe esperarse un incremento del tamaño de partículas, para el caso de la variable FL, al incrementar esta se debe esperar una disminución del TPAR y de la VSED.

De la misma manera que se explicó para los modelos de regresión TPAR y VSED, a continuación se muestra el modelo integrado por la ecuación 3.3:

$$TPAR = -44{,}93 + 0{,}21\ FL + 510{,}42\ FV \cdot FL - 67{,}59\ FV/(FL \cdot tres) - 170{,}60\ FV/FL \cdot (FV/FL \cdot tres)) + 0{,}92\ VSED \quad (3.3)$$

El coeficiente de distribución obtenido (R^2 = 80,74) explica la interrelación existente entre las variables TPAR y VSED, lo que es bueno para la escala experimental y la pobre población de datos. La importancia del futuro modelo integrado radica en la posibilidad de pronosticar el TPAR a partir de los demás parámetros de operación y la VSED, cuando el equipo de medición de TPAR esté dañado.

3.6 Optimización de los resultados considerando las pérdidas de amoníaco residual

3.6.1 Optimización del consumo específico de vapor

El control de las pérdidas de amoníaco reviste particular importancia, pues de ella dependerá el costo de operación del proceso de destilación, como lo refiere Rodrigues, M. C. (1989), en los trabajos investigativos realizados en la planta de Recuperación de amoníaco de Nicaro y la experiencia propia de la planta, por tanto, será necesario optimizar la relación FV/FL con respecto a la concentración de amoníaco residual obtenidas en la descarga del alambique.

En la figura 3.5 se muestra el efecto de la concentración de amoníaco residual para las condiciones de optimización de la relación flujo de vapor/flujo de licor. Como se observa, la región sombreada representa la zona óptima recomendada para la operación del FV/FL, la que comienza en el punto "A"- de intersección con la norma de CNH_3 = 1,5 g/L en el licor residual-, pero por problemas de seguridad se operará el alambique a partir de la FV/FL = 0,275 t/m^3 que se corresponde con CNH_3 = 1,4 g/L.

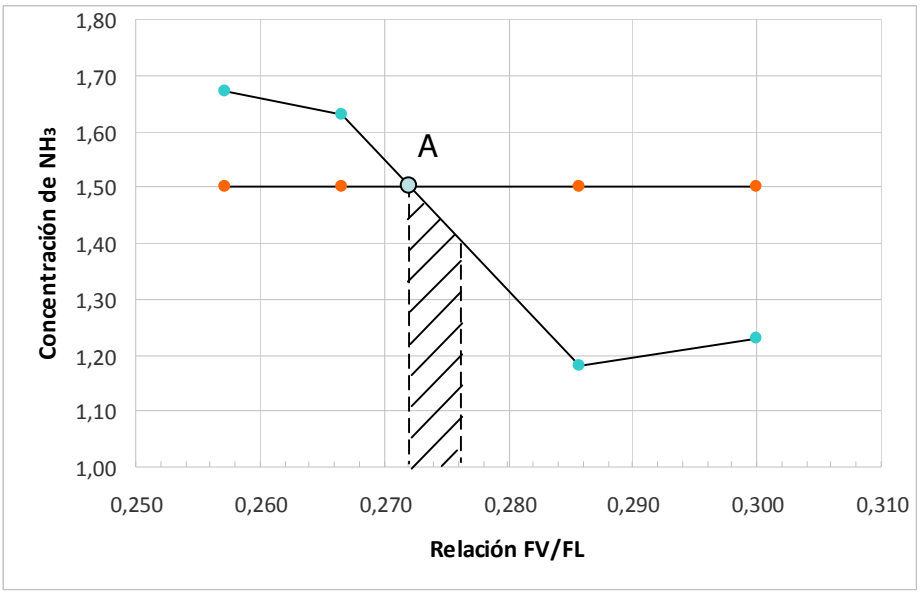

Figura 3.5 Influencia del consumo específico de vapor sobre la concentración de amoníaco.

3.6.2 Optimización de la velocidad de cristalización

En la figura 3.6 se muestra el efecto de la concentración de amoníaco residual para las condiciones de optimización de la relación FV/(FL·Tr).

Como se observa los resultados con concentraciones de amoníaco menores a 1,5 g/L e inferiores a este valor se alcanzan al operar el alambique en el rango entre 0,845 y 0,906 t/(m^3·min) para cada uno de los flujos de licor experimentados, el punto de intersección "B" con valor igual a 0,848, se corresponde con la zona óptima donde se comienza a operar el alambique para lograr pérdidas de amoníaco por debajo de la norma, pero por problemas de seguridad operaremos el alambique a partir de la relación de 0,85, como se observa en la región sombreada, correspondiendo esta condición con un flujo de licor producto de 60 m^3/h y flujo de vapor de 17,0 t/h.

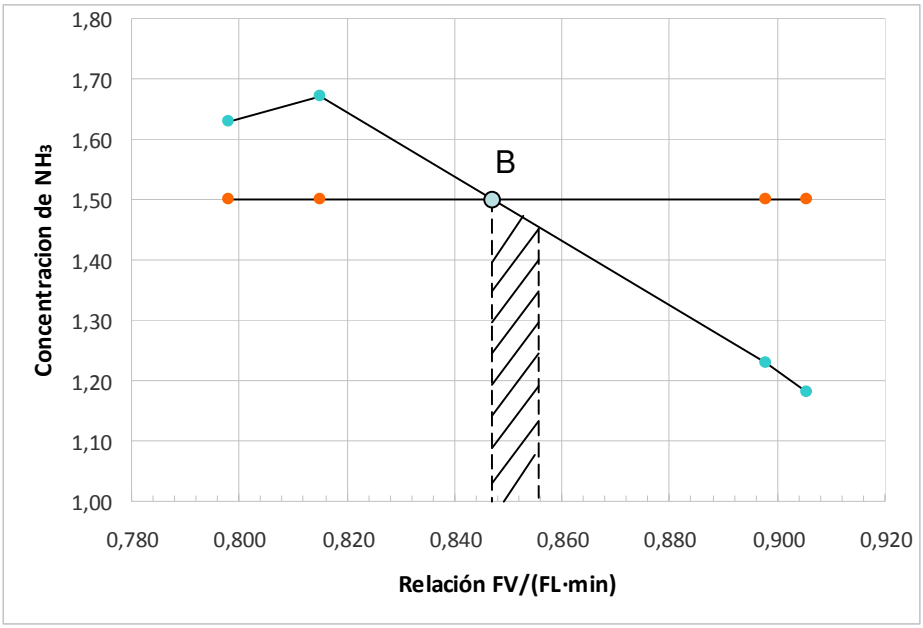

Figura 3.6 Influencia del consumo específico de vapor para la cristalización sobre la concentración de amoníaco.

3.7 Análisis del comportamiento de las condiciones experimentales

3.7.1 Comportamiento de los flujos materiales del proceso.

El efecto de la temperatura del vapor alimentado a los alambiques ha constituido objeto de investigación al analizar la influencia de este sobre el CBNi destilado. Según criterios y sugerencias de trabajos realizados Chaviano R.L, (2000), considera que el vapor que se suministra a la destilación debe ser saturado y seco y con una temperatura de 104 °C, que al compararse con otras tecnologías como INCO, NONOC y NICARO, refleja una diferencia notable.

En la figura 3.7 se muestra el comportamiento de la temperatura del vapor alimentado al alambique, la temperatura en el tope y la temperatura de la pulpa con respecto a la velocidad específica de vapor para las diferentes pruebas realizadas, los resultados se aprecian en la tabla A2.2.

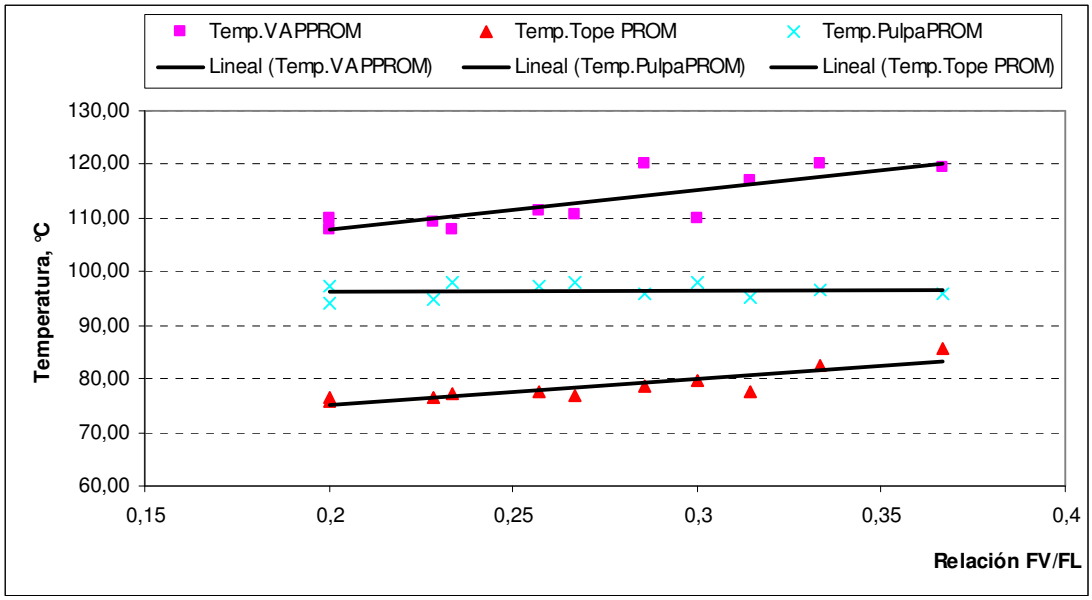

Figura 3.7 Variación de la temperatura con respecto al consumo específico de vapor para las diferentes pruebas.

Como se observa para los rangos de FV/FL estudiados existen pocas variaciones en los valores de temperatura del vapor alimentado a los alambiques, oscilando entre 110 y 120 °C, de igual forma sucede para la temperatura en el tope que oscila entre 78 y 80 °C, solo incrementándose a valores superiores a 85 °C, en las pruebas correspondientes a consumos específicos de vapor por encima de 0,3

t/m^3, por lo que, no se observan incrementos significativos en la temperatura de la pulpa descargada por el alambique, para las diferentes pruebas realizadas.

3.7.2 Análisis de los flujos de licor producto

El efecto de los flujos de licor producto en la destilación ha sido objeto de estudio, Rodrigues - Mateo, C. (1989) en RRL consideró que al variar este se logran diferentes tiempos de residencia como se observa en la figura 1.2 del epígrafe 1.2.2, este parámetro tuvo una marcada influencia sobre la estructura del precipitado de CBNi durante la destilación y se observaron variabilidades en las características físicas del CBNi obtenidos en la descarga del alambique, además de obtenerse tortas de mala filtración. Este comportamiento también fue corroborado en los experimentos realizados, apreciándose variaciones en el TPAR y en la VSED logradas para los tiempos de residencia analizados.

3.7.2.1 Influencia de la relación mNi·(mCO_2/mNH_3) en el licor producto sobre el tamaño de partículas.

El efecto de la composición del licor producto sobre la calidad del CBNi ha sido investigado por diversos autores, Blanco, L. (1996), y Chaviano, R. L (2000) enuncian que el incremento de la relación mNi·(mCO_2/mNH_3) en el licor producto a destilar mejora la densidad del CBNi y del óxido descargado por los Calcinadores, la que varía desde 2,1 hasta 2,7 g/cm^3 para el rango de temperatura del vapor alimentado al alambique de 110 a 120 ℃, incrementándose esta en la medida que disminuye la temperatura, por esta razón se analiza el comportamiento de la misma para las diferentes pruebas.

En la figura 3.8 se muestra la relación existente entre la masa de carbonato de níquel y la masa de amoníaco en el licor producto alimentado al alambique con respecto al tamaño de partículas para las pruebas realizadas.

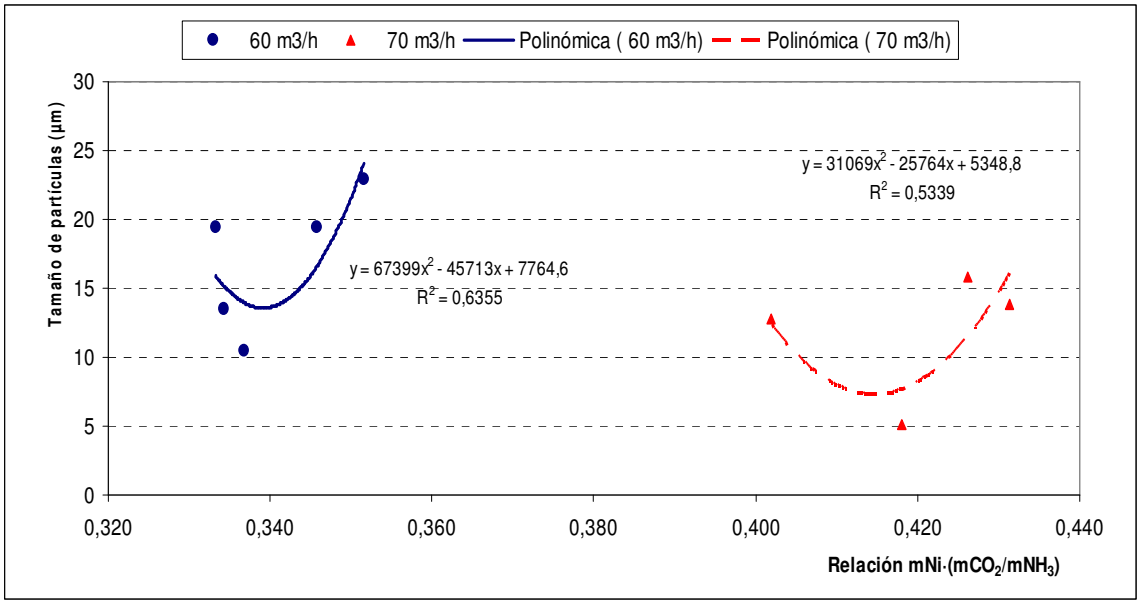

Figura 3.8 Influencia de la relación masa de carbonato de níquel masa de amoníaco con respecto al tamaño de partículas.

Como puede apreciarse para ambos flujos de licor analizados, a medida que aumenta la relación $mNi\cdot(mCO_2/mNH_3)$ aumenta el TPAR, incrementándose esta hasta valores de 23 micrómetros al operar con menores flujos de licor producto (60 m^3/h), lo cual se explica porque al disminuir el flujo de licor producto desde 70 hasta 60 m^3/h, aumenta el tiempo de residencia desde 18,93 hasta 20,03 minutos, como se observa en la figura 1.2 del epígrafe 1.2.2, por tanto, a mayor T_{res} mayor probabilidad de crecimiento del TPAR.

Por cuanto, no existe una demostración cuantitativa experimental sobre esta relación en la UDP, se recomienda estudiar el tiempo de residencia usando un trazador.

3.8 Conclusiones parciales

Se demostró la hipótesis científica del trabajo mediante los resultados siguientes:

1) Se estableció la regularidad del comportamiento del tamaño de partículas y velocidad de sedimentación al variar las relaciones FV/FL y Q_V, las cuales pasan por un máximo al aumentar las mismas, lo que permitió optimizar los mencionados parámetros de operación.
2) Se establecieron las regiones óptimas de operación de las relaciones FV/FL y Qv considerando las normas de concentración de amoníaco residual, las que se encuentran:

   entre 0,272÷0,276 t/m^3 que garantizan TPAR entre 19 ÷ 21 micrómetros y VSED de 8 ÷ 8.8 m/h;

   entre 0,79÷0,91 t/(m^3·min) que garantizan TPAR entre 19 ÷ 21 micrómetros y VSED de 8 ÷ 8.8 m/h.
3) Se ilustró la metodología para obtener los modelos matemáticos de regresión, correlación par y el integrado de TPAR y VSED respecto al resto de las variables.

3.9 VALORACIÓN ECONÓMICA DE LOS RESULTADOS

Atendiendo a los resultados del epígrafe 3.6 se estableció un incremento del tamaño de las partículas de CBNi de alrededor 10 micrómetros respecto a los valores medios anuales obtenidos en el proceso, lo que permite cumplir con el objetivo general del trabajo. Por consiguiente, a continuación se estimarán los indicadores económicos anuales que beneficiarán a la empresa-ECG, para lo cual se emplearon los datos oficiales de la ECG correspondientes al año 2015, procedentes de Contabilidad Metalúrgica-Producción, y Planificación, cuya fuente es el reporte anual metalúrgico de la empresa.

3.9.1 Cálculo del consumo de vapor y de petróleo para el año.

Datos de contabilidad metalúrgica de la empresa: Valores Promedios

Flujo de licor: 4 334 m^3/d,

Datos tomados de los reportes de INTRANET de la ECG

Relación vapor- licor: 0,29 kg/m^3,

Relación vapor- licor de las pruebas: 0,27 kg/m^3

Por consiguiente el ahorro de vapor será:

$$\frac{\Delta FV}{FL} = \text{Re } l.\frac{FV}{FL_{mes}} - \text{Re } l.\frac{FV}{FL}$$

$$\frac{\Delta FV}{FL} = 0{,}29 - 0{,}27$$

$$\frac{\Delta FV}{FL} = 0{,}02 \;\; Kg/m^3$$

$$\Delta FV = 0{,}02 \cdot FL$$

$$\Delta FV = 0{,}02 \cdot 4\;\;334 = 86{,}68$$

$$\Delta FV = \frac{kg}{m^3} \cdot \frac{m^3}{d} = \frac{kg}{d}$$

Entonces para un año se tendrá:

$$\Delta FV_{anual} = 86{,}68 \cdot 365$$

$$\Delta FV = \frac{kg}{d} \cdot \frac{d}{año} = \frac{kg}{año}$$

$$\Delta FV_{anual} = 31\ \ 638\ \ \frac{Kg_{vapor}}{año}$$

Su equivalente en petróleo sería:

Según índice de CTE, $\frac{Kg\ Petróleo}{Kg\ vapor} = 0{,}0852$

$$\frac{kg_{Petróleo}}{año} = 0{,}0852 \cdot \frac{31\ \ 638}{1000} = 2{,}7\ \frac{t\ _{petróleo}}{año}$$

El costo anual sería:

$$\frac{Costo}{año} = \frac{t\ _{petróleo}}{año} \cdot \frac{USD}{t_{petróleo}}$$

Por datos de planificación al cierre del año 2015 el costo de la tonelada de petróleo fue 225 USD, por tanto, el correspondiente aporte en dinero es el siguiente:

$$\frac{Costo}{año} = 2{,}7 \cdot 225$$

$$\frac{Costo}{año} = 607\ \frac{USD}{año}$$

3.9.2 Cálculo del ahorro de amoníaco.

Datos de los reportes de INTRANET de la ECG del cierre del año 2015.

Concentración de amoníaco actual en la descarga: 1,6 g/L,

Concentración de amoníaco en la descarga en la pruebas 1,4 g/L, según epígrafe 3.3.1, que significa que el ahorro se designa como $\Delta(NH_3)$.

De acuerdo a los datos iniciales del epígrafe 3.5.1, se toma el flujo de licor promedio para calcular la masa de amoníaco que se ahorra por la expresión:

$$\frac{t_{NH_3}}{d} = \frac{FL \cdot \Delta(NH_3)}{1000}$$

$$\frac{t_{NH_3}}{d} = \frac{4\ \ 334 \cdot (1{,}6 - 1{,}4)}{1000}$$

$$\frac{t_{NH_3}}{d} = 0{,}86$$

$$\frac{t_{NH_3}}{d} = \frac{m^3}{d} \cdot \frac{kg}{m^3} \cdot \frac{t}{kg}$$

Para llevar el ahorro de amoníaco al año se multiplica por 365 días:

$$\frac{t_{NH_3}}{año} = 0{,}86 \cdot 365 = 316{,}8$$

El aporte en USD anual sería:

$$\frac{Costo}{año} = \frac{t_{NH_3}}{año} \cdot \frac{USD}{t_{NH_3}}$$

$$\frac{Costo}{año} = 316{,}8 \cdot 772 = 244\ \ 569\ \frac{USD}{año}$$

3.9.3 Cálculo del ahorro de combustible en los calcinadores.

Datos del reporte de granulometría de la C-6 de INTRANET de la ECG del año 2015

Contenidos de finos menor de 2,5 mm en el oxido descargado por calcinadores en período normal

Contenidos de finos menor de 2,5 mm en el oxido descargado por calcinadores en período de crisis

Datos del reporte de producción de la planta de INTRANET de la ECG.

Combustible consumido para el óxido descargado por calcinadores en período normal

Combustible consumido para el óxido descargado en período de crisis.

De acuerdo a los datos iniciales, se parte de igual productividad de carbonato húmedo alimentado a los Calcinadores de 11,0 t/h para ambos períodos. Datos del reporte de contabilidad metalúrgica de la planta.

Se calculan las toneladas de óxido descargado por los Calcinadores por la expresión:

$$Ton_{NiO\,desc.HC} = \frac{(t_{Ni\,dest} - t_{Ni\,perd.Sed.01} - t_{\ Ni\,Perd.gases\,EF})}{\mathrm{Pr}\,om.Ni_{C-6}}$$

$$t_{NiPerd.Gases\,EF} = (t_{Ni\,dest} - t_{Ni\,Perd.01}) \cdot \frac{0{,}08}{100}$$

0,08, factor de pérdidas de los electrofiltros según diseño.

$$Indice\ de\ petróleo_{HC} = \frac{(t_{crudo} + t_{regular})}{t_{Oxido\ desc.\ HC}}$$

$$Indice\ de\ petróleo_{HC} = (Indice\ de\ petróleo_{Crisis} - Indice\ de\ petróleo_{normal})$$

$$Indice\ de\ petróleo_{HC} = (0{,}412 - 0{,}409)$$

$$Indice\ de\ petróleo_{HC} = 0{,}009$$

$\frac{t_{Oxido\ desc}}{año} = 18625$, datos del reporte metalúrgico de producción año 2015.

El ahorro de petróleo sería:

$$\frac{t_{Petróleo}}{año} = \frac{t_{Oxido\ desc}}{año} \cdot Indice\ de\ petróleo_{HC}$$

$$\frac{t_{Petróleo}}{año} = 18625 \cdot 0{,}009 = 160{,}41$$

El costo anual sería:

$$\frac{Costo}{año} = \frac{t_{\ petróleo}}{año} \cdot \frac{USD}{t_{petróleo}}$$

Por datos de planificación al cierre del año 2015 el costo de la tonelada de petróleo fue 270 USD, por tanto, el correspondiente aporte en dinero es el siguiente:

$$\frac{Costo}{año} = 160{,}41 \cdot 270$$

$$\frac{Costo}{año} = 43\ \ 310 \frac{USD}{año}$$

3.9.4 Cálculo del ahorro de combustible en la Máquina de Sinter al mejorar la calidad del óxido alimentado a Sinter.

Datos oficiales de contabilidad metalúrgica de la empresa (Rosell) del año 2015.

Toneladas de Ni en forma de óxido alimentado a la máquina de Sinterizar

Toneladas de Ni envasados en forma de Sinter.

Combustible de diesel consumido para el sinter envasado.

Datos oficiales de la planta de Calcinación por el sobregiro de combustible diesel utilizado en la máquina de Sinter en el año 2015 por mala calidad del oxido alimentado.

$$Indice\ de\ Diesel_{MS} = \frac{t_{Diesel\ consumido}}{t_{S\,\text{int}\,er\ Envasado}}$$

El ahorro de diesel sería:

$$\frac{t_{Diesel}}{año} = \frac{t_{S\,\text{int}\,er\ Envasado}}{año} \cdot Indice\ \ de\ diesel_{MS}$$

$$Indice\ de\ diesel_{MS} = Indice\ de\ diesel_{REAL} - Indice\ de\ diesel_{PLAN}$$

$$Indice\ de\ diesel_{MS} = 0{,}03 - 0{,}02$$

$$Indice\ de\ diesel_{MS} = 0{,}01$$

$\frac{t_{Diesel}}{año} = 8\ \ 929{,}2 \cdot 0{,}01 = 108$, El costo anual sería:

$$\frac{Costo}{año} = \frac{t_{\ Diesel}}{año} \cdot \frac{USD}{t_{Diesel}}$$

Por datos de planificación al cierre del año 2015 el costo de la tonelada de diesel fue 840 USD, por tanto, el correspondiente ahorro en dinero es el siguiente:

$$\frac{Costo}{año} = 108\ \cdot 840$$

$$\frac{Costo}{año} = 90\ \ 720 \frac{USD}{año}$$

3.9.5 Cálculo por el incremento de la productividad del Sinter al mejorar la calidad del óxido alimentado al proceso.

Datos oficiales de contabilidad metalúrgica de la empresa (Rosell) del año 2015.

Toneladas de Ni en forma de óxido alimentado a la máquina de Sinterizar

Toneladas de Ni envasados en forma de Sinter.

Calculo de las toneladas de Ni estimadas a envasar.

$$\frac{t_{Ni\ Estimadas}}{año} = (t_{Ni\ a\lim entada\ a\ MS} - t_{Ni\ inventario\ S\,\mathrm{int}\,er} - t_{Ni\ perd.FManga} - t_{Ni\ \ In\,\det er\,\min adas})$$

$$\frac{t_{Ni\ Dejadas\ de\ producir}}{año} = (t_{Ni\ Estimadas} - t_{Ni\ Envasadas})$$

$$\frac{t_{Ni\ Dejadas\ de\ producir}}{año} = (8\ \ 941{,}6 - 8\ \ 929{,}2)$$

$$\frac{t_{Ni\ Dejadas\ de\ producir}}{año} = 16{,}61$$

El ingreso anual al incrementar la producción de Ni en Sinter en 16,61 t sería:

$$\frac{Costo}{año} = \frac{t_{\ Ni\ Dejadas\ de\ producir}}{año} \cdot \frac{USD}{t_{Ni\ S\,\mathrm{int}\,er}}$$

$$\frac{Costo}{año} = 16{,}62 \text{-} 8\ \ 445$$

$$\frac{Costo}{año} = 140\ \ 290 \frac{USD}{año}$$

Los resultados anteriores se resumen en la siguiente tabla 4.

Tabla No.4 Resumen de los resultados económicos

CONCEPTO	**Cantidad, t/año**	**Precio, t/año**	**Ahorro, USD/año**
Por petróleo en CTE	2,70	225,00	607,00
Por amoníaco	316,80	772,00	244 569,00
Por petróleo en HC	160,41	270,00	43 310,00
Por diesel en M/S	108,00	840,00	90 720,00
Por incremento de productividad	16,61	8 445,00	140 290,00
Total			**299 383,00**

El aporte por la implementación de la investigación sería alrededor de 300 000 USD/año.

CONCLUSIONES GENERALES

1. Se optimizó el consumo específico de vapor (**FV**/**FL)** entre 0,272 ÷ 0,276 t/m^3 para lograr TPAR y VSED, superiores a 21 micrómetros y 8 m/h, manteniendo bajas perdidas de amoníaco en el proceso.
2. Se fundamentó la posible introducción del nuevo parámetro Qv para regular el TPAR y VSED con el propósito de estabilizar la calidad del CBNi. Sus valores óptimos pasan por un máximo al aumentar Qv, los que se encuentran entre 0,79 ÷ 0,91 t/(m^3·min).
3. Se estableció una correlación par significativa para TPAR y VSED entre las variables estudiadas a pesar de la insuficiente población de datos. La única variable que influye negativamente sobre TPAR y VSED es el incremento de FL.
4. Se demostró que al optimizar la relación FV/FL para obtener los mejores valores de TPAR y VSED se estimó un: incremento de producción de Sinter de alrededor de 16 t/año; un ahorro de amoníaco de 2,7 t/año, de petróleo en CTE de 316 t/año y 160 t/año en Calcinación, así como, 108 t/año de diesel en Sinter, lo que significó un aporte de 300 000 USD/año respecto a los datos oficiales del año 2015.
5. Se validó una metodología de investigación a escala industrial en una unidad demostrativa de producción comercial de la planta de Recuperación de Amoníaco para optimizar los parámetros de cristalización del CBNi (**FV**/**FL** y $\mathbf{Q_V}$) que permitirá garantizar una calidad estable de este producto alimentado a Calcinación en cuanto a TPAR y VSED, lo que constituye el aporte científico-metodológico del presente trabajo.

RECOMENDACIONES

1. Evaluar otros niveles de experimentación (flujos de licor producto de 50 y 65 m^3/h) en futuros trabajos en la unidad demostrativa para corroborar el comportamiento de los resultados obtenidos.
2. Evaluar tiempos de residencias usando una sustancia trazadora para los niveles de flujos de licor producto analizados en la unidad demostrativa.
3. Generalizar los resultados obtenidos de esta investigación al resto de los alambiques en operación y evaluar su efecto en la calidad del óxido descargado por los Calcinadores.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALEPUZ, LL. H. Informe final de ensemillamiento. Informe Técnico. CIL. Moa, 21 p. 1999.
2. ALEPUZ, LL. H. Uso de aditivos en la destilación. Informe Técnico. CIL. Cuba.18 p. 1999.
3. BLANCO, L. Resultados de los análisis del CBNi. Informe Técnico. CIL. Cuba.14 p. 1996.
4. BROWN, G. G. Operaciones básicas de la ingeniería química. Tomo II, Capítulo 33. 518 p. 1984.
5. CHAVIANO, R. L. Aplicación de la adición de soda a los alambiques de licor de la Empresa Ernesto Che Guevara. Informe Técnico. Moa. 8 p. 2000.
6. CHAVIANO, R. L. Mejoras introducidas al proceso de destilación del licor producto. Informe Técnico. Moa. 21 p. 2000.
7. FATJÓ, J. E; Rodrigues, L. Optimización de los alambiques de licor. Informe Técnico. Archivo Nicaro. 8 p. 1968.
8. GARCIA, P. A. Ensemillamiento en los alambiques de destilación de licor producto. Informe Técnico. Archivo Nicaro. 9 p. 1989.
9. GARZA, M. F. J, et al. Geometría de las fronteras intercristalinas. Revista de Ingeniería, Marzo, Vol. VIII, 26 p. 2005.
10. GUILARTE, G. Ejecución del proyecto de ensemillamiento en los alambiques de licor de la Empresa Ernesto Che Guevara. Tesis de grado. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa. 41 p. 1992.
11. HERRERA, J. V. Informe sobre pruebas realizadas con la tecnología destilación-evaporación a escala piloto. Nicaro. 18 p. 1974.

12. ILLIS, A; NEWLAN. G. C; KECHLER. H. J. Producción de óxido de níquel por procesos amoniacales. Canadian Mining and Metallurgical (CIM). Bulletin. Marzo. 1970.
13. MAJENDIE, C. R. Estudio a escala de banco de los parámetros de operación en el proceso de destilación y su influencia sobre las características del carbonato básico de níquel. Informe Técnico. CIL. Moa. 85 p. 2001.
14. Manual de operación Planta Recuperación de Amoníaco. Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Moa. 145 p. 2013.
15. Manual de operación Taller Calcinación y Sinter. Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Moa. 200 p. 1985.
16. MARCO, C., y BLANCAS, C. Análisis comparativo de la cinética de cristalización en condiciones de isotermas de Polipropilenos de reología controlada y de reactor. Revista iberoamericana de polímeros. Volumen 6 (1). 2005.
17. MEDRANO, I., ESPINOSA, E., y JIMENEZ, N. W. Pruebas de velocidad de sedimentación del carbonato en la empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Informe técnico. Moa. 16 p. 2004.
18. PERRY, P.H. Manual del ingeniero químico. 6ta Edición. Tomo I. Capítulo 19. Editorial McGRAW-HILL, 2577 p. 1976.
19. REGALADO, M., HERNANDEZ, J. y TERRERO, L. Estudio termodinámico en torre de destilación de la fábrica comandante Ernesto Che Guevara. Informe Técnico. CEDINIQ. Moa. 36 p. 2013.
20. RODRIGUEZ, G, J., FERNANDEZ, M. E. y ROJAS, P. A. L. Estudio de la variabilidad de las características del óxido de níquel de la Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Informe Técnico. ISMM. Moa. 42 p. 2001.
21. RODRIGUES, M. C., RODRIGUES, G. R. Disminución del gasto energético y de las pérdidas de níquel en la operación de los alambiques de licor. Informe Final de Investigación. Nicaro. 17 p. 1985.
22. RODRIGUES, M. C. Determinación de los parámetros de operación de los alambiques de licor de la planta nueva de recuperación de amoníaco. Prueba industrial. Informe Técnico. Nicaro. 28 p. 1989.

23. RODRIGUES, M. C. Aplicación de la inyección de licor de alto contenido de NH3 y CO2 a los alambiques durante la destilación del licor producto. Informe Técnico. Moa. 30 p. 2001.
24. TREYBAL, R.E. Operaciones de transferencia de masa. 6da Edición. Capítulo 6. 157, Editorial McGRAW-HILL, México, 862 p. 1982.
25. SAM, C., PEÑA, A. R. Integración numérica en Microsoft Excel para cálculo del tiempo medio de residencia en reactores continuos. CEINNIQ. Revista de Tecnología Química. Vol XXVI. No.1. 2006.
26. TABEADA, M. E., BOLADO, S., GRABER, T. Curso de cristalización industrial. Artículo Internet, 64 p. 2008.
27. VIVES, F. C. Estudio para determinar los parámetros óptimos de operación de las columnas de destilación de la planta nueva de Recuperación de Amoníaco. Informe Técnico. Nicaro. 16 p. 1974.
28. ZELIKMAN, A. N., VOLDMAN, G.M., BELIAEVSKAYA, L.V. Teoría de los procesos hidrometalúrgicos. Editorial VNESHTORGIZDAT Moscú, 482 p. 1982.

ANEXOS

ANEXO 1

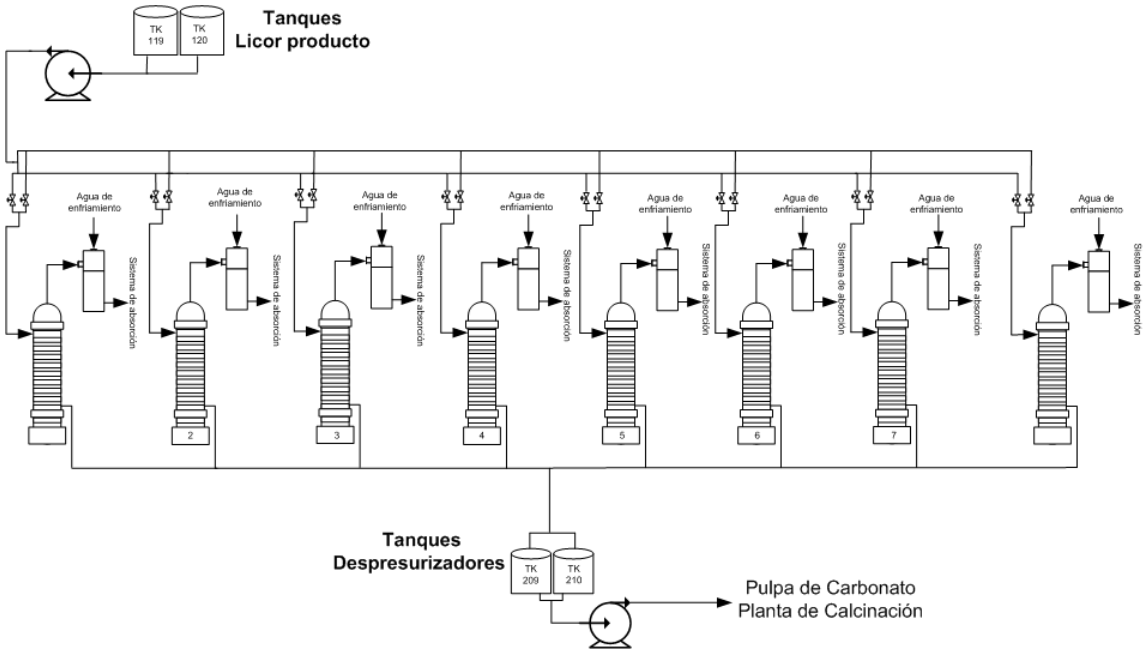

Figura A1 Esquema de flujo tecnológico del proceso de destilación de licor producto.

ANEXO 2

Tabla A2.1 Resultados de los experimentos.

No. Exp	TPAR 1	TPAR 2	TPAR 3	TPAR PROM	VSED 1	VSED 2	VSED 3	VSED PROM	NH3-1	NH3-2	NH3-3	NH_3 R8 PROM
1	12,44	9,63	9,44	10,50	1,74	0,40	0,40	0,85	13,34	13,50	13,93	13,59
2	20,62	19,27	18,22	19,37	8,68	8,28	7,00	7,99	1,81	1,96	1,70	1,82
3	6,28	4,30	4,82	5,13	0,40	0,40	0,40	0,40	17,23	16,79	15,27	16,43
4	19,76	19,53	19,01	19,43	8,68	8,85	8,68	8,74	1,42	1,59	1,73	1,58
5	18,02	9,67	10,73	12,80	0,57	0,57	0,57	0,57	4,81	3,47	3,35	3,88
6	23,41	22,36	22,81	22,86	6,79	7,65	8,60	7,68	1,24	1,21	1,22	1,22
7	17,30	18,66	9,63	15,20	5,50	6,36	2,82	4,89	1,22	1,54	2,34	1,70
8	15,44	14,21	15,13	14,92	3,13	2,59	4,18	3,30	1,42	1,41	1,39	1,41
9	16,15	15,73	15,64	15,84	7,11	7,28	5,07	6,49	1,13	1,33	1,09	1,18
10	15,44	12,29	12,62	13,45	7,59	0,40	0,40	2,80	1,43	1,37	1,23	1,34
11	13,95	13,66	13,85	13,82	5,47	5,41	5,07	5,32	1,30	1,66	1,62	1,53

1, 2 y 3. Réplicas de las pruebas correspondientes.

Tabla A2.2 Temperaturas del vapor, la pulpa y del tope del alambique 208.

No. Pruebas	TEMP. VAP1	TEMP. VAP2	TEMP. VAP3	TEMP. VAP PROM	TEMP. Tope 1	TEMP. Tope 2	TEMP. Tope 3	TEMP. Tope PROM	TEMP. Pulpa1	TEMP. Pulpa2	TEMP. Pulpa3	TEMP. Pulpa PROM
1	110,00	110,00	110,00	110,00	76,74	76,54	76,27	76,52	98,00	98,00	96,00	97,33
2	109,00	108,00	106,00	107,67	77,86	77,20	76,85	77,30	98,00	98,00	98,00	98,00
3	108,00	107,00	109,00	108,00	75,96	75,60	75,58	75,71	94,00	94,00	94,00	94,00
4	110,00	110,00	112,00	110,67	76,91	76,80	76,92	76,88	98,00	98,00	98,00	98,00
5	110,00	110,00	108,00	109,33	76,79	76,34	76,36	76,50	94,00	94,00	96,00	94,67
6	110,00	110,00	110,00	110,00	79,57	79,63	79,83	79,68	98,00	98,00	98,00	98,00
7	112,00	112,00	110,00	111,33	77,54	77,65	77,21	77,47	98,00	98,00	96,00	97,33
8	120,00	120,00	120,00	120,00	79,88	83,71	83,79	82,46	96,00	96,00	98,00	96,67
9	120,00	120,00	120,00	120,00	78,19	79,01	78,74	78,65	96,00	96,00	96,00	96,00
10	118,00	120,00	120,00	119,33	83,15	86,55	87,48	85,73	96,00	96,00	96,00	96,00
11	117,00	116,00	118,00	117,00	77,53	77,56	77,15	77,41	94,00	96,00	96,00	95,33

1, 2 y 3. Réplicas de las pruebas correspondientes.

ANEXO 3

Tabla A3.1 Composición química del licor producto alimentado al alambique, g/L.

No. EXP	NH3 R6	CO2 R6	Ni R6	Co R6	S R6
1	75,77	50,05	8,5	0,036	3,00
2	75,37	49,84	8,4	0,042	2,42
3	78,17	54,29	8,6	0,054	2,69
4	78,77	53,40	8,5	0,019	2,52
5	77,77	50,73	8,8	0,042	2,83
6	76,17	52,51	8,5	0,033	2,15
7	77,57	53,40	9,5	0,063	2,70
8	77,16	52,73	8,9	0,039	2,71
9	76,76	52,51	8,9	0,038	2,89
10	75,57	48,95	8,6	0,020	2,59
11	76,57	53,62	8,8	0,340	2,87

Tabla A3.2. Composición química del licor filtrado, g/L.

No. EXP	Ni R8-1	Ni R8-2	Ni R8-3	Ni R8 PROM	MgO R8 PROM	S R8 PROM
1	5,21	5,22	5,23	5,22	0,05	2,08
2	0,22	0,22	0,22	0,22	0,04	1,68
3	7,66	7,65	7,66	7,66	0,03	2,11
4	0,23	0,23	0,23	0,23	0,03	1,88
5	0,15	0,15	0,15	0,15	(*)	(*)
6	0,35	0,35	0,35	0,35	0,05	1,66
7	0,26	0,26	0,26	0,26	0,03	1,76
8	0,31	0,31	0,31	0,31	0,04	2,07
9	0,14	0,14	0,14	0,14	0,05	1,88
10	0,33	0,33	0,33	0,33	0,03	1,39
11	0,1	0,1	0,1	0,10	0,02	1,78

(*). No se realizó

Tabla A3.3 Composición química del sólido, %.

No. EXP	Ni R-8	Co R-8	Zn R-8	Mn R-8	MgO R-8	Fe R-8
1	44,34	0,209	0,068	0,353	0,45	0,043
2	47,14	0,156	0,056	0,253	0,24	0,038
3	45,6	0,463	0,157	0,074	0,88	0,150
4	47,55	0,106	0,050	0,231	0,17	0,016
5	47,47	0,238	0,064	0,345	0,37	0,291
6	48,56	0,319	0,058	0,198	0,20	0,049
7	47,55	0,160	0,054	0,23	0,24	0,027
8	47,47	0,206	0,053	0,192	0,21	0,042
9	46,98	0,177	0,054	0,238	0,20	0,033
10	48,85	0,216	0,058	0,242	0,27	0,054
11	47,67	0,138	0,066	0,344	0,32	0,065