



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

**INFLUENCIA DEL FLUJO DE LICOR PRODUCTO Y DEL VAPOR  
ESPECÍFICO SOBRE EL TAMAÑO Y LA VELOCIDAD DE  
SEDIMENTACIÓN DE LAS PARTICULAS DE CBNi EN LA PULPA  
DE DESTILACIÓN DEL LICOR**

**Tesis presentada en opción al título de Ingeniería en Metalurgia y Materiales**

**MARJORIS GONZÁLEZ CARDOZA**

**Moa 2016**



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

**INFLUENCIA DEL FLUJO DE LICOR PRODUCTO Y DEL VAPOR  
ESPECÍFICO SOBRE EL TAMAÑO Y LA VELOCIDAD DE  
SEDIMENTACIÓN DE LAS PARTICULAS DE CBNi EN LA PULPA  
DE DESTILACIÓN DEL LICOR**

**Tesis presentada en opción al título de Ingeniería en Metalurgia y Materiales**

**Diplomante: Marjoris González Cardoza**

**Tutor: Dr.C, Profesor Titular, Ing, Antonio Chang Cardona**

**MSc, Ing, Nerys Laborí Leyva**

**Moa 2016**

# DECLARACIÓN DE AUTORÍA

Declaro que soy el único autor de la tesis titulada: influencia del flujo de licor producto y del vapor específico sobre el tamaño y la velocidad de sedimentación de las partículas de CBNi en la pulpa de destilación del licor y concedo el total derecho 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.

Marjoris González Cardoza

---

Firma de autor

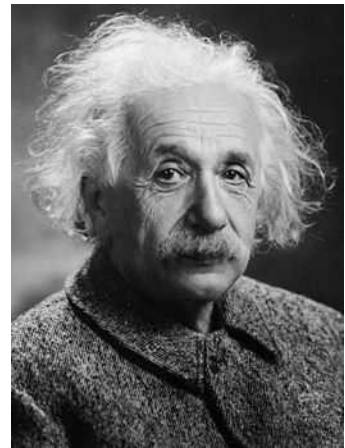
Dr. C. Antonio R. Chang Cardona

---

Firma de tutor

# PENSAMIENTO

"Hay una fuerza motriz más poderosa que el vapor, la electricidad y la energía atómica: **la voluntad.**"



*Albert Einstein*

## DEDICATORIA

*Dedico este Trabajo de Diploma con mucho amor a: mi hija Daikelín Vázquez González, que ha sido mi principal motivación e impulso durante toda la carrera. Ella es la luz de mis días y noche, mi tesoro más preciado, y en función de su educación y formación, me he esforzado para terminar esta carrera y ser uno de sus ejemplos a seguir en su vida como profesional.*

# AGRADECIMIENTOS

Ofrezco mis más sinceros agradecimientos a todos los que han contribuidos al desarrollo de este trabajo:

- ✓ A mis tutores, Dr. C. Antonio Chang Cardona, por cada uno de sus consejos, por su paciencia y entrega en la realización de esta investigación y al MS.c. Nerys Labori Leyva.
- ✓ A mi madre, hermanos, abuelos y sobre todo a mi hija por apoyarme en momentos de flaqueza, por su confianza e infinito amor.
- ✓ A mi compañero de la vida Ramsés Perdomo García, por su comprensión, espera y sus palabras de aliento en los momentos difíciles.
- ✓ A mis amistades, y a todos los que me quieren en bien y que en algún momento me ayudaron con un consejo o alguna idea.
- ✓ A mis profesores del Departamento de Metalurgia-Química que sin sus enseñanzas mis sueños no se hubieran hecho realidad y a mis compañeros de estudio a lo largo de mi carrera que hoy somos una familia.
- ✓ A los compañeros de la Empresa Cdte Ernesto Che Guevara y del Laboratorio Central, por toda la información facilitada para el desarrollo de la investigación, en especial al Ing. Zeudy Calderin Coss y el MS.c. Eluberto Espinosa Espinosa, y a todos aquellos que de una forma u otra contribuyeron a la realización de esta investigación.

*A todos muchas gracias*

## RESUMEN

El presente trabajo tiene el objetivo de determinar la región óptima de operación del FV como parámetro fundamental de la cristalización del CBNi en las torres de destilación del LP en dependencia de su concentración en  $\text{NH}_3$  ( $76 \div 82$ ) g/L y del FL de LP (50, 60, 65, 70)  $\text{m}^3/\text{h}$  para garantizar una calidad estable del CBNi alimentado a la calcinación. Como resultado, se obtuvo un comportamiento parabólico del TPAR y la Vel.Sed al aumentar  $Q_v$  y FV/FL, cuyas regiones óptimas de operación que garantizan los valores máximos de TPAR y Vel.Sed respecto a los FL y  $\text{NH}_3$  R6, se encuentran en los intervalos siguientes:  $Q_v=(0,82 \div 0,95) \text{ t}/(\text{m}^3_{\text{LP}}\cdot\text{h})$ ;  $\text{FV/FL}=(0,27 \div 0,32) \text{ t}/\text{m}^3_{\text{LP}}$ , para los cuales los FV están entre ( $14 \div 17$ )  $\text{t}/\text{h}$ , considerando  $Q_v$  como el más seguro para la cristalización del CBNi. La valoración estadística de los coeficientes de correlación de TPAR y Vel.Sed respecto al resto de las variables estudiadas muestra valores negativos, mientras la más influyente sobre TPAR y Vel.Sed es la concentración de  $\text{NH}_3$  R6 (-0,501 y -0,312), lo que indica la necesidad de limitar el FL cuando aumenta  $\text{NH}_3$  R6. La  $Q_v$  y la FV/FL ocupan el segundo lugar en la magnitud de influencia para la Vel.Sed (-0,165; -0,166), y para TPAR (-0,033; -0,040). Un mismo nivel de influencia tiene el FL sobre el TPAR con un coeficiente de -0,012. Se estimó un aporte económico de alrededor de \$300.000,00 USD/año una vez generalizados los resultados obtenidos.

**Palabras clave:** Cristalización del CBNi; Destilación del LCA; Tamaño de partículas de CBNi; Velocidad de Sedimentación de la pulpa de CBNi.

## ABSTRACT

This research paper aim is determining optimum operating region of the FV as the main parameter for crystalization of the CBNi at the LP distillation towers depending on its concentration in  $\text{NH}_3$  ( $76 \div 82$ ) g/L and of the FL of LP (50, 60, 65, 70)  $\text{m}^3/\text{h}$  in order to assure a stable quality of the CBNi fed to calcination. As a result, a parabolical behavior of the TPAR was obtained and the settling velocity when increasing  $Q_v$  and  $FV/FL$ , which optimum operating regions assuring the maximum values of TPAR and settling velocity regarding FL and  $\text{NH}_3$  R6, are found in the following intervals:  $Q_v=(0,82 \div 0,95)$   $\text{tv}/(\text{m}^3\text{LP}\cdot\text{h})$ ;  $FV/FL=(0,27 \div 0,32)$   $\text{tv}/\text{m}^3\text{LP}$ , for which the FV are within ( $14 \div 17$ )  $\text{tv}/\text{h}$ , considering  $Q_v$  as the safest for CBNi crystalization. The statistical assessment of the correlations coefficients of TPAR and settling velocity regarding the remaining variable looked into, shows negative values while the most influent one on TPAR and settlin velocity is the concentration of  $\text{NH}_3$  R6 ( $-0,501$  y  $-0,312$ ), which indicates the need to limit the FL when  $\text{NH}_3$  R6 increases. The  $Q_v$  and  $FV/FL$  occupy the second place in the magnitude of influence for the settling velocity ( $-0,165$ ;  $-0,166$ ), and for TPAR ( $-0,033$ ;  $-0,040$ ). The same level of influence has the FL over the TPAR with a coefficient of  $-0,012$ . It was estimated that it represent an economical contribution of about \$300.000,00 USD/year once generalized the obtained results.

**Key words:** Cristalization for the CBNi; Distillation of the LCA; Particled size of the CBNi; Settling velocity of the CBNi slurry.

.



## 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 <sup>3</sup> /h]
FV/FL:	Consumo específico de vapor por volumen de licor producto [t /m <sup>3</sup> ]
Qv:	Velocidad específica de vapor para cristalizar [t/(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> ·h)]
TPAR:	Tamaño de partículas promedio [micrómetros]
Vel.Sed:	Velocidad de sedimentación [m/h]
TEMP.VAP:	Temperatura de vapor de entrada al alambique [°C]
T <sub>R</sub> :	Tiempo de residencia [min]
Ni:	Concentración de níquel [g/L]
NH <sub>3</sub> :	Concentración de amoníaco [g/L]
CO <sub>2</sub> :	Concentración de dióxido de carbono [g/L]
R8:	Muestra de pulpa en la descarga del alambique
R6:	Licor alimentado a los alambique
NH <sub>3</sub> R8:	Concentración de amoníaco en la descarga del alambique [g/L]
NH <sub>3</sub> R6:	Concentración de amoníaco en el licor alimentado al alambique [g/L]
UBP:	Unidad básica productiva planta Recuperación de amoníaco.
UDP:	Unidad demostrativa de producción.
AB-206:	Alambique 206.
LCA:	Licor Carbonato amoniacal
ERRL:	Empresa René Ramos Latourt
ECECG:	Empresa Comandante Ernesto Che Guevara
CIL:	Centro de Investigaciones de la Laterita.
CTE:	Central termoeléctrica.
HC:	Hornos Calcinadores.
MS:	Máquina de Sinterizar.
CEDINIQ:	Centro de Investigación y desarrollo del Níquel.

# INDICE

INTRODUCCIÓN .....	- 1 -
1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE .....	6
1.1 Antecedentes de la investigación .....	6
1.2 Aspectos generales de la cristalización .....	10
1.2.1 Mecanismo cinético de la formación de los núcleos de los cristales.....	12
1.2.2 Factores que influyen en el proceso de cristalización.....	15
1.3 Proceso de destilación de licor producto .....	17
1.4 Conclusiones del Capítulo .....	19
2. MATERIALES Y MÉTODOS.....	20
2.1 Materiales .....	20
2.2 Instalación experimental.....	22
2.2.1 Automatización y control del proceso .....	23
2.2.2 Muestreo .....	25
2.2.3 Mediciones a realizar.....	26
2.3 Técnicas de análisis en el laboratorio central .....	29
2.3.1 Determinación del tamaño medio de partículas del CBNi.....	29
2.3.2 Determinación de la concentración de NH <sub>3</sub> en licor.....	30
2.3.3 Determinación de la concentración de CO <sub>2</sub> en licor producto.....	31
2.4 Diseño de la investigación .....	31
2.4.1 Metodología experimental.....	33
2.4.2 Influencia de la concentración de NH <sub>3</sub> en el LP sobre TPAR y Vel.Sed.	35
2.4.3 Determinación del régimen óptimo del FV .....	35
2.5 Procesamiento de resultados .....	36
2.6 Conclusiones del capítulo 2.....	36
3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS .....	37
3.1 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH <sub>3</sub> en el LP sobre el TPAR y Vel.Sed .....	37
3.2 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH <sub>3</sub> en el LP sobre el TPAR y Vel.Sed.....	- 42 -

3.3 Región óptima de operación del vapor en el alambique de licor considerando la norma de vertimiento de NH <sub>3</sub> R8.....	- 46 -
3.4 Evaluación del coeficiente de correlación.....	- 50 -
3.5 Evaluación económica.....	- 51 -
3.6 Evaluación del impacto al medio ambiente.....	- 52 -
3.7 Conclusiones del capítulo 3.....	- 52 -
CONCLUSIONES .....	- 54 -
RECOMENDACIONES .....	- 56 -
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	
ANEXOS	

## **INTRODUCCIÓN**

El proceso tecnológico de la fábrica “Comandante Ernesto Che Guevara” está basado en el esquema de la lixiviación carbonato amoniaca del mineral reducido (proceso CARON), según el cual el mineral oxidado de níquel es reducido selectivamente. Este complejo minero metalúrgico de níquel comprende varias entidades, entre ellas, la planta de Recuperación de amoníaco, donde existen varias torres de destilación de licor producto (LP), a las que están dedicada la presente investigación. Dicha planta tiene la función de recuperar el  $\text{NH}_3$  y el  $\text{CO}_2$ , 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  $\text{NH}_3\text{-CO}_2$  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 que se separa parte del amoníaco y el dióxido de carbono y se forma el precipitado de carbonato básico de níquel (CBNi) 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 el anexo A-1.

En el interior de estas torres ocurre la cristalización del CBNi provocada por el vapor de agua de alta presión que hidroliza por calentamiento a los complejos amoniacaes de Ni y otros iones minoritarios presentes en el LP, al mismo tiempo que se destila  $\text{NH}_3(\text{g})$  y  $\text{CO}_2(\text{g})$ . Por la parte inferior del alambique del LP se obtiene una pulpa, en la que las partículas de CBNi se encuentran por debajo de 20 micrómetros.

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 óxido descargado por los hornos calcinadores, como consecuencia de la operación en las torres de destilación.

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 (MS), motivados fundamentalmente por variaciones en la calidad del CBNi obtenido 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 lograron 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 que afectan la calidad del NiO y la productividad de la MS por exceso de finos, lo que demuestra que no se ha erradicado este problema.

El análisis del comportamiento 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, son correspondientes a una base de datos industrial desde el año 2009 hasta 2014, como se muestra en la figura 1.

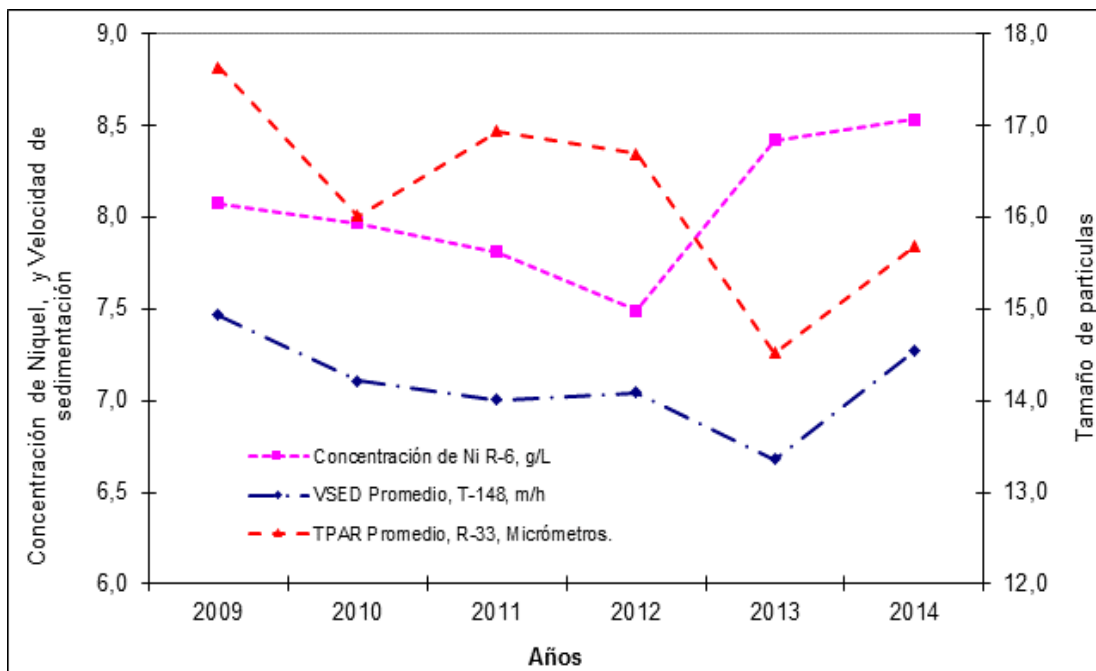


Figura 1 Calidad de la pulpa de carbonato básico de níquel

En la figura 1 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. 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.

### Situación problemática

El aumento en los costos de producción, de la UBP-Calcinación y Sinter, debido a los reciclos al calcinador de óxido 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, evaluada por el tamaño de partículas (TPAR) y la velocidad de sedimentación (Vel.Sed).

### **Problema científico**

Insuficiente conocimiento cuantitativo a escala industrial sobre los principales factores que determinan el tamaño promedio de partículas y la velocidad de sedimentación del CBNi en la pulpa descargada por los alambiques desde el punto de vista del proceso de cristalización, como son: el comportamiento del consumo específico de vapor, la velocidad de cristalización y la influencia de la concentración de amoníaco en el LP a destilar.

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 del CBNi en el proceso de destilación del licor producto en la ECECG.

### **Objetivo general**

Determinar la región óptima de operación del flujo de vapor como parámetro fundamental de la cristalización del CBNi en las torres de destilación del LP en dependencia de su concentración en  $\text{NH}_3$  y del Flujo volumétrico de LP empleado 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.

### **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) Evaluar y valorar la influencia de la variación del flujo de LP (FL) y su relación ( $\text{FV}/\text{FL}$ ,  $\text{t}/\text{m}^3$ ) con el flujo de vapor (FV), así como la velocidad específica del vapor para cristalizar el CBNi - $Q_v$ ,  $\text{t}/(\text{m}^3 \cdot \text{h})$ - sobre el TPAR y  $\text{Vel.Sed}$  del CBNi

en la pulpa de salida del alambique, considerando diferentes concentraciones de  $\text{NH}_3$  en el LP.

- 2) Determinar la región óptima de operación del flujo de vapor como parámetro fundamental de la cristalización del CBNi en las torres de destilación del LP en término de relación  $\text{FV/FL}$  y  $Q_v$ , en dependencia de su concentración de  $\text{NH}_3$  y del FL empleado, considerando la norma de vertimiento de amoníaco con el licor de reboso del sedimentador de pulpa de CBNi.
- 3) Valorar los coeficientes de correlación del tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación del CBNi en función de las variables estudiadas.

### **Hipótesis científica de la investigación**

Si se determina la región óptima de operación del vapor en término de  **$\text{FV/FL}$**  y  **$Q_v$**  para operar los alambiques de LP en dependencia de su concentración de  $\text{NH}_3$  y del FL, con el propósito de obtener los valores deseados de TPAR y Vel.Sed cumpliendo con las normas de pérdidas de amoníaco establecidas por la empresa, entonces, se podrá estabilizar el tamaño de partículas de CBNi que se alimenta a los hornos calcinadores y disminuir el costo de producción e incrementar la productividad por Sinter.



## **1. MARCO TEÓRICO 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 carbonato amoniacal. 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, Sere 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 (Alepez-Llansana, 1999) en CEDINIQ, 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 tupidiones, 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 dio 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<sup>3</sup>/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.

([Majendíé-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 °C 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. Lo que no explicaron sus autores que esto se debe a la concentración de  $\text{NH}_3$  y su relación con el  $\text{CO}_2$  en el LP que determinan el predominio de  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  a elevadas concentración de  $\text{NH}_3$  y altas relaciones de  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  sobre la de carbonato-  $\text{NiCO}_3$ , según los estudios realizados por el Grupo de investigadores dirigidos por el laureado científico ruso, ya fallecido, Dobrojtov G. N. en las décadas de los años 70 y 80 del siglo XX, la publicación más representativa de esta parte es la de Grigorieva et al, (1987). La naturaleza morfológica y estructural del  $\text{Ni}(\text{OH})_2$  se caracteriza por partículas amorfas, blandas y muy finas comparadas con las de  $\text{NiCO}_3$  que son más densas, cristalinas y de mayores TPAR. Por estas razones en el presente trabajo se tendrá en cuenta la influencia de la concentración de  $\text{NH}_3$  y su relación con el  $\text{CO}_2$  en el LP sobre el TPAR y la Vel.Sed del CBNi.

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 este caso, no se evaluó la relación FV/FL, ni la velocidad  $Q_v$  que deberían ser los parámetros de operación para la calidad del vapor que la CTE debe suministrar a los alambiques de LP, por lo que se dará continuidad al estudio de la optimización del FV en términos de los dos parámetros mencionados que comenzó con el trabajo de Laborí, (2016).

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 el flujo de LP de los alambiques desde 110 hasta 60 m<sup>3</sup>/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, pero no definen con certeza la causa por la que se mejora. Evidentemente, esto está relacionado con el incremento del tiempo de residencia medio ( $T_R$ ) de las partículas de CBNi en el alambique (Fatjó, 1968 y Regalado, 2013), ya que al disminuir el FL las partículas tienen más tiempo de crecer en el interior del alambique. Por esta razón, en las pruebas se debe variar el FL en el rango de valores que la UBP puede operar.

Durante los años 2015 y 2016 se realizaron pruebas industriales en un alambique de LP de la UBP para determinar la región óptima de operación del FV respecto a los FL que potencialmente pueden ser empleados, lo que considera por el lado del FL la influencia del tiempo de residencia ( $T_R$ ) y, por la relación FV/FL la velocidad específica de cristalización al considerar dicho  $T_R$ -  $FV/(FL \cdot T_R)$ -, cuyos primeros resultados fueron presentados en la Tesis de maestría por el autor principal de estas pruebas Laborí, (2016) en la que participó desde sus inicios la autora del presente trabajo de diploma. Por cuanto, en las pruebas del 2015 se trabajó con flujos volumétricos de LP de (50, 60 y 70) m<sup>3</sup>/h y concentraciones de NH<sub>3</sub> entre (76÷78) g/L, entonces se decidió incluir la prueba con FL= 65 m<sup>3</sup>/h y repetir la de 50 m<sup>3</sup>/h, teniendo en cuenta que las concentraciones de NH<sub>3</sub> en el LP se encontraban entre (80÷83) g/L, con el propósito de comprobar, además, la influencia de dicha concentración sobre el TPAR y la Vel.Sed para relaciones NH<sub>3</sub>/CO<sub>2</sub> parecidas en (1,42÷1,53) en el 2015 y (1,49÷1,57) en el 2016. Según los resultados de Laborí (2016), el incremento de la formación del carbonato de níquel favorece el aumento del TPAR y Vel.Sed, lo que confirma lo anteriormente expresado sobre la naturaleza cristalina y morfológica del carbonato de níquel sobre el hidróxido.

Las insuficiencias de conocimientos a escala industrial antes mencionadas constituyen uno de los problemas científicos a esclarecer en el presente trabajo con la particularidad metodológica de integrar los resultados obtenidos en el año 2015 con los del presente trabajo bajo un mismo procedimiento experimental.

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 son insuficientes los conocimientos a escala comercial para optimizar el régimen de operación del vapor para diferentes condiciones por lo que continúa la inestabilidad del mismo.

## **1.2 Aspectos generales de la cristalización**

En la hidrometalurgia de metales no ferrosos, la cristalización a partir disoluciones 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**

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,  $\Delta\mu$ , 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:

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

Para que un sistema cristalice espontáneamente  $\Delta\mu > 0$ . El potencial químico,  $\mu$ , se define en función del potencial estándar,  $\mu_0$ , y la actividad,  $a$ , por la fórmula 2:

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

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:

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

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

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

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:

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

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 por la fórmula 6:

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

### **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:

$$\Delta G = \Delta G_s - \Delta G_v \quad (7)$$

Donde,

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

$\Delta G_v$  = Variación de la energía de formación del volumen de fase sólida.

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

$$\Delta G_v = (\mu_c - \mu_{c_{sat}}).\Delta n \quad (9)$$

Donde,

$\mu_c$  = Potencial químico de la solución sobresaturada.

$\mu_{c_{sat}}$  = Potencial químico de la fase sólida, correspondiente a la solución saturada de concentración.

$\Delta n$  = 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, (2008) en la figura 1.1,



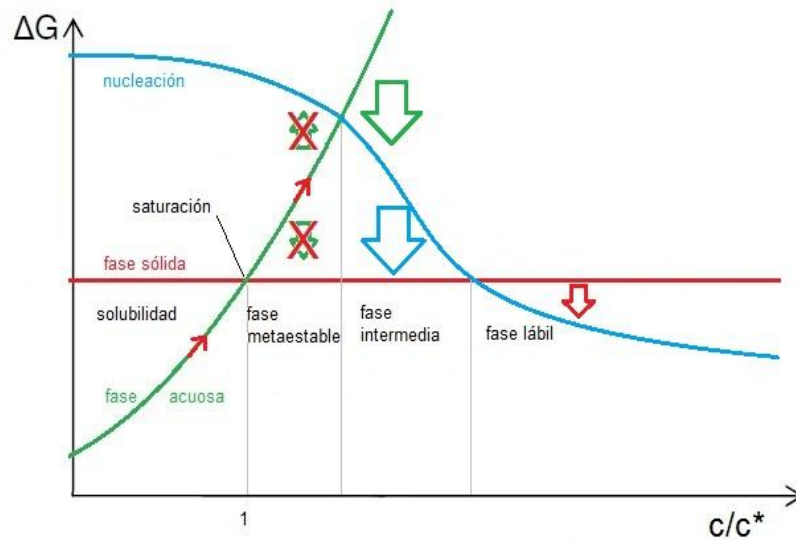


Figura 1.1 Concentración de sustancia que se cristaliza con respecto a la diferencia de energía libre.

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

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

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

En correspondencia con las publicaciones de Vainzhtein, (1986); Chang et al, (1989 y 1995); en la bibliografía tradicional, con menor frecuencia se analiza la influencia de la velocidad de cristalización sobre la calidad de la estructura de los sólidos formados y el tamaño de sus partículas obtenidas a partir de soluciones, lo que es más común en la cristalización del sistema sólido-sólido al cambiar de fase y en la solidificación a partir de fundidos, cuyos fundamentos científicos están más consolidados en la Ciencia de los materiales (William D. Callister, 2001). Para

simplificar, la regla general sobre este aspecto consiste, en que a medida que se forme más rápido el embrión de la nueva fase o crezca con mayor velocidad, más defectuosa será su estructura cristalina hasta convertirse en un material amorfo. Estos compuestos sólidos se caracterizan por tener pequeños TPAR y bajas densidades. Sobre la base de este conocimiento se puede determinar cuantitativamente el rango de velocidad óptima de cristalización de cada sistema material considerando las características del LP, del cual se obtiene el CBNi que permita estabilizar el TPAR del que se alimenta a los calcinadores. Esta insuficiencia de conocimiento a escala industrial constituye el principal problema científico a resolver en el presente trabajo.

### **1.2.2 Factores que influyen en el proceso de cristalización**

- La concentración de la solución de licor producto, sobre todo, en  $\text{NH}_3$  y su relación  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$ , S, Ni, Co, Fe. De la variación de la concentración de la solución inicial en función del tiempo dependerá la composición de fase del CBNi y su naturaleza cristalina base.
- El consumo específico de vapor (FV/FL): Es un parámetro cuantitativo que permite dosificar la cantidad de vapor (t/h) necesaria para el flujo volumétrico de LP a destilar con el objetivo de garantizar el crecimiento óptimo del producto. La tarea a resolver consiste en determinar la región de valores que garantice los valores máximos de TPAR.
- 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 ( $T_R$ ): 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.

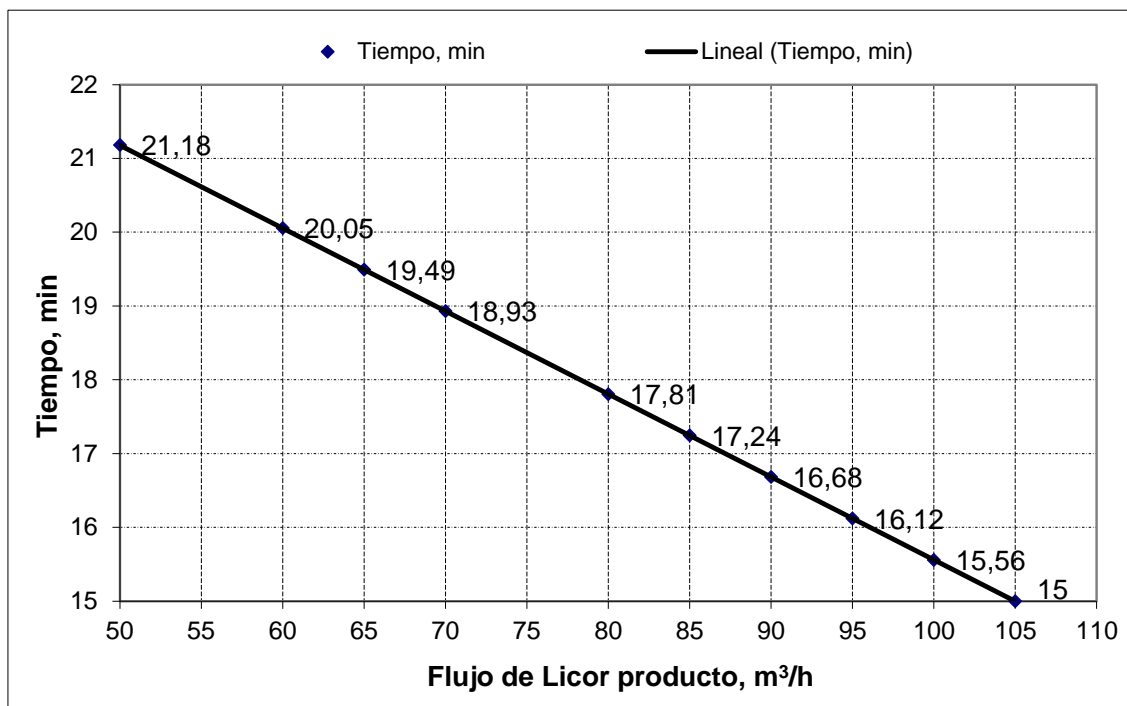


Figura 1.2 Gráfico de tiempo de residencia en los alambiques vs Flujo de licor producto.

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 pérdidas de níquel por arrastre. También Rodríguez-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 óxido 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 ( $Q_v$ ) que permitirá evaluar su influencia sobre el tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación.

Al tener en cuenta el rango de variación de los FL en el alambique de licor de la ECECG se aprovecha la fig. 1.2 para estimar los  $T_R$  para calcular los  $Q_v$  en las pruebas que se realizarán.

FL, m <sup>3</sup> /h	$T_R$ , min
50	21,18
60	20,05
65	19,49
70	18,93

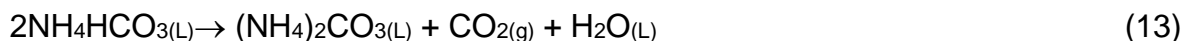
### 1.3 Proceso de destilación de licor producto

El calentamiento del LP con vapor de H<sub>2</sub>O saturado a (130÷150) °C tiene dos objetivos principales:

- cristalizar al Ni en forma de carbonato - básico.
- destilar al máximo de NH<sub>3</sub> y CO<sub>2</sub> para su posterior absorción.

El licor producto es inestable bajo calentamiento y representa un sistema complejo para el análisis teórico del quimismo, por lo que se propone dividirlo en dos partes:

**Primera Parte:** Sistema NH<sub>3</sub> -CO<sub>2</sub> -H<sub>2</sub>O no enlazado con los metales en forma de complejo. Por lo que a 50 °C ÷ 60 °C transcurren las siguientes reacciones:



Por encima de 65 °C ÷ 70 °C el Carbonato de Amonio se disocia:

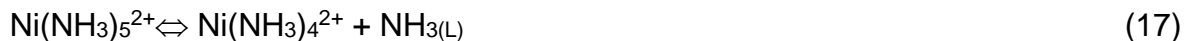


El resto del Bicarbonato de Amonio se disocia directamente en este intervalo de temperatura:

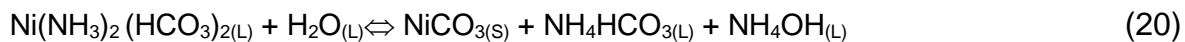
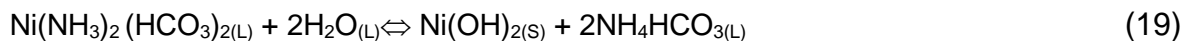


**Segunda Parte:** Sistema NH<sub>3</sub> -CO<sub>2</sub> -H<sub>2</sub>O enlazado con los Amoniacatos de Ni y otras impurezas.

El mecanismo se ilustra:



El diamoniaco se hidroliza por el siguiente mecanismo (Grigorieva, 1987):

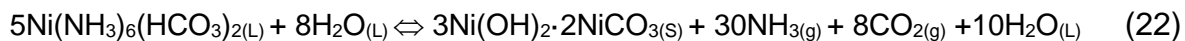


La reacción (19) ocurre al comienzo de la hidrólisis y la (20) al término de la misma.

De acuerdo con la composición real de los licores industriales la proporción másica de hidróxidos es mayor que la del carbonato. Asumiendo una proporción de 3 y 2 respectivamente para las reacciones (19) y (20) la reacción de hidrólisis quedaría:



Al sumar el proceso completo obtenemos la reacción general:



Durante la destilación los compuestos no saturados de azufre no se descomponen y se pierde amoníaco, por otra parte, las elevadas concentraciones de estos en el LP determinan las pérdidas de Ni con el efluente en forma de sulfatos y una pequeña cantidad de sulfato de níquel contamina al carbonato básico formando un compuesto el cual contiene (% de masa seca): Ni de 49% a 50 %; Co, 0,4 %; Fe de 0,1%, S de 2 % a 4 % y C de 1 % a 2 %.

Las pérdidas de níquel con el efluente pueden alcanzar (1 a 3)% como máximo. Actualmente se recupera mediante la precipitación con  $\text{NH}_4\text{HS}$ .

#### **1.4 Conclusiones del Capítulo**

1. Se demostró la existencia de un problema científico que consiste en el insuficiente conocimiento a escala industrial sobre el fenómeno de velocidad de cristalización del CBNi en la destilación del licor producto, lo que debe influir sobre el tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación del CBNi.
2. Se identificó que a escala industrial, es insuficiente la cantidad de pruebas experimentales encaminadas a optimizar los índices operacionales como el FV/FL y  $Q_v$ , respecto al tamaño de partículas y la velocidad de sedimentación.
3. Se demostró que a escala industrial no existen trabajos de investigación que integren la influencia de la composición del licor producto en  $NH_3$  y  $CO_2$  con la variación del FL y FV para demostrar la influencia mutua que ejercen sobre el TPAR y la Vel.Sed en la pulpa destilada, lo que será considerado en el diseño experimental.

## **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, 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 los mismos que se emplean en la UBP:

- 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 Central Termoeléctrica.
- La pulpa de CBNi destilada por los alambiques.

Las características de cada uno de los materiales se muestran:

**El licor producto** que se alimenta a la torre, composición y propiedades, en la tabla 2.1.

Tabla 2.1 Características del licor producto.

Condiciones de entrada del LP	U/M	Valor promedio
Temperatura	°C	43
Densidad	t/m <sup>3</sup>	1,026
Sólidos en suspensión	mg/L	<40
<b>Composición química</b>		
c (Ni)	g/L	9,4
c (Co)	g/L	0,029
c (NH <sub>3</sub> )	g/L	81,86
c (CO <sub>2</sub> )	g/L	53,84

**El vapor** para el calentamiento del LP, en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Características del vapor alimentado a los alambiques.

Características del vapor	U/M	Valor
Temperatura	°C	120 - 125
Presión del vapor	kgf/cm <sup>2</sup>	0,86 - 0,90
Densidad	t/m <sup>3</sup>	0,98

**La pulpa** destilada, en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Características de la pulpa destilada.

Características de la pulpa	U/M	Valor
Temperatura	°C	94 - 98
Relación L/S	-	45,68
Peso volumétrico	t/m <sup>3</sup>	1,24
Densidad	t/m <sup>3</sup>	1,028
Concentración promedio de NH <sub>3</sub>	g/L	2,09

En la tabla 2.4 se muestra el resultado de los análisis químicos realizados en el Laboratorio Central de la ECG al CBNi contenido en la pulpa.



Tabla 2.4 Composición del CBNi base seca.

Composición química del CBNi seco	U/M	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 206) 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.

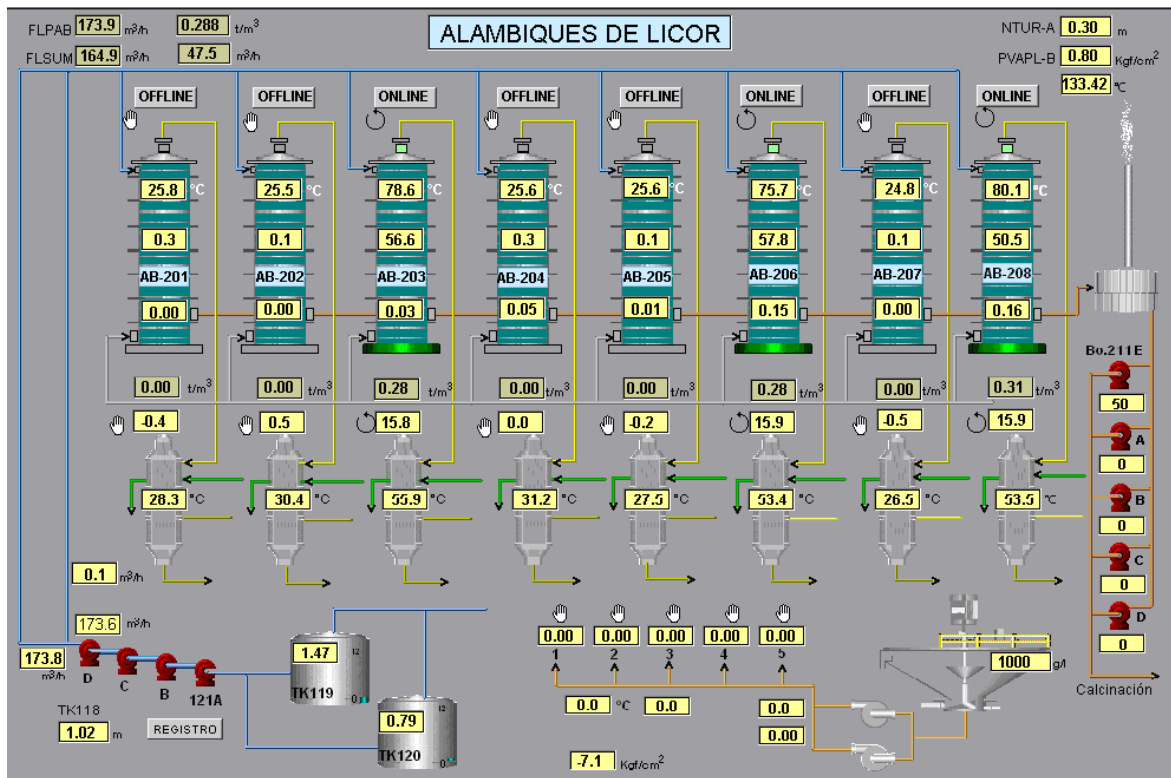


Figura 2.1 Esquema de destilación de licor producto

Este equipo está constituido por 16 platos en su interior con una copa de burbujeo en cada plato y 7 platos de calentamiento sin copa, 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 206.

Datos técnicos	Valor
Volumen, m <sup>3</sup>	187,5
Capacidad, m <sup>3</sup>	53
Presión de diseño, kgf/cm <sup>2</sup>	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 de tope	°C	91
Presión de fondo	kgf/cm <sup>2</sup>	0,5
Flujo de vapor	t/h	14,31
Flujo de licor	m <sup>3</sup> /h	53
Amoníaco en el 5 <sup>to</sup> anillo	g/L	2 - 4
Relación vapor /licor	t/m <sup>3</sup>	0,27
NH <sub>3</sub> 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.

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

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

Al analizar el comportamiento de las variables operacionales: flujo de licor, flujo 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, 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 de sección de alambiques de licor producto.

Valores	Temp. de tope (°C)	Presión de fondo (kgf/cm <sup>2</sup> )	Flujo de vapor (t/h)	Flujo de licor (m <sup>3</sup> /h)	Veloc. de sedimentac. (m/h)	Tamaño de partículas promedio(μm)
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
Coefficiente de variación	0,02	0,01	0,13	0,08	0,03	0,69

### 2.2.2 Muestreo

La toma de muestras se realizó en 3 puntos, que se corresponden con la alimentación de licor producto (punto 1), el vapor de entrada (punto 2), y la descarga del alambique 206 (punto 3), como se muestra en el esquema de destilación de licor producto representado en la figura 2.2.

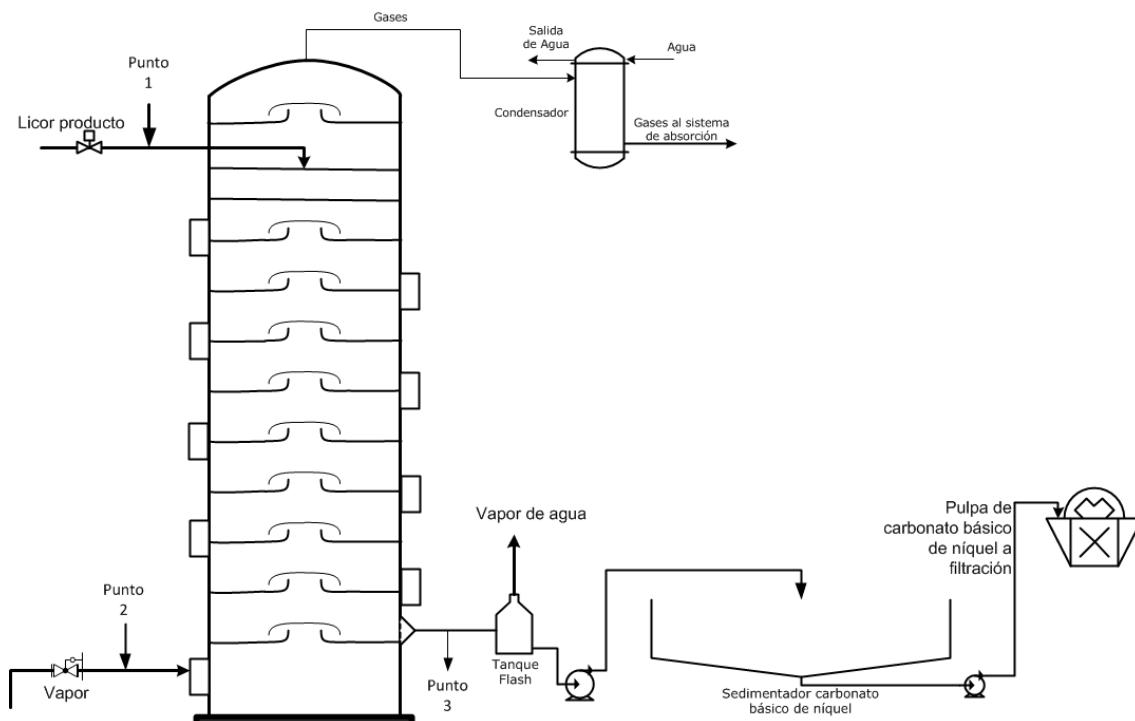


Figura 2.2 Puntos de muestreo seleccionados.

La muestra de licor producto (R6) de 200 mL/h fue tomada en la línea general de

alimentación al alambique, en un intervalo de 30 minutos aproximadamente, hasta crear un compuesto de 1000 mL de licor producto durante las 2,5 horas de muestreo, el que se almacenó en un frasco plástico herméticamente cerrado.

La muestra de pulpa de carbonato básico de níquel se tomó en la línea de descarga del alambique -R8-, en un frasco plástico de 1000 mL, herméticamente cerrado, durante 2,5 horas en un intervalo de 30 minutos.

Las mismas fueron tomadas en el sentido del flujo, con 5 réplicas, dejando transcurrir 30 minutos entre cada réplica. En cada punto se tuvo en cuenta la masa mínima de la muestra según el gráfico de control analítico y de muestreo existente en la planta.

### 2.2.3 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) °C. Para la **temperatura de la pulpa de salida** del alambique un termómetro de mercurio con rango de medición de (0 a 300) °C. En la figura 2.3 se muestran ambos.



Figura 2.3 Medios utilizados para medir temperatura.

Para el análisis de **velocidad de sedimentación** se utilizó una probeta de cristal de 1000 mL, un cronómetro y frascos plásticos de 1 litro, como se muestra en la figura 2.4.



Figura 2.4 Medios utilizados para determinar la velocidad de sedimentación.

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 vapor, presión, 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.

### **2.2.3.1 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 la muestra de pulpa, en la descarga del alambique, en un frasco plástico, tomado medidas de seguridad por la elevada temperatura de la misma y se vierte en la probeta de 1 litro de capacidad, enrasada hasta la altura de 1000 mL. La pulpa se agita con ayuda de un bastón, de inmediato pone en funcionamiento el cronómetro y se comienza a tomar las lecturas de descenso de la interface sólido-líquido en mm, se detiene el cronómetro una vez que la capa superior de la cama de sólido, haya descendido y se encuentre en el nivel de 150 mL en la probeta, equivalente a 295 mm de altura del líquido, se anota el tiempo final del cronómetro, y con este, se calcula la velocidad de sedimentación.

Se realizaron 5 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 que 2 % y la alta velocidad de sedimentación de las pulpas destiladas. Esto se realizó por la norma cubana NEIB-2003.

Sea el caso de que la lectura del cronómetro sea de 2 minutos y 36 segundos, la velocidad de sedimentación se calcula del modo siguiente:

$$V_{\text{sedimentación}} = \frac{H_{\text{cama}}}{t_{\text{descenso}}} \cdot 0,06$$

Donde:

$V_{\text{sedimentación}}$  Velocidad de sedimentación, m/h

$H_{\text{cama}}$  Altura de la cama de sólidos, mm

$t_{\text{descenso}}$  Tiempo de descenso de la cama de sólidos, min.

0,06 Factor de conversión de mm/min a m/h

El tiempo de 2 minutos y 36 segundos es igual a 2,60 minutos, sustituyendo, tenemos que:

$$V_{\text{sedimentación}} = \frac{295 \text{ mm}}{2,6 \text{ min}} \cdot \left( \frac{60 \text{ min}}{h} \cdot \frac{m}{1000 \text{ mm}} \right) = 6,807 \frac{m}{h}$$

La velocidad de sedimentación es de 6,807 m/h.

## **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 contenida en la pulpa de Carbonato básico de níquel, incluido: fracción de mayor tamaño y diámetro medio de las partículas, se utilizó el equipo Analisset 22 Compact de procedencia alemana, como se observa en la figura 2.5, el cual fue instalado en la ECECG en el año 2003.

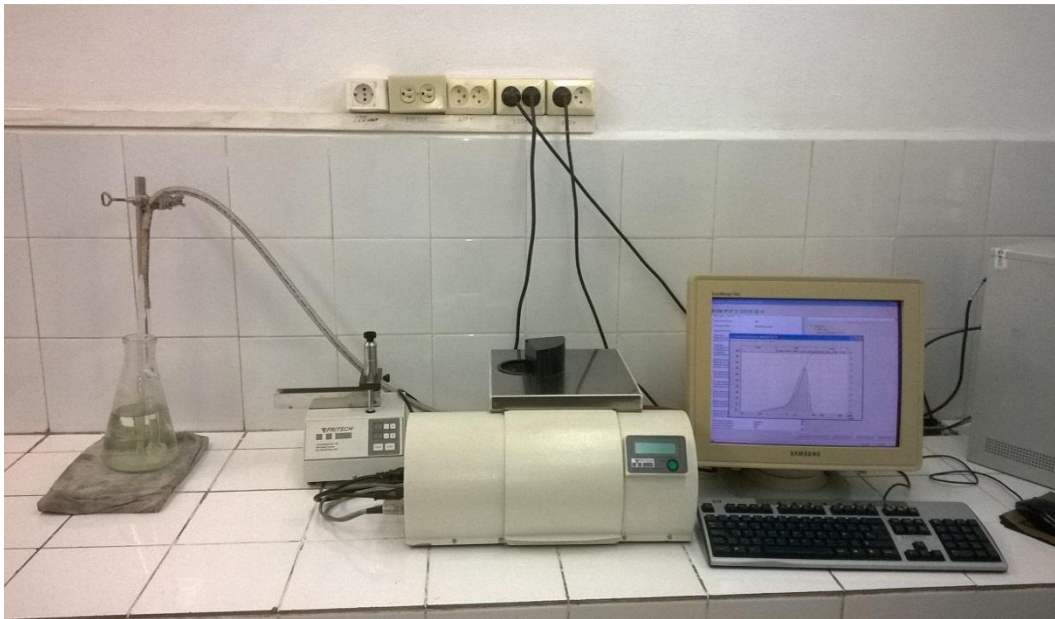


Figura 2.5 Equipo analizador de tamaño de partículas.

Esta técnica novedosa usada a nivel mundial da la posibilidad de hacer mediciones en el rango de (0,03 a 300)  $\mu\text{m}$ , 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 por cientos de distribución de la cantidad de partículas agrupadas en función del tamaño. Durante el análisis se utiliza solamente agua destilada o desmineralizada y muestra patrón de referencia.

### **Preparación para la muestra de 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 % de absorción supere el 50% para el rango de (0,3 a 46) micrómetros utilizado para pulpas de CBNi, de lo contrario 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 NH<sub>3</sub> en licor**

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 g/L y 160 g/L, según la norma NEIB 64-01-13, para licor producto. En caso que sea el licor residual de la pulpa de CBNi del alambique de LP, cuyos contenidos de amoníaco varían entre 0,1 g/L y 2,0 g/L, entonces, se aplica la norma NEIB 64-01-17. En ambos casos el contenido de amoníaco expresado en g/L de NH<sub>3</sub> se calcula mediante la fórmula siguiente:

$$NH_{3(g/L)} = \frac{V2.N.17}{V1} \quad (24)$$

Dónde:

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

N: Normalidad exacta de la solución valorada del HCl.

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

17: Equivalente químico del amoníaco

### 2.3.3 Determinación de la concentración de CO<sub>2</sub> 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<sub>2</sub> de 10 g/L a 120 g/L, según la norma NEIB 64-01-39: 2015.

El contenido de dióxido de carbono expresado en g/L de dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>), se calcula a través de la fórmula siguiente:

$$CO_{2(g/L)} = \frac{V \cdot C \cdot 22}{V_1} \quad (25)$$

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<sub>2</sub>

### 2.4 Diseño de la investigación

El diseño de la investigación se efectúa para dar solución a los problemas científicos fundamentados en el capítulo 1 para cumplir con los objetivos específicos del presente trabajo, para lo cual se formulan las hipótesis científico – experimentales que se deben demostrar y que requieren de una metodología de investigación confiable. Por tal razón, se formularán las siguientes hipótesis:

#### Hipótesis científico-experimental 1

Para cualquier composición del LP se puede formular la hipótesis siguiente:

Si se varía la velocidad de cristalización  $Q_v$ , a partir de la relación de los flujos másicos (FV/FL) de vapor y LP, en un amplio rango de valores posibles para la UBP, mediante el incremento del FV para un FL constante, entonces, se debe obtener una función gráfica que manifieste un comportamiento parabólico del TPAR y la Vel.Sed al aumentar  $Q_v$  y FV/FL. Por dicha función se podrá cuantificar a escala industrial la región óptima de operación del FV para cada FL que refleje los valores máximos de TPAR y Vel.Sed, siempre y cuando cumpla con la norma de vertimiento de  $NH_3$  en el licor de la pulpa que se descarga del alambique.

Este comportamiento previsto responde al análisis realizado en el capítulo 1 sobre la teoría y práctica de la cinética y mecanismo de la cristalización a partir de soluciones.

### **Hipótesis científico-experimental 2**

Si la hipótesis 1 se aplica a diferentes flujos másicos de LP con concentraciones muy parecidas de  $NH_3$ ,  $CO_2$ , S y Ni, entonces, se estará variando el tiempo de residencia medio de las partículas de CBNi en el alambique y, por consiguiente, se deberá obtener una función gráfica complementaria en la misma hipótesis 1 que refleje el aumento del TPAR y la Vel.Sed con la disminución del FL.

### **Hipótesis científico-experimental 3**

Si el enunciado de la hipótesis 2 se aplica a diferentes concentraciones de  $NH_3$  en el LP y los valores de sus relaciones  $NH_3/CO_2$  se encuentran en un estrecho rango de (1,42÷1,57), entonces, se pronosticará una disminución del TPAR y la Vel.Sed con el incremento de la concentración de  $NH_3$  en el LP, lo que modificará el comportamiento esperado en la hipótesis 2.

El valor práctico de esta hipótesis es que le permitirá a los tecnólogos tomar la decisión de cuál será el máximo FL a emplear dentro de la región óptima de operación del FV considerando la concentración de  $NH_3$  en el LP para garantizar el TPAR y Vel.Sed deseados.

### 2.4.1 Metodología experimental

Para demostrar las hipótesis 1 y 2 se tomaron los valores de FL y FV que se muestran en la tabla 2.9

Tabla 2.9 Variables y sus valores de experimentación.

Variabes	U	Valores experimentales
Flujo de licor producto (FL)	m <sup>3</sup> /h	50 y 65
Flujo de vapor (FV)	t/h	12, 14, 16, 18, 20, 22

Como variables de salida (eje- y- en los gráficos de resultados) se medirán:

- Tamaño de partículas (TPAR)
- Velocidad de sedimentación (Vel.Sed)
- Concentración de NH<sub>3</sub> R8- descarga de pulpa de CBNi en el AB

En el eje –x- de los gráficos experimentales se encontrarán:

- La relación FV/FL para cada FL=constante, según los datos de la tabla 2.10.
- La velocidad de cristalización Q<sub>v</sub>, en t<sub>v</sub>/(m<sup>3</sup><sub>LP</sub>·h) necesita de los T<sub>R</sub> que se seleccionaron en el capítulo 1 - acápite 1.2. Por tanto, sus valores se obtienen dividiendo cada relación FV/FL por dichos T<sub>R</sub> en h. Este procedimiento se ilustra a continuación:

Para FL=50 m<sup>3</sup>/h, el T<sub>R</sub> = 21,18 min, lo que al dividir por 60 min/h, equivale a 0,353 h. Si la primera relación FV/FL es igual a:

$$\frac{FV}{FL} = \frac{12 t_v \cdot h^{-1}}{50 m^3 \cdot h^{-1}} = 0,24 \frac{t_v}{m^3_{LP}}$$

Entonces, la velocidad Q<sub>v</sub> será:

$$Q_v = \frac{FV}{FL \cdot T_R} = \frac{0,24}{0,353 h} = 0,68 \frac{t_v}{(m^3_{LP} \cdot h)}$$

Análogamente se calculan estos parámetros para cada FL con sus correspondientes T<sub>R</sub> y los 6 valores de FV, los cuáles se muestran en la tabla 2.10

Tabla 2.10 Planificación de pruebas para comprobar las hipótesis 1 y 2

No. Pruebas	FL , m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL, t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Q <sub>v</sub> , t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> · h)
1	50	12	0,240	0,680
2	50	14	0,280	0,793
3	50	16	0,320	0,907
4	50	18	0,360	1,020
5	50	20	0,400	1,133
6	50	22	0,440	1,246
7	65	12	0,185	0,568
8	65	14	0,215	0,663
9	65	16	0,246	0,758
10	65	18	0,277	0,853
11	65	20	0,308	0,947
12	65	22	0,338	1,042

Para obtener las variables de salida en cada prueba se realizan cinco réplicas, las cuales se promedian, para un total de 60 corridas experimentales. El procedimiento experimental de las cinco réplicas para cada prueba se explica a continuación:

- 1) Se fijan los parámetros en el panel de control para un FV y FL manteniendo una relación constante durante un período de 2,5 horas.
- 2) Transcurrido 1 hora de fijada la operación se procede a tomar la primera muestra, en correspondencia con el método de muestreo que se explicó en el epígrafe 2.2.1.
- 3) A cada muestra de pulpa por separado, del total de cinco, se le midió velocidad de sedimentación, temperatura de la pulpa, concentración de NH<sub>3</sub>-R8, y posteriormente se lleva la pulpa para analizar el tamaño de partícula. El resultado de las cinco mediciones de cada variable de salida se promedian, y se incluyen en la tabla de resultados experimentales.

### 2.4.2 Influencia de la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre TPAR y Vel.Sed

Para demostrar las hipótesis 3 se integrarán los resultados obtenidos en el trabajo de Laborí, (2016), con los obtenidos en la metodología experimental de las hipótesis 1 y 2.

Las concentraciones de NH<sub>3</sub> y la relación NH<sub>3</sub>/CO<sub>2</sub> en el LP -R6- para ambos trabajos son las siguientes:

	NH <sub>3</sub> (g/L)	NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
Laborí, 2016	76÷78	1,42÷1,53
Trabajo actual	80÷83	1,49÷1,57

Significa que en los gráficos que se obtendrán como resultado de la demostración de la hipótesis 2 se organizarán por concentraciones de NH<sub>3</sub> en el LP.

### 2.4.3 Determinación del régimen óptimo del FV

A partir de las funciones gráficas obtenidas con las hipótesis 2 y 3 se determinarán las zonas de los valores máximos de TPAR y Vel.Sed, a las que le corresponde dos regiones de valores, una para cada parámetro (relación FV/FL y Q<sub>v</sub>). Estos se colocarán en el eje x.

Para determinar la región óptima de operación del FV en cada condición experimental de la zona de valores máximos de TPAR, correspondiente a las dos funciones gráficas- relación FV/FL y Q<sub>v</sub>, el eje de coordenada -y- será el NH<sub>3</sub> en R8 para la zona de valores seleccionados. En dicho eje se traza una línea recta con el valor de la norma de vertimiento de NH<sub>3</sub> con la pulpa destilada (1,5 g/L). Los valores que cumplan la condición de ser igual o menor que la mencionada norma, se corresponderán con las regiones óptimas para cada valor experimental.

$$FV = FL \cdot \left(\frac{FV}{FL}\right)_{\text{Región óptima}}$$

$$FV = \frac{m^3}{h} \cdot \frac{t_v \cdot h^{-1}}{m^3 \cdot h^{-1}} = \frac{t_v}{h}$$

$$\text{y para } Q_v = \frac{FV}{FL \cdot T_R}$$

$$FV = FL \cdot \left( \frac{FV}{FL \cdot T_R} \right)_{Reg \text{ ópt}} \cdot T_R$$

$$FV = \frac{m^3}{h} \cdot \frac{t_v \cdot h^{-1}}{m^3 \cdot h^{-1} \cdot h} \cdot h = \frac{t_v}{h}$$

El intervalo de valores de FV que se obtenga para cada variable de salida permitirá tomar uno para cada FL y concentración de NH<sub>3</sub> en LP, lo más cercano posible a los máximos TPAR, pero en compromiso mutuo. Estos valores se compararán con los empleados en la UBP para ajustarlos.

## 2.5 Procesamiento de resultados

Los resultados experimentales fueron introducidos en una hoja de cálculo de Microsoft Excel 2003, conformando una base de datos, que permitió calcular las variables FV/FL y Q<sub>v</sub>, así como construir las funciones gráficas mencionadas en las hipótesis experimentales para buscar las regularidades del comportamiento del TPAR y la Vel.Sed en función de las variables de entrada. También, se realizó el análisis estadístico de sus coeficientes de correlación respecto a dichas variables y sus interacciones. De estos resultados dependerá la calidad predecible del proceso de cristalización al ser gobernado por el FV óptimo.

## 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, así como la determinación de las concentraciones de NH<sub>3</sub> y CO<sub>2</sub> están certificados.

Las dos conclusiones anteriores permitirán demostrar a escala industrial las hipótesis científicas experimentales con la suficiente confiabilidad para cumplir con los objetivos específicos del trabajo.

### **3. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS**

Los resultados experimentales para el FL=50 m<sup>3</sup>/h con las 5 réplicas para las 6 condiciones de FV se muestran en el Anexo A2.1, sobre cuya base se obtuvieron los valores promedio que se representan en la tabla 3.1. Análogamente se construyó el Anexo A2.2 y la tabla 3.2 para FL=65 m<sup>3</sup>/h. El procesamiento de la base de datos de dichas tablas permitirá demostrar las hipótesis 1 y 2.

Por cuanto, la demostración de la hipótesis 3 requiere de la integración de los resultados anteriores con los del trabajo de Laborí, (2016), entonces se obtiene la tabla A3.1 del Anexo 3.

La evaluación gráfica del comportamiento del tamaño medio de las partículas y la velocidad de sedimentación en función de la relación FV/FL, Qv y la concentración de NH<sub>3</sub> R6 en LP se realizó por las tablas A4.1 y A4.2 del Anexo 4.

#### **3.1 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el TPAR y Vel.Sed**

La influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el licor producto sobre el tamaño de partículas para un FL= 50 m<sup>3</sup>/h se observa con claridad en la figura 3.1. Al aumentar la concentración de NH<sub>3</sub> en LP desde (77 a 82) g/L aproximadamente se evidencia una disminución apreciable del TPAR desde 17 μm hasta 11μm, debido al aumento de la masa del Ni(OH)<sub>2</sub> que se caracteriza por partículas amorfas y muy finas, corroborando lo analizado en el capítulo 1, epígrafe 1.1 y demostrando lo planteado en la hipótesis experimental 3.



Tabla 3.1 Valores promedios de las corridas experimentales para FL = 50 m<sup>3</sup>/h

No. Pruebas	FL , m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL, t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Q <sub>v</sub> , t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> ·h)	TPAR R-8 μm	Vel. Sed m/h	NH <sub>3</sub> R8 g/L	Temp. VAP ent °C	Temp. Pulpa °C	NH <sub>3</sub> R6 g/L	CO <sub>2</sub> R6 g/L	Relación NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
1	50	12	0,24	0,680	9,88	1,648	3,49	108,8	98,0	80,17	53,04	1,512
2	50	14	0,28	0,793	10,0	1,054	0,74	116,0	96,0	82,57	52,73	1,566
3	50	16	0,32	0,907	13,1	6,380	1,26	112,0	96,0	84,97	54,29	1,565
4	50	18	0,36	1,020	9,58	1,256	0,95	111,2	96,4	81,57	51,84	1,573
5	50	20	0,40	1,133	8,24	1,040	0,92	109,2	96,0	81,37	51,84	1,570
6	50	22	0,44	1,246	8,84	1,054	0,48	115,2	94,4	82,96	50,94	1,629
<b>Promedio</b>			<b>0,34</b>	<b>0,963</b>	<b>9,94</b>	<b>2,072</b>	<b>1,31</b>	<b>112,1</b>	<b>96,1</b>	<b>82,27</b>	<b>52,45</b>	<b>1,569</b>

Tabla 3.2 Valores promedio de las corridas experimentales para FL = 65 m<sup>3</sup>/h

No. Pruebas	FL , m <sup>3</sup> /h	FV , t/h	Relación FV/FL, t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Q <sub>v</sub> , t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> ·h)	TPAR R-8 μm	Vel.Sed m/h	NH <sub>3</sub> R8 g/L	Temp.VAP ent °C	Temp.Pulpa °C	NH <sub>3</sub> R6 g/L	CO <sub>2</sub> R6 g/L	Relación NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
1	65	14	0,215	0,663	8,71	1,51	11,17	114,0	94,4	78,97	49,58	1,59
2	65	16	0,246	0,758	11,33	2,31	1,11	113,2	98,0	79,97	49,84	1,60
3	65	18	0,277	0,853	17,43	6,13	1,13	114,0	96,0	82,17	71,97	1,14
4	65	20	0,308	0,947	8,88	1,22	1,04	116,0	96,4	83,17	53,40	1,56
5	65	22	0,338	1,042	9,17	1,19	0,65	120,6	94,8	82,57	52,73	1,57
<b>Promedio</b>			<b>0,277</b>	<b>0,853</b>	<b>11,11</b>	<b>2,47</b>	<b>3,02</b>	<b>115,6</b>	<b>95,9</b>	<b>81,37</b>	<b>55,50</b>	<b>1,49</b>

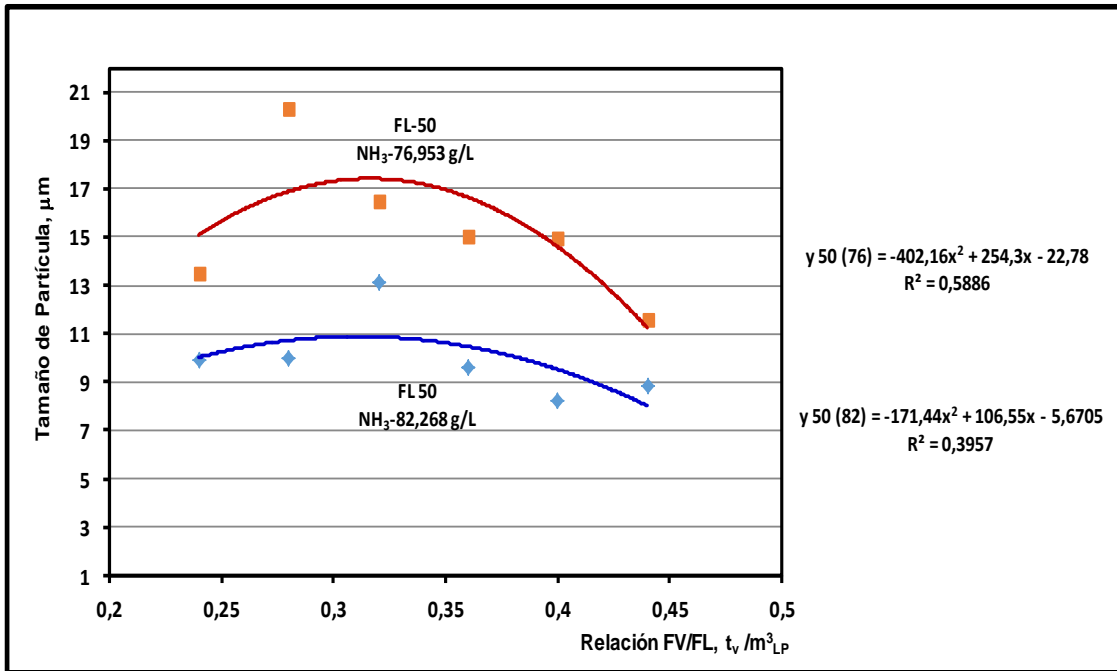


Figura 3.1 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el tamaño de partículas para un FL = 50 m<sup>3</sup>/h

En la misma figura, la relación FV/FL muestra una región óptima que se corresponde con los máximos valores de TPAR que se encuentra aproximadamente entre 0,30 y 0,34 lo que demuestra lo planteado en la hipótesis experimental 1.

En la figura 3.2 se representan varios flujos de LP y concentraciones de NH<sub>3</sub> R6. En esta se observa que para concentraciones parecidas de NH<sub>3</sub> al disminuir el FL en m<sup>3</sup>/h desde 70 hasta 60 aumenta el TPAR en micrómetros desde 16,2 hasta 21, demostrándose la hipótesis 2. Sin embargo, al disminuir el FL de 70 a 65 ocurre el efecto contrario debido al incremento de la concentración de NH<sub>3</sub> en LP desde (77 a 80) g/L lo que corrobora la hipótesis experimental 3, disminuyendo TPAR desde 16,2 hasta 13,8. En los tres FL se observa que el comportamiento de TPAR predicho en la hipótesis experimental 1, presenta una región de valores máximos FV/FL, en  $t_v/m^3_{LP}$ , entre 0,26 y 0,31.

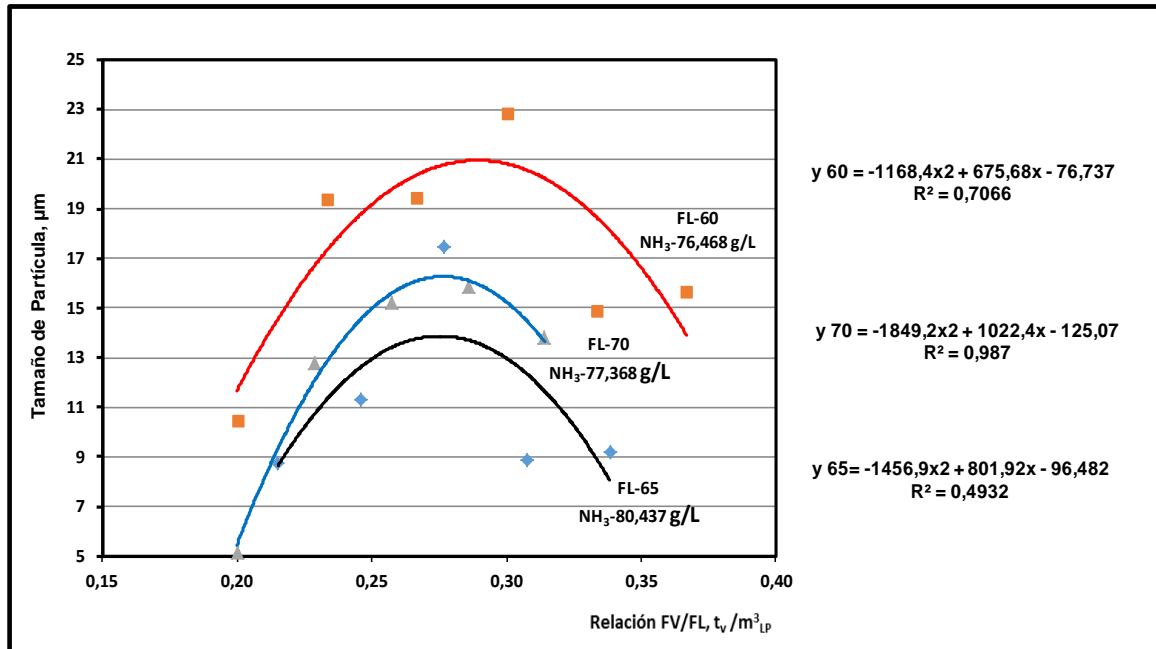


Figura 3.2 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el tamaño de partículas para diferentes FL = (60, 65 y 70) m<sup>3</sup>/h

La evaluación gráfica del comportamiento de la relación FV/FL sobre la influencia en Vel.Sed se muestra en la figura 3.3. Donde se refleja que para una concentración de NH<sub>3</sub> desde (77 a 82) g/L aproximadamente en un FL = 50 m<sup>3</sup>/h, se observa una disminución considerable en la Vel.Sed de 6,7 m/h hasta 3,2 m/h, confirmando la influencia del aumento de la masa de Ni(OH)<sub>2</sub> sobre el TPAR analizado en la figura 3.1, bajo las mismas relaciones de FV/FL y confirmando la hipótesis experimental 3.

Los máximos valores de Vel.Sed se encuentran aproximadamente en la región óptima de FV/FL (0,28 y 0,37) tv/m<sup>3</sup>LP lo que demuestra lo planteado en la hipótesis experimental 1.

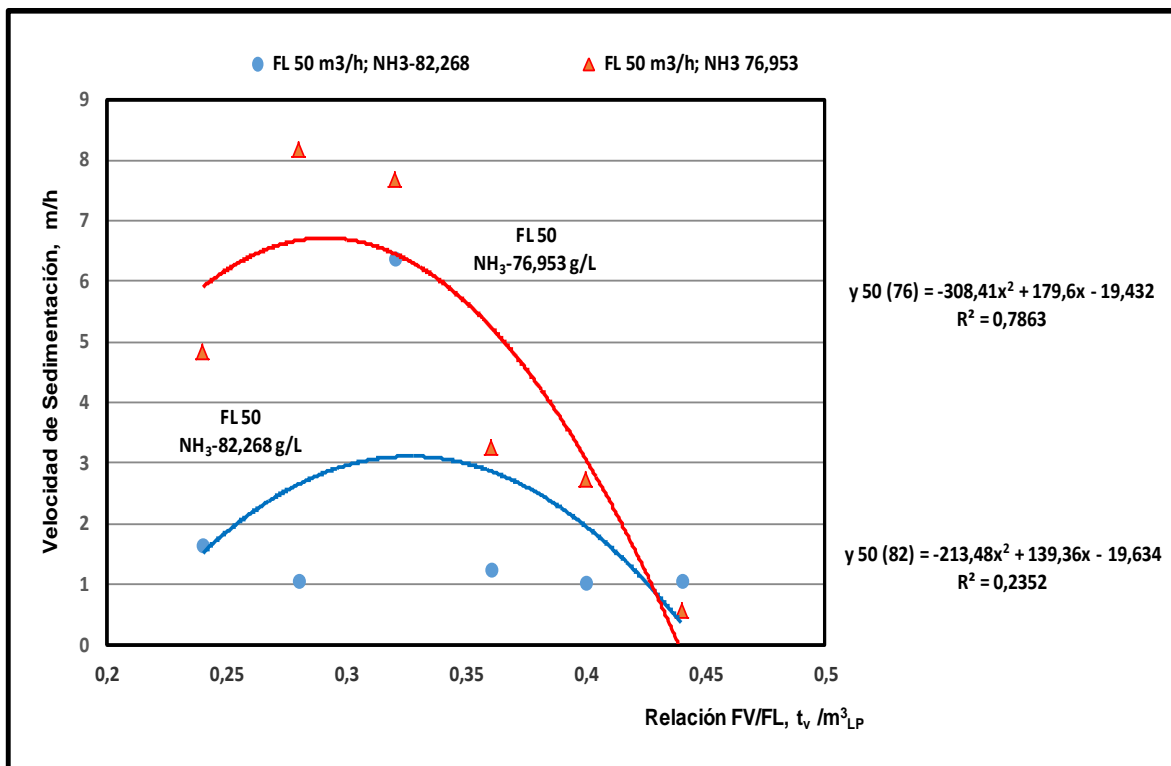


Figura 3.3 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre la velocidad de sedimentación para un FL = 50 m<sup>3</sup>/h

En la figura 3.4 se observa el mismo comportamiento pero para diferentes flujos de LP y sus concentraciones de NH<sub>3</sub> donde se reafirma la hipótesis 3 para el caso de variación de los FL, en m<sup>3</sup>/h, de 70 a 65 y de concentración de NH<sub>3</sub> en LP desde (77 a 80) g/L, lo que disminuye la Vel.Sed desde 5,9 m/h hasta 4 m/h. Al disminuir el FL, en m<sup>3</sup>/h desde 70 hasta 60 aumenta la Vel.Sed en m/h desde 5,9 hasta 8,3 confirmando la hipótesis 2. La región óptima de la relación FV/FL para lograr mayor Vel.Sed se encuentra en el rango de (0,26 y 0,31) tv/m<sup>3</sup> y coincide con el análisis antes realizado bajo las mismas condiciones para el TPAR (ver figura 3.2) y la confirmación de la hipótesis experimental 1.

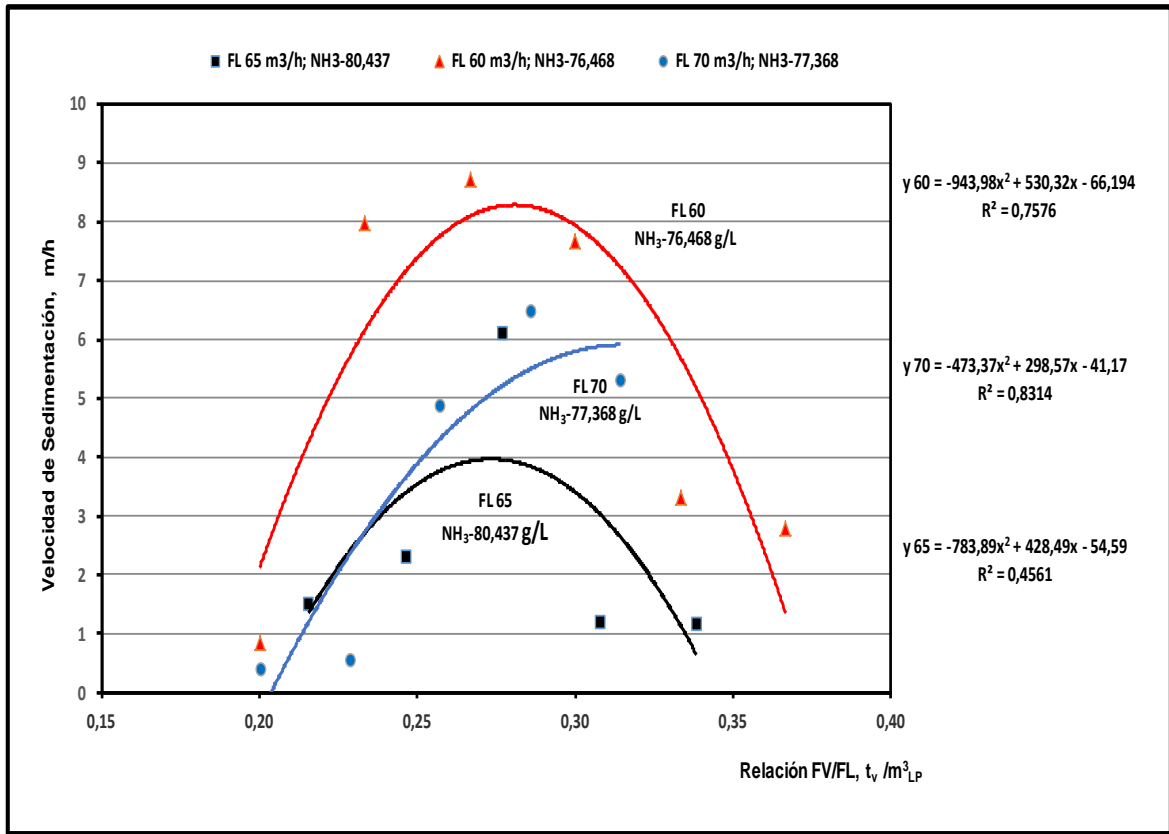


Figura 3.4 Influencia del consumo específico de vapor y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre la velocidad de sedimentación para diferentes FL = (60, 65 y 70) m<sup>3</sup>/h

### 3.2 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el TPAR y Vel.Sed.

El comportamiento gráfico del tamaño medio de las partículas y la velocidad de sedimentación en función de la velocidad de cristalización de las figuras 3.5, 3.6, 3.7 y 3.8 es el mismo que el analizado en el acápite 3.1. De la misma manera, el orden de las zonas de máximos valores de TPAR y Vel.Sed para los FL y concentraciones de NH<sub>3</sub> R6 estudiados se mantienen, por lo que solo cambiarán los valores de la región de Qv correspondientes a dichos máximos.

En las tablas 3.3 y 3.4 se resumen las regiones óptimas de Qv, así como el incremento o disminución de TPAR y Vel.Sed para diferentes intervalos de FL y NH<sub>3</sub> R6.

Tabla 3.3 Regiones óptimas en función de  $Q_v$  para el TPAR

Figura No.	FL, $m^3/h$	NH <sub>3</sub> R6, g/L	Reg. ópt. $Q_v$ $t_v/(m^3_{LP}\cdot h)$	Incremento	Disminución
				TPAR $\mu m$	TPAR $\mu m$
3.5	50 a 50	76,953	0,86 y 1,05		17 a 11
		82,268			
3.6	70 a 60	77,368	0,81 y 0,91	16,2 a 21	
		76,468			
	70 a 65	77,368		16,5 a 13,9	
		80,437			

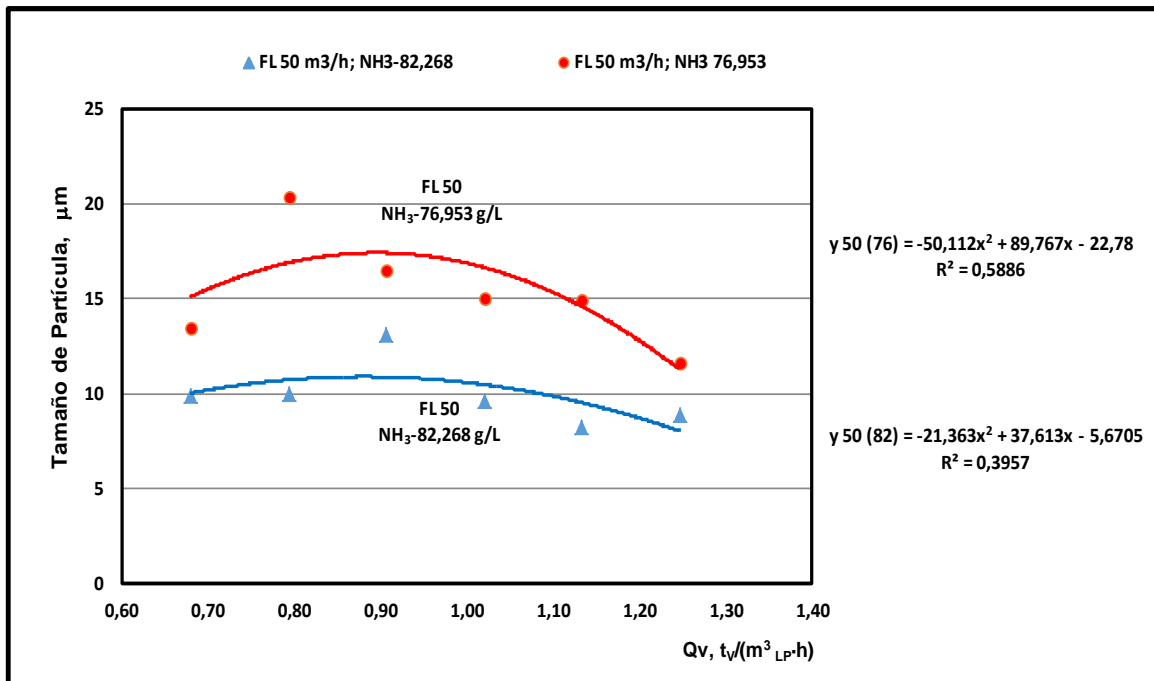


Figura 3.5 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el tamaño de partículas para un FL = 50  $m^3/h$

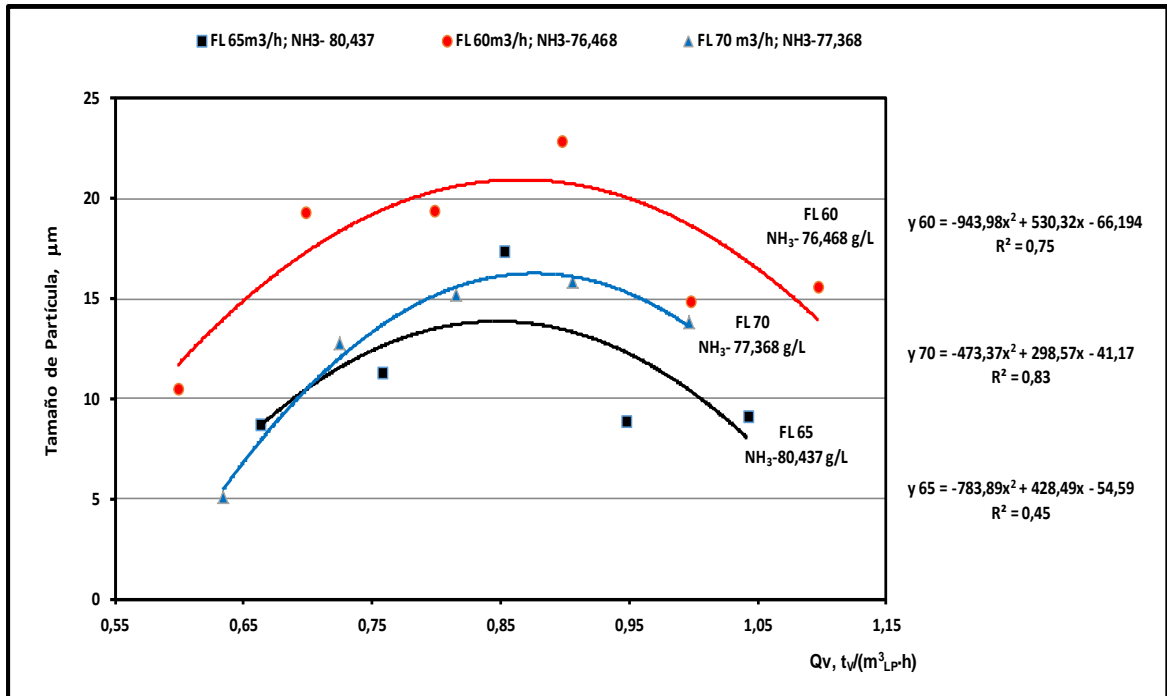


Figura 3.6 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre el tamaño de partículas para diferentes FL = (60, 65 y 70) m<sup>3</sup>/h

Tabla 3.4 Regiones óptimas en función de Q<sub>v</sub> para el Vel.Sed

Figura No.	FL, m <sup>3</sup> /h	NH <sub>3</sub> R6, g/L	Reg. ópt. Q <sub>v</sub> t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> .h)	Incremento	Disminución
				Vel.Sed m/h	Vel. Sed m/h
3.7	50 a 50	76,953	0,78 y 1,05		6,7 a 3,2
		82,268			
3.8	70 a 60	77,368	0,79 y 0,99	5,9 a 8,3	
		76,468			
	70 a 65	77,368		5,9 a 4	
		80,437			

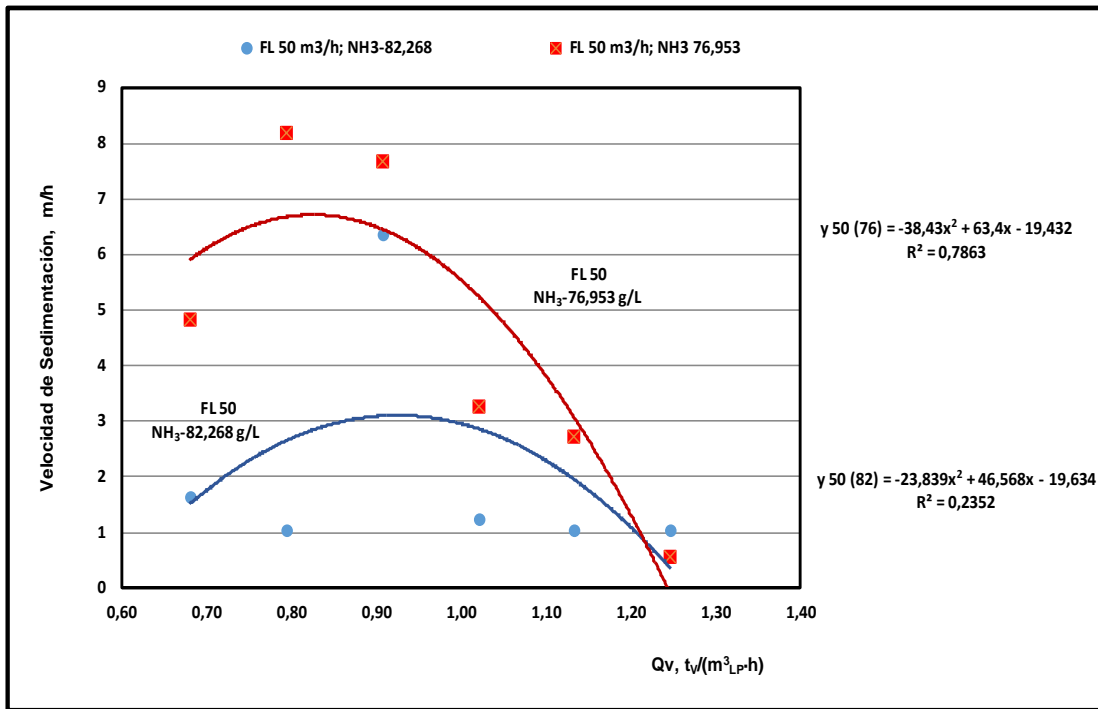


Figura 3.7 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre la velocidad de sedimentación para un FL = 50 m<sup>3</sup>/h

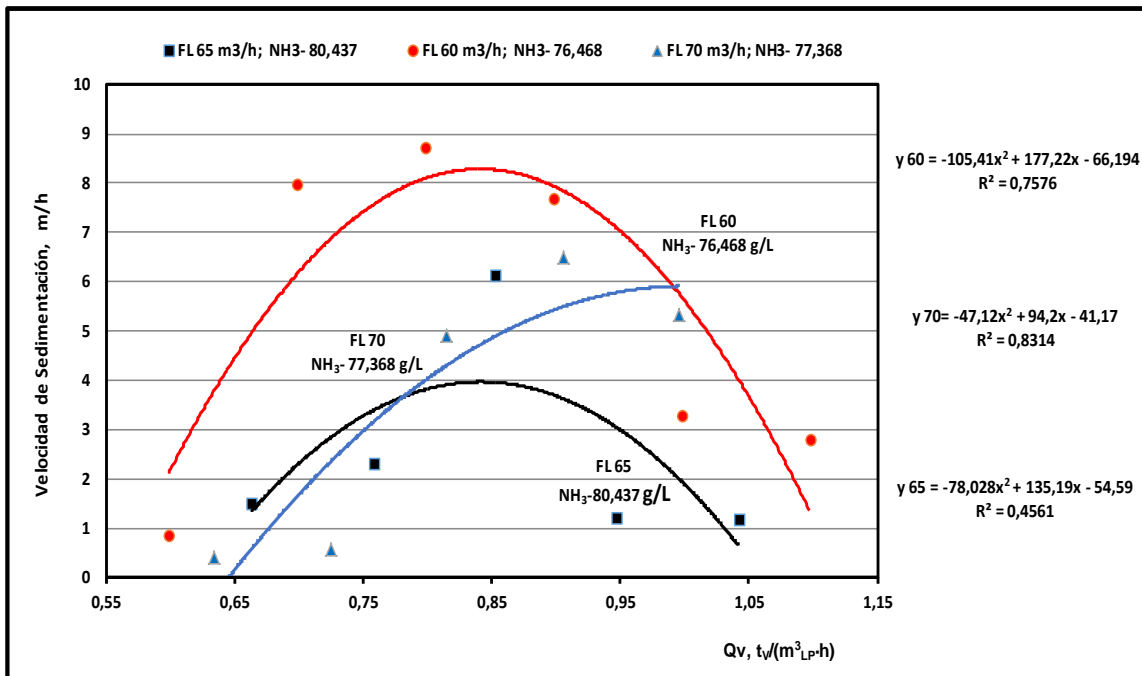


Figura 3.8 Influencia de la velocidad de cristalización y la concentración de NH<sub>3</sub> en el LP sobre la velocidad de sedimentación para diferentes FL= (60, 65 y 70) m<sup>3</sup>/h



Como se puede observar en las tablas 3.3 y 3.4 la región óptima de  $Q_v$  sin considerar la norma de vertimiento  $NH_3$  R8 se encuentra entre (0,78 y 1,05)  $t_v/(m^3_{LP}\cdot h)$ .

En el caso de la relación FV/FL antes expuesta en los epígrafes 3.1 y 3.2 se encuentran entre (0,26 y 0,37)  $t_v/m^3_{LP}$ . Estos valores serán empleados en el siguiente epígrafe para evaluar el cumplimiento de la norma de vertimiento en cada caso estudiado. Finalmente, se puede confirmar el cumplimiento de las tres hipótesis experimentales planteadas en el capítulo 2.

### **3.3 Región óptima de operación del vapor en el alambique de licor considerando la norma de vertimiento de $NH_3$ R8.**

Atendiendo que el TPAR es el parámetro fundamental de calidad de la cristalización del CBNi, se tomarán los intervalos de valores antes mencionado para las regiones óptimas correspondientes a la relación FV/FL y  $Q_v$  que se encuentran en la gráficos 3.9 y 3.10. Para evitar una sobrecarga de los gráficos que a continuación se mostrarán, y que permita facilitar la comprensión, no se consideró el caso del FL=70  $m^3/h$ , ya que la región óptima para alcanzar mayor tamaño de partícula coincide con la del FL=65  $m^3/h$ .

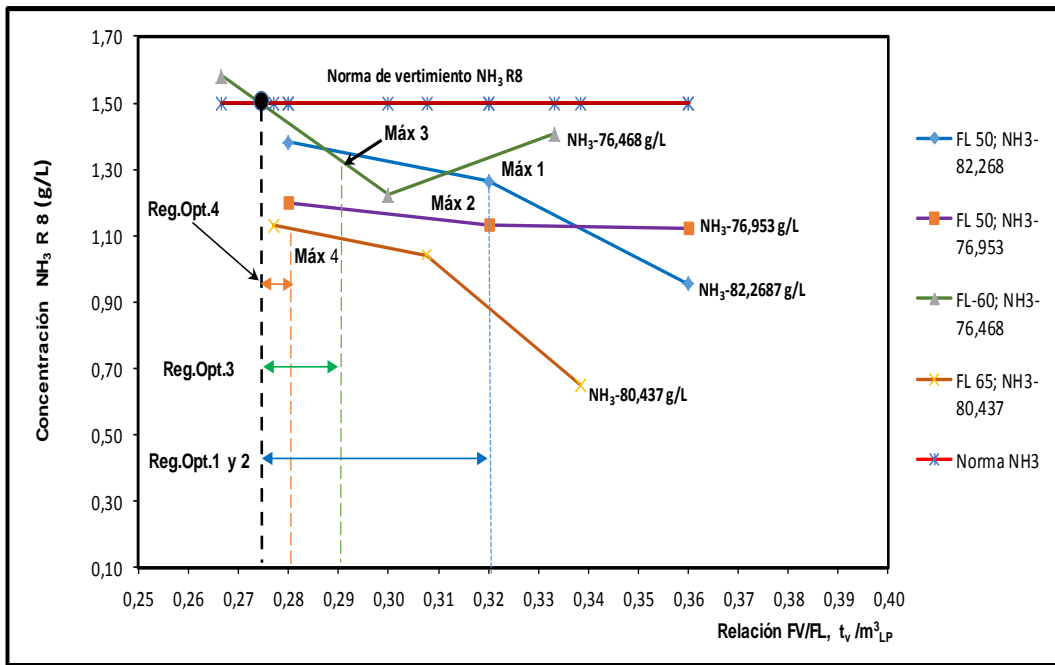


Figura 3.9 Determinación de la región óptima de operación del alambique de licor por la relación FV/FL para diferentes concentraciones de amoníaco en el LP en el intervalo de FL entre (50 y 65) m<sup>3</sup>/h

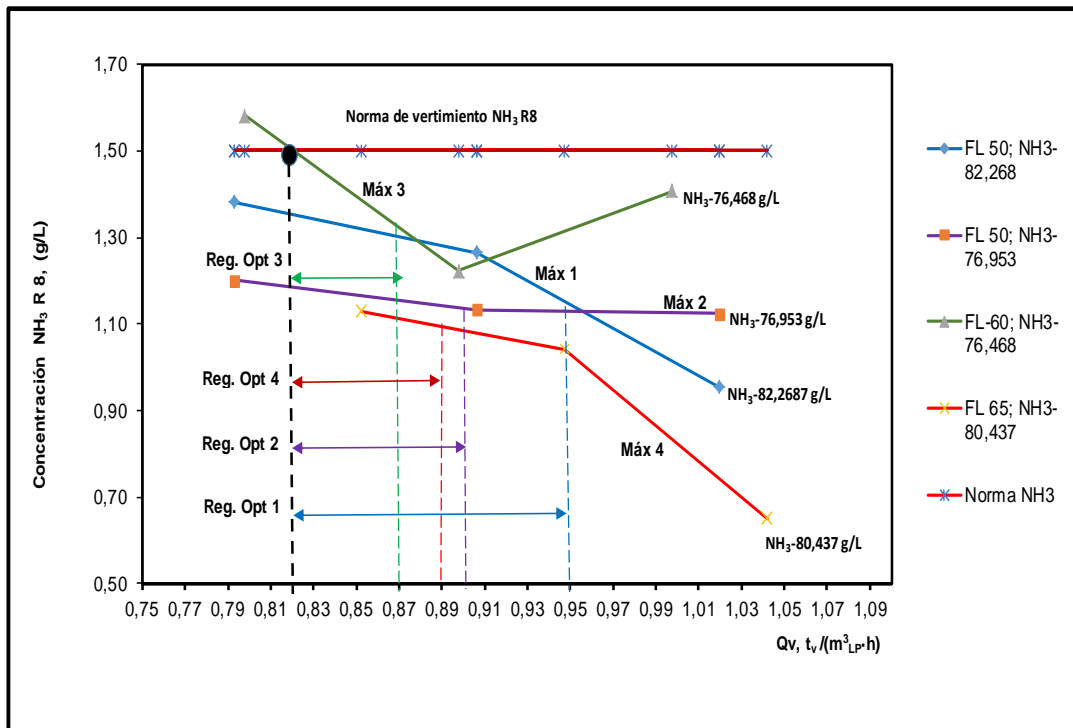


Figura 3.10 Determinación de la región óptima de operación del alambique de licor por Qv para diferentes concentraciones de amoníaco en el LP en el intervalo de FL entre (50 y 65) m<sup>3</sup>/h

Como se observa en ambas figuras, las pruebas realizadas están por debajo de la norma de vertimiento de 1,5 g/L de NH<sub>3</sub> con excepción de un valor. Por consiguiente, el límite inferior de la región óptima de operación del vapor es común para todos los casos, (se representa por una línea gruesa discontinua) se corresponde con un valor:

- Para la Relación FV/FL igual a 0,274 t<sub>v</sub>/m<sup>3</sup><sub>LP</sub>;
- Para Q<sub>v</sub> igual a 0,82 t<sub>v</sub>/(m<sup>3</sup><sub>LP</sub>·h)

El límite superior de ambos parámetros dependerá de los valores de FL y concentración de NH<sub>3</sub> del LP. De esta forma, en dichas figuras se representan las regiones óptimas de operación del vapor para cada caso con líneas rectas con doble flechas. Por ejemplo en la figura 3.9 para un FL=50 m<sup>3</sup>/h y una concentración de NH<sub>3</sub>=82,268 g/L, dicho límite corresponde a la relación FV/FL=0,32 t<sub>v</sub>/m<sup>3</sup><sub>LP</sub>; para el cual el TPAR constituye el máximo valor (Max 1), por lo que se traza una línea recta discontinua perpendicular al eje x (desde 0,32) hasta que se corte con la recta correspondiente a dicha condición experimental. Por tanto el intervalo de la región óptima se encuentra entre (0,274÷0,32) t<sub>v</sub>/m<sup>3</sup><sub>LP</sub>. El mismo razonamiento se aplica para el resto de las condiciones, por lo que se obtienen valores máximos (Max 2, 3 y 4) que se muestran en la figura 3.9.

Análogamente, se determinan las regiones óptimas de vapor para la velocidad de cristalización en la figura 3.10. Como ilustración se explicará el caso siguiente: para un FL=50 m<sup>3</sup>/h y una concentración de NH<sub>3</sub> = 82,268 g/L, dicho límite corresponde a la relación Q<sub>v</sub>=0,95 t<sub>v</sub>/(m<sup>3</sup><sub>LP</sub>·h) para el que le corresponde el máximo valor de TPAR (Max 1), desde donde se traza una línea discontinua perpendicular al eje x hasta que se corte con la recta correspondiente a dicha condición experimental. En este caso la región óptima de operación está limitada por los valores (0,82÷0,95) t<sub>v</sub>/(m<sup>3</sup><sub>LP</sub>·h)

Después de haber determinado las regiones óptimas de operación económica se procede a calcular los flujos de vapor a utilizar para alcanzar los máximos valores de TPAR. A continuación se ilustrará el procedimiento.

Para el caso antes analizado: FL=50 m<sup>3</sup>/h y una concentración de amoníaco en el licor producto alrededor a 82 g/L, entonces el flujo de vapor será:

$$FV = FL \cdot (0,27 \div 0,32) = 50 \cdot (0,27 \div 0,32) = (13,5 \div 16,0), \frac{t_v}{h}$$

y para  $Q_v$

$$FV = FL \cdot (0,82 \div 0,95) \cdot T_R = 50 \cdot (0,82 \div 0,95) \cdot 0,353 = (14,5 \div 16,8), \frac{t_v}{h}$$

Como se puede observar el FV de la  $Q_v$  es algo superior que el de la relación FV/FL por lo que se puede seleccionar un valor en el intervalo que es común para las dos variables de salida, por ejemplo, 15  $t_v/h$ . Esto demuestra que el parámetro  $Q_v$  es más seguro para operar el FV, por lo que se recomienda su implementación en la Planta. Al comparar este resultado con la práctica actual de operación del AB para este FL en correspondencia con la tabla 2.8 del capítulo 2, se opera alrededor de 10  $t_v/h$  lo que está por debajo de la región óptima de operación del vapor. Este análisis se puede extender para el resto de los FL que con mayor frecuencia se opera el AB. Sin embargo para las condiciones de diseño mostradas en la tabla 2.6, el FV=14,31  $t_v/h$  para un FL=53  $m^3/h$ , lo que hace una relación FV/FL=0,27, se encuentra en el límite inferior de la región óptima y del FV para  $Q_v$ , confirmando la validez de operar por  $Q_v$ , ya que debió ser algo mayor que el recomendado en dicha tabla. Hay que recordar que las concentraciones de  $NH_3$  en LP, entonces, fueron  $\approx 68$  g/L, y por consiguiente, los TPAR y Vel.Sed debieron ser muy superiores que los actuales.

Por el análisis realizado en el presente epígrafe es recomendable trabajar con FL entre 50 y menores que 65, para obtener TPAR iguales o superiores a 17 micrómetros. En un futuro inmediato se debe obtener un modelo de regresión que permita pronosticar TPAR en función de la concentración de  $NH_3$  en LP para el intervalo de flujo recomendado, lo que permitirá precisar el FV óptimo para cada caso.

Estos resultados demuestran el cumplimiento de la hipótesis científica general enunciada en la introducción.

### 3.4 Evaluación del coeficiente de correlación

Esta evaluación se realiza por la base de datos que se encuentra en la tabla A3.1 que al procesarla por el Excel se obtuvieron la tabla 3.5 y 3.6 que se muestran a continuación.

**Tabla 3.5 Resultado de los coeficientes de correlación.**

Coeficiente de correlación par	TAMAÑO DE PARTÍCULAS					
	Relación FV/FL, $t_v / m^3_{LP}$	Qv, $t_v / (m^3_{LP} \cdot h)$	FL, $m^3/h$	Vel.Sed $m/h$	NH <sub>3</sub> R6 $g/L$	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
	-0,040	-0,033	-0,012	0,869	-0,501	-0,448
Coeficiente de correlación par	VELOCIDAD DE SEDIMENTACIÓN					
	Relación FV/FL, $t_v / m^3_{LP}$	Qv, $t_v / (m^3_{LP} \cdot h)$	FL, $m^3/h$	TPAR $\mu m$	NH <sub>3</sub> R6 $g/L$	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
	-0,166	-0,165	0,007	0,869	-0,312	-0,423

**Tabla 3.6 Resultado de los coeficientes de correlación y sus interacciones.**

	FL,	Rel FV/FL	Qv,	Vel.Sed	NH <sub>3</sub> R6	Rel. NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>	TPAR
FL,	1						
Rel FV/FL	-0,501	1					
Qv,	-0,336	0,983	1				
Vel.Sed	0,007	-0,166	-0,165	1			
NH <sub>3</sub> R6	-0,169	0,241	0,226	-0,312	1		
Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>	-0,286	0,180	0,130	-0,423	0,206	1	
TPAR	<b>-0,012</b>	<b>-0,040</b>	<b>-0,033</b>	<b>0,869</b>	<b>-0,501</b>	<b>-0,448</b>	1

En la tabla 3.5, se muestra que los coeficientes de correlación estudiados tienen pequeños valores en FV/FL y Qv, los que expresan el comportamiento de TPAR y Vel.Sed analizados en los epígrafes 3.1 y 3.2, que a su vez, confirman la hipótesis experimental 1. El signo negativo demuestra que al aumentar ambas variables más allá de la región óptima, causará un efecto negativo sobre el TPAR y la Vel.Sed. El

mismo nivel de influencia tiene el FL sobre el TPAR con un coeficiente de -0,012, afirmando lo expresado, no siendo así para la correlación respecto a la Vel.Sed (0,007), aunque su pequeño valor no refleja una influencia positiva sobre esta variable de salida.

El parámetro que muestra mayor influencia sobre las variables de TPAR y la Vel.Sed es la Concentración NH<sub>3</sub>R6 -en LP- con valores de (-0,501 y -0,312) g/L respectivamente, lo cual también se refleja en la relación NH<sub>3</sub>/CO<sub>2</sub>, ya que está contenida en la misma.

En la tabla 3.6 se muestran, además, las interacciones entre dos variables, en la que se destaca la fuerte interrelación existente entre FV/FL y Q<sub>v</sub>, demostrando su confiabilidad para introducirlos como parámetros de operación de la sección de AB de LP.

### 3.5 Evaluación económica.

En el trabajo de maestría Laborí, (2016), se realizó una valoración económica objetiva a nivel de planta y empresa considerando los beneficios que traería los resultados de esta línea de investigación común para ambos autores, lo que se resume en la tabla 3.7.

**Tabla 3.7 Resumen de los resultados económicos**

CONCEPTO	Cantidad, t/año	Precio, USD/t	Ahorro, USD/año
Por amoníaco	316,80	\$772,00	\$244.569,00
Por petróleo en HC	160,41	\$270,00	\$43.310,00
Por diésel en M/S	108,00	\$840,00	\$90.720,00
Por incremento de productividad	16,61	\$8.445,00	\$140.290,00
<b>Total</b>			<b>\$298.776,00</b>

El aporte por la implementación de la investigación sería alrededor de \$300.000,00 USD/año.

Las variaciones principales pueden estar dadas en los precios que se reflejan en la columna 3 de dicha tabla, y el posible incremento del FV en los AB de la UBP.

### 3.6 Evaluación del impacto al medio ambiente.

El principal aporte medio ambiental del presente trabajo, está relacionado con el vertimiento del  $\text{NH}_3$  contenido en el agua de la pulpa de CBNi destilada, cuya concentración se encuentran por debajo de la norma establecida 1,5 g/L como se muestran en la figura 3.9 y 3.10.

### 3.7 Conclusiones del capítulo 3.

- 1) Se demostró la validez de la hipótesis científico experimental 1 para cualquier composición del LP a destilar y FL constante. Se obtuvo un comportamiento parabólico del TPAR y la Vel.Sed al aumentar  $Q_v$  y  $FV/FL$ , cuyas regiones de valores máximos fueron establecidos durante las pruebas en la UDP.
- 2) Se demostró la validez de la hipótesis científico experimental 2 para diferentes FL, en  $\text{m}^3/\text{h}$ : 50, 60, 65 y 70, para los cuáles, el TPAR y la Vel.Sed aumentan con la disminución del FL, cuantificándose dicha disminución durante las pruebas en la UDP.
- 3) Se demostró la validez de la hipótesis científico experimental 3 para los FL antes mencionados y concentraciones de  $\text{NH}_3$  en LP entre (76 y 82) g/L con relaciones  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  en el rango de (1,42÷1,57), lo que modificó el comportamiento explicado en la hipótesis 2, al disminuir el TPAR y la Vel.Sed con el incremento de la concentración de  $\text{NH}_3$  en el LP, cuantificándose para un FL aproximadamente igual a 50  $\text{m}^3/\text{h}$ : la disminución del TPAR desde (17 a 11)  $\mu\text{m}$  y de la Vel.Sed desde (6,7 a 3,2) m/h.
- 4) Se determinaron las regiones óptimas de operación de  $Q_v$  y de relación  $FV/FL$  que cumplen la condición de igual o menor concentración de  $\text{NH}_3$  en la descarga del AB para garantizar el TPAR y la Vel.Sed deseados para los FL y  $\text{NH}_3$  R6 estudiados, cuyos valores se encuentran en los intervalos siguientes:  $Q_v = (0,82 \div 0,95) t_v / (\text{m}^3_{\text{LP}} \cdot \text{h})$ ;  $FV/FL = (0,27 \div 0,32) t_v / \text{m}^3_{\text{LP}}$
- 5) Se determinaron las regiones óptimas de operación del FV para las condiciones estudiadas que garantizan los valores máximos de TPAR y la Vel.Sed, los que se encuentran entre (14 ÷ 17)  $t_v/\text{h}$  para FL recomendados entre 50 y 60  $\text{m}^3/\text{h}$ .

6) Los coeficientes de correlación para TPAR y la Vel.Sed tienen pequeños valores en FV/FL (-0,040; -0,166) y  $Q_v$  (-0,033;-0,165), respectivamente. El signo negativo demuestra que al aumentar ambas variables más allá de la región óptima, causa un efecto negativo sobre el TPAR y la Vel.Sed. Se demostró que el parámetro de mayor influencia sobre las variables de TPAR y la Vel.Sed es la concentración  $NH_3R6$  - en LP- con valores de (-0,501 y -0,312), respectivamente.



## CONCLUSIONES

El análisis de los resultados obtenidos a escala de UDP en el AB-206 demostró el cumplimiento de los objetivos y la hipótesis científica planteados al final de la Introducción del presente trabajo, los que se evalúan a continuación:

- 1) Se obtuvo un comportamiento parabólico del TPAR y la Vel.Sed al aumentar  $Q_v$  y FV/FL, cuyas regiones de valores máximos fueron establecidos para todos los FL estudiados al variar sus concentraciones de  $\text{NH}_3$  en el LP entre  $(76 \div 82)$  g/L, lo que al aumentar esta última, hace disminuir la posición de la parábola de TPAR y la Vel.Sed para un FL constante.
- 2) Se determinaron las regiones óptimas de operación de  $Q_v$  y de relación FV/FL que cumplen la condición de igual o menor concentración de  $\text{NH}_3$  R8 en la descarga del AB para garantizar los valores máximos de TPAR y Vel.Sed respecto a los FL y  $\text{NH}_3$  R6 en LP estudiados, cuyos valores se encuentran en los intervalos siguientes:  $Q_v=(0,82 \div 0,95)$   $t_v/(m^3_{LP}\cdot h)$ ;  $FV/FL=(0,27 \div 0,32)$   $t_v/m^3_{LP}$ , para los cuales los FV se encuentran entre  $(14 \div 17)$   $t_v/h$ , considerando  $Q_v$  como el más seguro para la cristalización del CBNi.
- 3) La valoración estadística de los coeficientes de correlación de TPAR y Vel.Sed respecto al resto de las variables estudiadas muestran valores negativos, exceptuando el insignificante valor positivo del FL para la Vel.Sed. De estas, la que más influye sobre TPAR y Vel.Sed es la concentración de  $\text{NH}_3$  R6 en el LP  $(-0,501$  y  $-0,312)$ , respectivamente, considerando la relación  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  que la contiene, lo que indica la necesidad de limitar el FL cuando aumenta  $\text{NH}_3$  R6 porque de lo contrario, disminuirá el TPAR y la Vel.Sed. La  $Q_v$  y la FV/FL ocupan el segundo lugar en la magnitud de influencia para la Vel.Sed  $(-0,165$ ;  $-0,166)$ , y para TPAR  $(-0,033$ ;  $-0,040)$ . Un mismo nivel de influencia tiene el FL sobre el TPAR con un coeficiente de  $-0,012$ .

- 4) Se demuestra la necesidad de implementar en la planta, el parámetro de operación  $Q_v$ , con el propósito de determinar la región óptima de operación del flujo de vapor, como parámetro fundamental de la cristalización del CBNi en las torres de destilación del LP en dependencia de su concentración en  $NH_3$  y FL, para garantizar una calidad estable del CBNi alimentado a los hornos de calcinación.
- 5) Se estimó un aporte económico de alrededor de \$300.000,00 USD/año una vez generalizados los resultados obtenidos.

## RECOMENDACIONES

- 1) Recomendar a la dirección técnica de la ECECG y la UBP-Recuperación de Amoníaco, trabajar con flujos de licores (LP) en  $\text{m}^3/\text{h}$  ( $50 < \text{FL} < 65$ ) en la sección de los alambiques de licor, para obtener TPAR iguales o superiores a 17 micrómetros, en correspondencia con la concentración de amoníaco alimentado en el licor producto y sus relaciones  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  se encuentran entre  $(1,42 \div 1,57)$
- 2) Implementar en la planta un nuevo parámetro operativo,  $Q_v$ , para lograr la región óptima de operación del flujo de vapor que se suministra a cada AB de LP.
- 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.
- 4) Obtener un modelo estadístico de regresión para pronosticar el TPAR en función de las variables principales del proceso (concentración  $\text{NH}_3$  R6, FV, FL,  $Q_v$ , Vel.Sed) a partir de una base de datos confiable de producción de AB en buen estado operacional que cumplan con las condiciones de relación  $\text{NH}_3/\text{CO}_2$  estudiadas, y demás parámetros operacionales tradicionales.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALEPUZ, LL. H. Informe final de ensemillamiento. Informe Técnico. CIL. Moa, 1999a, 21 p.
2. ALEPUZ, LL. H. Uso de aditivos en la destilación. Informe Técnico. CIL. Cuba, 1999b, 18 p.
3. BLANCO, L. Resultados de los análisis del CBNi. Informe Técnico. CIL. Cuba, 1996, 14 p.
4. BROWN, G. G. Operaciones básicas de la ingeniería química. Tomo II, Capítulo 33, 1984, 518 p.
5. CHANG, A. R.; BOBKOVSKI, A. G.; RODRÍGUEZ, J. I.; BELOGLAZOV, I. N. Estudio de las particularidades estructurales y composición de fase de los productos de la hidrólisis de los iones de hierro a partir de licores carbonato-amoniacaes. *TsvetnieMetally*. (9), 30-34, 1995 (en ruso).
6. CHANG, A. R., RODRÍGUEZ, J. I.; DOBROJOTOV, G. N. Influencia del régimen de aireación sobre las extracciones de cobalto en la primera etapa de la lixiviación carbonato-amoniacaal de los minerales reducidos de Ni. *Revista Minería y Geología*. 1 (1), 51-62, 1989.
7. CHAVIANO, R. L. Aplicación de la adición de soda a los alambiques de licor de la Empresa Ernesto Che Guevara. Informe Técnico. Moa, 2000a, 8 p.
8. CHAVIANO, R. L. Mejoras introducidas al proceso de destilación del licor producto. Informe Técnico. Moa, 2000b, 21 p.
9. FATJÓ, J. E; Rodríguez, L. Optimización de los alambiques de licor. Informe Técnico. Archivo Nicaro, 1968, 8 p.
10. GARCIA, P. A. Ensemillamiento en los alambiques de destilación de licor producto. Informe Técnico. Archivo Nicaro, 1989, 9 p.
11. GRIGORIEVA K. I., VAILLANT H. H., CHANG C. A. R., DOBROJOTOV G. N. Solubilidad del Níquel y Cobalto (II) en medios carbonato-amoniacaes. *Izv. VuzovZvetnayaMetallurgia* (1), 37-41, 1987 (en ruso).

12. 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, 1992, 41 p.
13. HERRERA, J. V. Informe sobre pruebas realizadas con la tecnología destilación- evaporación a escala piloto. Nicaro, 1974, 18 p.
14. LABORÍ, L., N. Régimen óptimo de operación de los alambiques de licor producto para la cristalización del carbonato básico de níquel. Tesis en opción al título de Master en Metalurgia. Instituto Superior Minero Metalúrgico. Moa, 2016, 63 p.
15. Manual de operación Planta Recuperación de Amoníaco. Empresa Comandante Ernesto Che Guevara. Moa, 2013, 145 p.
16. Manual de operación Taller Calcinación y Sinter. Empresa "Comandante Ernesto Che Guevara". Moa, 1985, 200 p.
17. 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, 2001, 85 p.
18. 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, 2004, 16 p.
19. PERRY, P.H. Manual del ingeniero químico. 6ta Edición. Tomo I. Capítulo 19. Editorial McGRAW-HILL, 1976, 2577 p.
20. REGALADO, M., HERNANDEZ, J. y TERRERO, L. Estudio termodinámico en torre de destilación de la fábrica comandante Ernesto Che Guevara. Informe técnico. CEDINIQ. Moa, 2013, 36 p.
21. 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, 2001, 42 p.
22. 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, 1985, 17 p.

23. 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, 1989, 28 p.
24. TREYBAL, R.E. Operaciones de transferencia de masa. 6da Edición. Capítulo 6. 157, Editorial McGRAW-HILL, México, 1982, 862 p.
25. TABEADA, M. E., BOLADO, S., GRABER, T. Curso de cristalización industrial. 2008, 64 p. <http://www.textoscientificos.com/quimica/cristales>. Fecha de consulta: 12/04/2016.
26. VAINZHTEIN I. A. Limpieza y utilización de las aguas residuales de los talleres ferrosos (Tratamiento de soluciones que contienen sales de hierro). Ed. Metalurgia, Moscú, 1986, 109 p (en ruso).
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, 1974, 16 p.
28. William D. Callister Jr. Fundamentals of Materials Science and Engineering. Fifth Edition. Department of Metallurgical Engineering. The University of Utah. John Wiley & Sons, Inc. ISBN: 0-471 -39551-X. An Interactive e-text.
29. ZELIKMAN, A. N., VOLDMAN, G.M., BELIAEVSKAYA, L.V. Teoría de los procesos hidrometalúrgicos. Editorial VNESHORGIZDAT, Moscú, 1982, 482 p.

# ANEXOS

## ANEXO 1

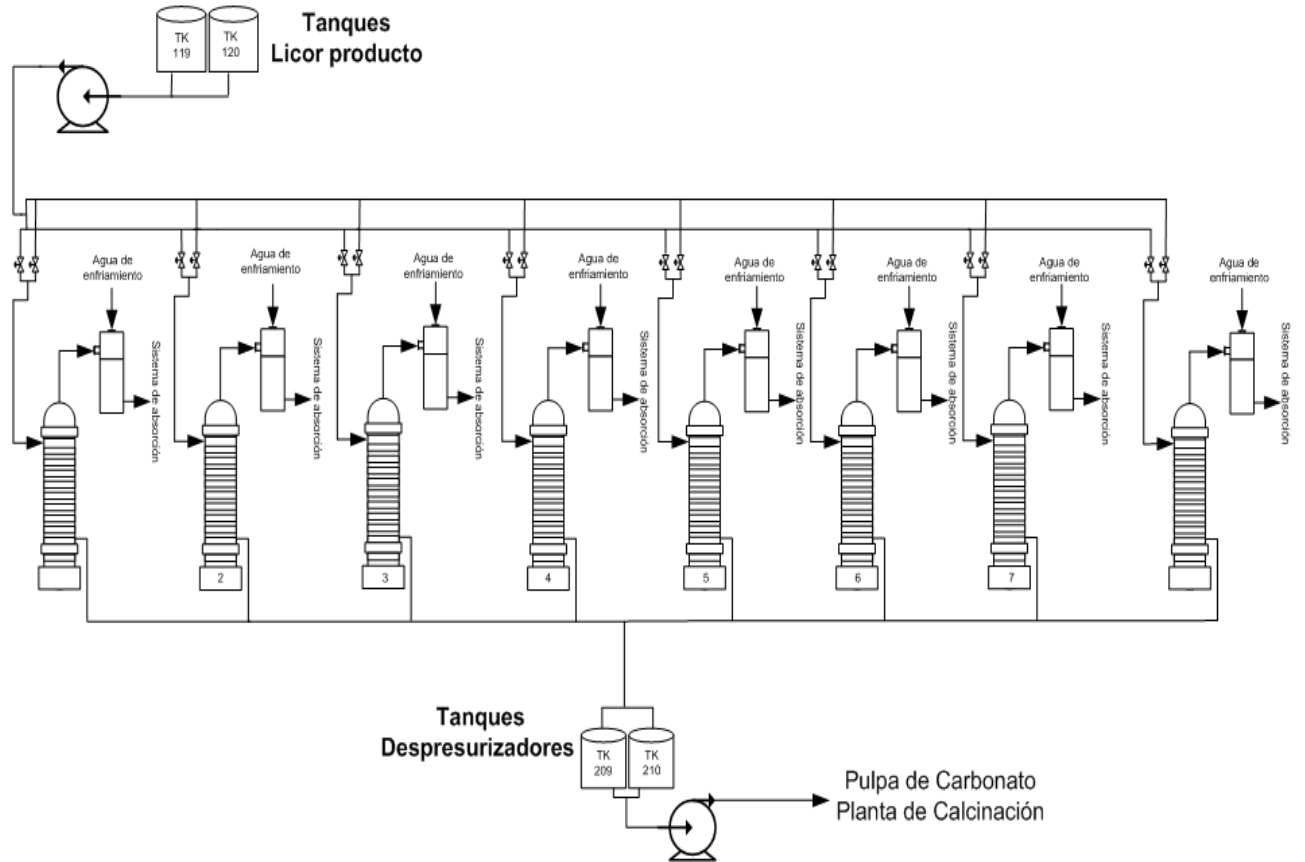


Figura A1 Esquema de flujo tecnológico del proceso de destilación de licor producto.

## ANEXO 2 RESULTADOS EXPERIMENTALES

Tabla A2.1 Resultado de las corridas experimentales para FL = 50 m<sup>3</sup>/h

No. Pruebas	FL, m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL, t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Q <sub>v</sub> , t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> . h)	TPAR μm	Vel.Sed m/h	NH <sub>3</sub> R8 g/L	Temp.VAPent °C	Temp.Pulpa °C	NH <sub>3</sub> R6 g/L	CO <sub>2</sub> R6 g/L	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
1	50	12	0,240	0,680	11,36	3,36	1,63	109,0	98,00	80,17	53,04	1,512
2	50	14	0,280	0,793	10,25	1,07	0,63	116,0	96,00	82,57	52,73	1,566
3	50	16	0,320	0,907	11,17	6,23	1,23	112,0	96,00	84,97	54,29	1,565
4	50	18	0,360	1,020	10,12	2,11	0,88	110,0	98,00	81,57	51,84	1,573
5	50	20	0,400	1,133	9,20	1,04	0,86	109,0	96,00	81,37	51,84	1,570
6	50	22	0,440	1,246	9,31	1,05	0,37	116,0	92,00	82,96	50,94	1,629
7	50	12	0,240	0,680	8,56	1,05	4,45	109,0	98,00	80,17	53,04	1,512
8	50	14	0,280	0,793	10,48	1,05	1,38	116,0	96,00	82,57	52,73	1,566
9	50	16	0,320	0,907	15,10	7,05	1,36	112,0	96,00	84,97	54,29	1,565
10	50	18	0,360	1,020	9,56	1,07	0,97	109,0	96,00	81,57	51,84	1,573
11	50	20	0,400	1,133	7,83	1,05	0,98	109,0	96,00	81,37	51,84	1,570
12	50	22	0,440	1,246	8,21	1,05	0,42	115,0	96,00	82,96	50,94	1,629
13	50	12	0,240	0,680	9,47	1,06	4,30	108,0	98,00	80,17	53,04	1,512
14	50	14	0,280	0,793	10,49	1,04	0,59	116,0	96,00	82,57	52,73	1,566
15	50	16	0,320	0,907	13,68	6,02	1,19	112,0	96,00	84,97	54,29	1,565
16	50	18	0,360	1,020	8,74	1,03	1,02	109,0	96,00	81,57	51,84	1,573
17	50	20	0,400	1,133	7,80	1,05	0,95	110,0	96,00	81,37	51,84	1,570
18	50	22	0,440	1,246	7,78	1,04	0,40	115,0	96,00	82,96	50,94	1,629
19	50	12	0,240	0,680	8,29	1,06	4,16	109,0	98,00	80,17	53,04	1,512
20	50	14	0,280	0,793	9,64	1,05	0,56	116,0	96,00	82,57	52,73	1,566
21	50	16	0,320	0,907	14,18	6,89	1,23	110,0	96,00	84,97	54,29	1,565
22	50	18	0,360	1,020	10,20	1,03	0,86	110,0	96,00	81,57	51,84	1,573
23	50	20	0,400	1,133	8,05	1,03	0,90	109,0	96,00	81,37	51,84	1,570
24	50	22	0,440	1,246	9,68	1,07	0,63	115,0	94,00	82,96	50,94	1,629
25	50	12	0,240	0,680	11,72	1,71	2,92	109,0	98,00	80,17	53,04	1,512
26	50	14	0,280	0,793	9,19	1,06	0,56	116,0	96,00	82,57	52,73	1,566
27	50	16	0,320	0,907	11,37	5,71	1,31	114,0	96,00	84,97	54,29	1,565
28	50	18	0,360	1,020	9,27	1,04	1,04	118,0	96,00	81,57	51,84	1,573
29	50	20	0,400	1,133	8,32	1,03	0,93	109,0	96,00	81,37	51,84	1,570
30	50	22	0,440	1,246	9,22	1,06	0,58	115,0	94,00	82,96	50,94	1,629



**Tabla A2.2 Resultado de las corridas experimentales para FL= 65 m<sup>3</sup>/h**

No. Pruebas	FL, m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Qv t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> . h)	TPAR μm	Vel.Sed m/h	NH <sub>3</sub> R8 g/L	Temp.VAPent °C	Temp.Pulpa °C	NH <sub>3</sub> R6 g/L	CO <sub>2</sub> R6 g/L	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
31	65	14	0,215	0,663	11,37	1,85	1,30	115,0	96,0	78,97	49,58	1,593
32	65	16	0,246	0,758	11,59	2,42	1,27	114,0	98,0	79,97	49,84	1,605
33	65	18	0,277	0,853	11,39	1,25	1,09	114,0	96,0	82,17	71,97	1,142
34	65	20	0,308	0,947	8,21	1,22	1,00	115,0	98,0	83,17	53,4	1,557
35	65	22	0,338	1,042	10,17	1,20	0,63	122,0	94,0	82,57	52,73	1,566
36	65	14	0,215	0,663	9,40	1,85	1,54	115,0	94,0	78,97	49,58	1,593
37	65	16	0,246	0,758	13,55	5,04	1,24	114,0	98,0	79,97	49,84	1,605
38	65	18	0,277	0,853	20,31	9,71	1,10	114,0	94,0	82,17	71,97	1,142
39	65	20	0,308	0,947	8,55	1,20	1,02	117,0	96,0	83,17	53,4	1,557
40	65	22	0,338	1,042	8,68	1,18	0,59	120,0	94,0	82,57	52,73	1,566
41	65	14	0,215	0,663	10,96	1,85	1,74	114,0	94,0	78,97	49,58	1,593
42	65	16	0,246	0,758	10,34	1,36	1,02	114,0	98,0	79,97	49,84	1,605
43	65	18	0,277	0,853	22,92	8,21	1,16	114,0	96,0	82,17	71,97	1,142
44	65	20	0,308	0,947	10,57	1,25	1,12	117,0	96,0	83,17	53,4	1,557
45	65	22	0,338	1,042	8,74	1,20	0,58	120,0	94,0	82,57	52,73	1,566
46	65	14	0,215	0,663	6,21	1,01	17,90	114,0	94,0	78,97	49,58	1,593
47	65	16	0,246	0,758	10,74	1,34	1,00	114,0	98,0	79,97	49,84	1,605
48	65	18	0,277	0,853	22,11	10,3	1,14	118,0	96,0	82,17	71,97	1,142
49	65	20	0,308	0,947	8,50	1,21	1,05	116,0	96,0	83,17	53,4	1,557
50	65	22	0,338	1,042	8,80	1,19	0,87	120,0	96,0	82,57	52,73	1,566
51	65	14	0,215	0,663	5,62	1,00	33,39	112,0	94,0	78,97	49,58	1,593
52	65	16	0,246	0,758	10,47	1,39	1,00	110,0	98,0	79,97	49,84	1,605
53	65	18	0,277	0,853	10,44	1,23	1,16	110,0	98,0	82,17	71,97	1,142
54	65	20	0,308	0,947	8,59	1,20	1,02	115,0	96,0	83,17	53,4	1,557
55	65	22	0,338	1,042	9,48	1,17	0,58	121,0	96,0	82,57	52,73	1,566

### ANEXO 3

**Tabla A3.1 Resultados experimentales organizados para su procesamiento gráfico y estadístico.**

Base de Datos	FL, m <sup>3</sup> /h	Relación FV/FL, t <sub>v</sub> /m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Q <sub>v</sub> , t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> · h)	Vel.Sed, m/h	NH <sub>3</sub> R6 g/L	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>	TPAR μm
	50	0,24	0,680	1,648	80,17	1,512	9,878
	50	0,28	0,793	1,054	82,57	1,566	10,01
	50	0,32	0,907	6,38	84,97	1,565	13,10
	50	0,36	1,020	1,256	81,57	1,573	9,575
	50	0,40	1,133	1,04	81,37	1,570	8,239
	50	0,44	1,246	1,054	82,96	1,629	8,836
Labori, (2016)	50	0,24	0,680	4,843	75,76	1,514	13,48
	50	0,28	0,793	8,180	76,70	1,512	20,32
	50	0,32	0,907	7,670	77,75	1,475	16,48
	50	0,36	1,020	3,270	76,19	1,451	15,05
	50	0,40	1,133	2,727	77,16	1,463	14,97
	50	0,44	1,246	0,563	78,16	1,544	11,60
	65	0,22	0,663	1,512	78,97	1,593	8,711
	65	0,25	0,758	2,31	79,97	1,605	11,33
	65	0,28	0,853	6,132	82,17	1,142	17,43
	65	0,31	0,947	1,216	83,17	1,557	8,882
	65	0,34	1,042	1,188	82,57	1,566	9,173
Labori, (2016)	60	0,20	0,599	0,85	75,77	1,514	10,50
	60	0,23	0,698	7,99	75,37	1,512	19,37
	60	0,27	0,798	8,74	78,77	1,475	19,43
	60	0,30	0,898	7,68	76,17	1,451	22,86
	60	0,33	0,998	3,3	77,16	1,463	14,92
	60	0,37	1,097	2,80	75,57	1,544	15,65
Labori, (2016)	70	0,20	0,634	0,40	78,17	1,440	5,13
	70	0,23	0,724	0,57	77,77	1,533	12,80
	70	0,26	0,815	4,89	77,57	1,453	15,20
	70	0,29	0,906	6,49	76,76	1,462	15,84
	70	0,31	0,996	5,32	76,57	1,428	13,82

## ANEXO 4

Tabla A4.1 Base de datos para la construcción de gráficos.

Base de Datos	FL, m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL, t/m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Qv, t/(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> · h)	TPAR μm	Vel.Sed m/h	NH <sub>3</sub> R6 g/L	Promedio NH <sub>3</sub> , g/L
	50	12	0,24	0,680	9,88	1,648	80,17	
	50	14	0,28	0,793	10,01	1,054	82,57	
	50	16	0,32	0,907	13,10	6,380	84,97	82,268
	50	18	0,36	1,020	9,58	1,256	81,57	
	50	20	0,40	1,133	8,24	1,040	81,37	
	50	22	0,44	1,246	8,84	1,054	82,96	
Labori, (2016)	50	12	0,24	0,680	13,48	4,843	75,76	
	50	14	0,28	0,793	20,32	8,180	76,70	
	50	16	0,32	0,907	16,48	7,670	77,75	76,953
	50	18	0,36	1,020	15,05	3,270	76,19	
	50	20	0,40	1,133	14,97	2,727	77,16	
	50	22	0,44	1,246	11,60	0,563	78,16	
	65	14	0,22	0,663	8,71	1,512	78,97	
	65	16	0,25	0,758	11,33	2,310	79,97	
	65	18	0,28	0,853	17,43	6,132	82,17	80,437
	65	20	0,31	0,947	8,88	1,216	83,17	
	65	22	0,34	1,042	9,17	1,188	82,57	
Labori, (2016)	60	12	0,20	0,599	10,50	0,847	75,77	
	60	14	0,23	0,698	19,37	7,987	75,37	
	60	16	0,27	0,798	19,43	8,737	78,77	76,468
	60	18	0,30	0,898	22,86	7,680	76,17	
	60	20	0,33	0,998	14,92	3,300	77,16	
	60	22	0,37	1,097	15,65	2,797	75,57	
Labori, (2016)	70	14	0,20	0,634	5,13	0,400	78,17	
	70	16	0,23	0,724	12,80	0,570	77,77	
	70	18	0,26	0,815	15,20	4,893	77,57	77,368
	70	20	0,29	0,906	15,84	6,487	76,76	
	70	22	0,31	0,996	13,82	5,317	76,57	

**Tabla A4.2 Base de datos para la construcción de gráficos.**

Base de Datos	FL, m <sup>3</sup> /h	FV, t/h	Relación FV/FL, t/m <sup>3</sup> <sub>LP</sub>	Qv, t <sub>v</sub> /(m <sup>3</sup> <sub>LP</sub> · h)	CO <sub>2</sub> R6 g/L	NH <sub>3</sub> R8 g/L	Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>	Promedio Rel.NH <sub>3</sub> /CO <sub>2</sub>
	50	12	0,24	0,680	53,04	3,492	1,512	
	50	14	0,28	0,793	52,73	1,38	1,566	
	50	16	0,32	0,907	54,29	1,26	1,565	1,569
	50	18	0,36	1,020	51,84	0,95	1,573	
	50	20	0,40	1,133	51,84	0,92	1,570	
	50	22	0,44	1,246	50,94	0,48	1,629	
Labori, (2016)	50	12	0,24	0,680	50,043	1,273	1,514	
	50	14	0,28	0,793	50,71	1,200	1,512	
	50	16	0,32	0,907	52,70	1,133	1,475	1,493
	50	18	0,36	1,020	52,52	1,123	1,451	
	50	20	0,40	1,133	52,73	1,083	1,463	
	50	22	0,44	1,246	50,62	0,800	1,544	
	65	14	0,22	0,663	49,58	11,174	1,593	
	65	16	0,25	0,758	49,84	1,106	1,605	
	65	18	0,28	0,853	71,97	1,13	1,142	
	65	20	0,31	0,947	53,4	1,042	1,557	
	65	22	0,34	1,042	52,73	0,65	1,566	
Labori, (2016)	60	12	0,20	0,599	50,05	13,59	1,51	
	60	14	0,23	0,698	49,84	1,82	1,51	
	60	16	0,27	0,798	53,40	1,58	1,48	1,493
	60	18	0,30	0,898	52,51	1,22	1,45	
	60	20	0,33	0,998	52,73	1,41	1,46	
	60	22	0,37	1,097	48,95	1,34	1,54	
Labori, (2016)	70	14	0,20	0,634	54,29	16,43	1,44	
	70	16	0,23	0,724	50,73	3,88	1,53	
	70	18	0,26	0,815	53,40	1,70	1,45	1,463
	70	20	0,29	0,906	52,51	1,18	1,46	
	70	22	0,31	0,996	53,62	1,53	1,43	