

EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES HIDRODINÁMICAS ÓPTIMAS EN LA PRECIPITACIÓN DEL ÓXIDO DE COBALTO (III) HIDRATADO

*Evaluation of the optimal hydrodynamical conditions
in the precipitation of hydrated cobalt oxide*

Edelio Danguillecourt Álvarez
Juan Ramón Serrano Ballán

E-mail: edalvarez@ismm.edu.cu
Instituto Superior Minero Metalúrgico Dr Antonio
Nuñez Jiménez

RESUMEN

Se evalúan cuatro impelentes en la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado para determinar cuál de ellos permite obtener un sólido con más del 90 % en forma de cobalto (III). El impelente de paletas abiertas inclinadas arrojó los mejores resultados, al garantizar un contacto más efectivo entre las fases, así como la mejor asimilación de reactivo gaseoso. Se analizó entonces, mediante un diseño de experimento factorial a dos niveles, la influencia de la velocidad de agitación (200 y 400 rpm) y el flujo de aire (200 y 400 L/h) en la precipitación del óxido hidratado, utilizando este impelente. Se obtuvo que para estas condiciones el modelo estadístico que rige la precipitación del cobalto en forma de óxido de cobalto (III) hidratado es el siguiente: $Y = 85,40 + 4,96Q + 0,44v$.

PALABRAS CLAVE: Cobalto, óxido, hidróxido, precipitación.

ABSTRACT

In the precipitation of cobalt(III) oxide hydrate four impellents were studied in order to determine which one

ensure a solid of more the 90 per cent of cobalt(III). The best results were obtained whit the employment of open inclined impellents, in which case is able to guarantee the most effective contact during the phases, as well as the maximum assimilation of gaseous reagent. A test factorial model of two levels was carried out to studying the influence of agitation speed (200 and 400 rpm) and air flow (200 and 400 L/h). It was found the model that govern the precipitation of cobalt (III) oxide hydrate is: $Y = 85,40 + 4,96Q + 0,44v$.

KEY WORDS: Cobalt, oxide, hydroxide, precipitation.

INTRODUCCIÓN

En las plantas metalúrgicas de la región minera de Moa se obtienen sulfuros mixtos de níquel y cobalto como producto final. Sin embargo, a partir de estos sulfuros pueden lograrse, mediante ciertos tratamientos químicos, sales de alta pureza (Danguillecourt y Fiffe, 1998). El sulfuro obtenido, empleando como agente precipitante el hidrógenosulfuro de amonio (Brown, 1967; Levespiel, 1985; Otero, 1992), puede ser disuelto (Chang y Rodríguez, 1998) y el licor resultante, previa eliminación de los diferentes elementos

interferentes (Pupo, 1994; Hernández, 1997), ser empleado para la obtención de compuestos de níquel y de cobalto mucho más puros.

La aplicación al licor de algunos tratamientos ha permitido disminuir, hasta el orden de las trazas, elementos interferentes como el hierro, el zinc y el cobre, aunque no el manganeso (II). Para eliminar éste deben emplearse técnicas de oxidación-precipitación (Hernández, 1997; Danguillecourt *et al.*, 1998) con fuertes agentes oxidantes, capaces de transformar el manganeso (II) en óxido de manganeso (IV).

En la literatura (Gonzalo, 1992; Danguillecourt y Fiffe, 1998; Danguillecourt *et al.*, 1998; Danguillecourt, 2001) se reporta que el manganeso (II) puede ser eliminado de las soluciones que lo contienen, utilizando el óxido de cobalto (III) hidratado. El óxido de cobalto (III) hidratado resulta el agente oxidante idóneo (Gonzalo, 1992) no sólo por el hecho de eliminar el manganeso de las soluciones en forma de óxido de manganeso (II), sino porque a la vez enriquece de cobalto las soluciones.

Se conoce que en los procesos de oxidación y precipitación de soluciones con reactivos gaseosos, las condiciones hidrodinámicas ejercen gran influencia en la eficiencia de las reacciones químicas. Esta investigación estuvo dirigida, fundamentalmente, a determinar el tipo de impelente que asegura las mejores condiciones hidrodinámicas en la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado.

MATERIALES Y MÉTODOS

Licor industrial

Se empleó un licor de sulfato de cobalto (II) obtenido a partir del proceso de disolución de los sulfuros, luego de someterlo a un proceso de purificación y extracción con solvente orgánico (Hernández, 1997; Capotes y Fiffe, 1998). La composición química de este licor aparece en la tabla 1.

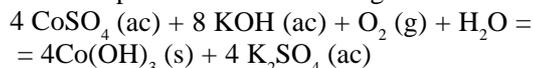
Equipos

- Baño termostático (OBORPEB).
- Impelentes mecánicos de tipo 1135 VEB DDR.
- Compresor de dos pistones tipo w. RDG.
- Conductímetro. Hidromat LM 302. GDR.
- Watímetro.

Instalación experimental

Para la realización de las pruebas se utilizó una instalación (Fig. 1) diseñada y construida en el laboratorio, que está conformada por tres sistemas fun-

damentales de operación (Viera, 1991; Domínguez y otros, 1993). El óxido de cobalto (III) hidratado se obtuvo a partir de la reacción siguiente:



Condiciones de trabajo

Velocidad de agitación: 200 rpm
Flujo de aire (Q): 200 L/min
Tiempo de reacción (t): 2 h
Temperatura de trabajo: 65 °C.

Metodología de trabajo

Se vierten en el reactor 73 ml de sulfato de cobalto (II) (licor industrial), se añade agua destilada hasta completar 2 L de disolución. Se coloca el reactor dentro del termostato y se introducen el electrodo y el impelente. Se calienta hasta 65 °C, se añade la cantidad estequiométrica de KOH y se hace circular el aire durante 2h, con agitación mecánica. Posteriormente, se sedimenta la solución, se decanta, se filtra el sólido precipitado y se seca en una estufa a 80 °C; una vez enfriado, se pesan las muestras.

Intensidad de la agitación

Para determinar la intensidad de agitación se emplearon 4 impelentes: de paletas abiertas inclinadas, de paletas cerradas inclinadas, de paletas planas y de ancla (Domínguez y otros, 1993; Pelegrín, 2000), por ser los que mejor se adecuan a los requerimientos de la instalación.

El cálculo de la frecuencia de rotación mínima para formar la pulpa se realiza a partir de la ecuación del Criterio de Reynolds modificado (Kasatkin, 1985) y siguiendo la metodología propuesta por Domínguez (Domínguez y otros, 1993). Las fórmulas utilizadas fueron las siguientes:

$$1- \text{Re} = \frac{\rho_p n D_T^2}{\mu_p}$$

donde

- D_T - Diámetro del agitador, mm
 n - Número de revoluciones del agitador, rpm
 Re - Criterio de Reynolds para la agitación
 μ_p - Viscosidad dinámica de la pulpa, Pa.s
 ρ_p - Densidad de la pulpa, kg/m^3

$$2- \rho_p = \frac{m_p}{V_p}$$

$$\rho_{sol} = \frac{m_{sol}}{V_{sol}}$$

donde:

V_p - volumen de la pulpa.

m_p - masa de la pulpa.

3- $\mu_p = \mu_{Liq} (1+2,5\phi)$ para $\phi < 0,1$

$\mu_p = \mu_{Liq} (1+4,5\phi)$ para $\phi > 0,1$

donde:

μ_p - Viscosidad dinámica de la pulpa, Pa.s.

μ_{Liq} - Viscosidad dinámica de la solución, Pa.s.

ϕ - Fracción volumétrica de la fase sólida en la pulpa.

$$4 - \phi = \frac{V_{sol}}{V_p} = \frac{m_{sol} \rho_p}{m_p \rho_{sol}} = X \frac{\rho_p}{\rho_{sol}}$$

donde

V_{sol} - Volumen de la fase sólida, m³.

Para determinar Re se puede emplear la ecuación empírica siguiente:

$$5 - Ar = \frac{gd^3}{\nu_c^2} * \frac{\Delta\rho}{\rho}$$

donde Ar es el criterio de Arquímedes:

$$6 - Re = C_1 Ar \left(\frac{d_p}{d}\right)^{0,5} \left(\frac{D}{d}\right)^k$$

El número de revoluciones n puede determinarse a partir de la ecuación:

$$7 - Re = \frac{n_o d^2 \rho}{\mu} = C_1 Ar \left(\frac{d_p}{d}\right)^{0,5} \left(\frac{D}{d}\right)^k \quad (V)$$

donde $Ar = \frac{gd^3}{\nu_c^2} * \frac{\Delta\rho}{\rho}$ es el criterio de Arquímedes:

$\Delta\rho$ - la diferencia de densidades de las fases

ρ_c - la densidad de la fase continua

ν_c - la viscosidad cinemática de la fase continua

d_p - diámetro de la partícula

D/d - la relación entre el diámetro del aparato y el agitador.

Los valores de los coeficientes C_1 y el exponente dependen del tipo de agitador y se tomaron a partir de los reportados en la literatura (Kasatkin, 1985).

La ecuación (7) es aplicable para los siguientes valores de las variables:

$$Re_M = 5 \cdot 10^2 - 1,3 \cdot 10^5$$

$$Ar = 2,4 \cdot 10^4 - 4,1 \cdot 10^{11}$$

$$\frac{d_p}{d} = 2,33 \cdot 10^{-4} - 1,2 \cdot 10^{-2}$$

En la tabla 2 se presentan los datos necesarios para realizar el cálculo de la frecuencia mínima de rotación.

Intensidad de mezclado

Para determinar la intensidad del mezclado con los distintos tipos de impelentes se utilizó la metodología reportada en la literatura (Domínguez y otros, 1993; Pelegrín, 2000), en la cual se aplica el método estímulo- respuesta.

Se utilizó una solución de sulfato de níquel de concentración 60 g/L. La respuesta se detectó por medio de la conductividad de la solución contenida dentro del reactor. Se estudió la variación de la concentración (conductividad) de la solución bajo la acción de los distintos tipos de impelentes a la velocidad de agitación de 200 rpm y flujo de aire de 200 L/min, y a la temperatura de 60-70 °C.

Determinación de la capacidad de asimilación del reactivo gaseoso

Teniendo en cuenta que en la precipitación del hidróxido de cobalto (III) intervienen reactivos gaseosos (aire), los impelentes y el distribuidor de aire deben garantizar la absorción del reactivo gaseoso por el sólido dentro de la solución, por lo que es necesario realizar la evaluación de la capacidad de asimilación del reactivo gaseoso mediante la determinación del número de sulfito (Pelegrín, 2000).

Se preparan 2 litros de solución de sulfito de sodio con una concentración de 0,25 mol/L. Para cada corrida se utilizan 15 ml de la solución, con un flujo de aire continuo y la intensidad de agitación establecida. Con una pipeta graduada se toman, cada 20 minutos, 2 ml de la solución y se determina la concentración de sulfito de sodio; los experimentos concluyen cuando la concentración de sulfito de sodio se mantiene constante en el tiempo.

El número de sulfito se calcula utilizando la fórmula siguiente:

$$Ks = \frac{C_1 - C_2}{0,21(t_2 - t_1)} \text{ mol/L.hr.atm}$$

donde:

Ks- número de sulfito.

$(C_1 - C_2)$ -diferencia de las concentraciones en el tramo de la recta seleccionado, mol/L.

$(t_2 - t_1)$ - diferencia de los tiempos correspondientes al tramo de la recta seleccionado, min.

0,21 - presión parcial de oxígeno en el aire, atm.

Potencia consumida por los impelentes

El cálculo de la potencia consumida generalmente se realiza a partir del criterio de Euler o criterio de potencia consumida K_N , en el cual se recurre a los

gráficos en función del criterio de Reynolds para distintos tipos de impelentes a fin de determinar el valor del criterio de potencia (Kasatkin, 1985). Al no encontrar similitud entre los impelentes reportados y los estudiados, no se calculó la potencia consumida a partir del criterio de Euler o criterio de potencia consumida K_N . En este caso se empleó el método experimental, que consiste en la medición de la potencia consumida por los impelentes mediante un wattímetro.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Evaluación del impelente

Los cálculos realizados permitieron conocer que la frecuencia de rotación que debe emplearse para el análisis de los impelentes no puede ser inferior a 120 rpm. La figura 2 muestra la variación de la conductividad de la disolución, aplicando el método estímulo-respuesta. En ella se aprecia que los impelentes de mejores resultados fueron los de paletas planas inclinadas y paletas cerradas inclinadas, en los cuales se logra en los primeros 15 segundos mantener prácticamente constante la conductividad. En el impelente de paletas planas, la variación es significativa hasta los 150 segundos, para luego mantenerse casi constante; por último, el impelente tipo ancla, muestra una variación muy ligera. De este análisis se concluye que en las condiciones experimentales, los impelentes que garantizan un mejor mezclado son el de paletas abiertas inclinadas y el de paletas cerradas inclinadas.

En la figura 3 se muestra la variación de la concentración de sulfito de sodio para los distintos impelentes. Se observa que transcurridos 160-180 minutos todo el sulfito de sodio se transforma hasta sulfato. El mayor grado de asimilación del reactivo gaseoso se logra cuando se emplea el impelente de paletas abiertas inclinadas y el de paletas planas (tabla 3).

Teniendo en cuenta que en nuestro sistema se mantiene un régimen turbulento, la potencia de los diferentes impelentes prácticamente se mantiene constante (tabla 4). De lo anterior se infiere que los impelentes que más energía consumen son el de paletas planas y el de ancla.

El estudio para la selección del agitado arrojó que el impelente de paletas abiertas inclinadas es el que garantiza las mejores condiciones hidrodinámicas en la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado.

Diseño de experimento factorial a 2 niveles

Una vez seleccionado el impelente que garantiza las mejores condiciones hidrodinámicas para realizar la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado, se realizó un diseño de experimento factorial a 2 niveles para analizar la influencia de la velocidad de agitación y el flujo de aire en la precipitación del cobalto en forma de hidróxido u óxido hidratado. Los valores máximo y mínimo de la velocidad de agitación se tomaron en cuenta a partir de los resultados anteriores, para el flujo de aire se escogieron dos valores, los cuales se midieron experimentalmente.

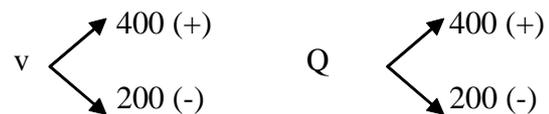
Los datos de diseño de experimento factorial a dos niveles se representan a continuación:

$$\# \text{ de experimento} = 3 \cdot 2^n = 12 \text{ donde } n = 2.$$

donde:

v- es la velocidad de agitación en rpm.

Q- flujo de aire en L/min.



Se toma el porcentaje de Co (III) en el sólido obtenido como variable respuesta para la realización de los cálculos correspondientes al diseño experimental. En la tabla 5 se presentan los resultados experimentales. La ecuación de regresión a partir del diseño de experimento factorial a 2 niveles fue: $Y = 85,40 + 4,96Q + 0,44v$. Los resultados del análisis de varianza del modelo logrado se presentan en la tabla 6.

La ecuación de regresión lineal obtenida evidencia que la variable que mayor influencia tiene en el porcentaje de cobalto es el flujo de aire, pues aunque la velocidad de agitación influye positivamente lo hace en menor medida. La comparación de las F calculadas y tabuladas arrojó que no existen diferencias significativas entre el modelo propuesto y el comportamiento real correspondiente a la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado.

CONCLUSIONES

1. El impelente que garantiza las mejores condiciones hidrodinámicas en la precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado es el de paletas abiertas inclinadas.
2. El modelo estadístico que rige la precipitación del cobalto en forma de óxido de cobalto (III) hidratado, en las condiciones estudiadas de velocidad

de agitación y flujo de aire, es el siguiente:
 $Y = 85,40 + 4,96Q + 0,44v$

3. De las variables analizadas es el flujo de aire la que mayor influencia ejerce sobre el aumento del contenido de cobalto (III) en el sólido.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ÁLVAREZ, R. S. (1989): *Estadística elemental*, Ed. Pueblo y Educación, La Habana, 255 pp.
 DANGUILLECOURT, E. (1998): “Características de las reacciones de precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado en presencia del dióxido del aire”, Universidad de Oriente, Santiago de Cuba, Tesis de MSc., 85 pp.
 ----- (2001): “Características de las reacciones de precipitación del óxido de cobalto (III) hidratado en presencia del dióxido del aire”, *Minería y Geología*, XVIII (3-4): 101-105.
 DANGUILLECOURT, E. Y L. J. FIFFE (1998): “Eliminación del manganeso en los licores obtenidos en la disolución de sulfuros utilizando hidróxido de cobalto (III)”, *Revista Cubana de Química*, XI (1): 15-22.
 BROWN, G. (1967): *Operaciones básicas de la ingeniería química*, Instituto Cubano del Libro, La Habana, 565 pp.
 CAPOTES, N. Y L. J. FIFFE (1998): “Aspectos de la termodinámica de la precipitación-oxidación de sulfuro de níquel y cobalto”, *Minería y Geología*, XV (1): 43-48.

CHANG, A.R. Y J.I. RODRÍGUEZ (1998): “Cinética de la lixiviación del mineral laterítico reducido industrialmente bajo aeración diferenciada”, *Minería y Geología*, XV(3): 23-30.
 DOMÍNGUEZ, J.I.R., I.N. VIELOGLASOV, Y OTROS (1993): “Agitación en reactores químicos y biológicos”, *Revista de Química Aplicada*, 12: 2833-2835.
 GONZALO, M. (1992): “Precipitación del hidróxido de cobalto (III)”, Centro de Investigación de las Lateritas, Moa, Informe técnico, 85 pp.
 HERNÁNDEZ, F. O. (1997): “Estudio de la influencia de varios parámetros durante la recuperación de cobalto a través de la lixiviación ácida de concentrados de escombros de los depósitos lateríticos”. ISMMM, Moa (Tesis de Diploma), 87pp.
 KASATKIN, A.I. (1985): *Operaciones básicas y aparatos en la tecnología química*, Ed. Pueblo y Educación, La Habana, 320 pp.
 LEVESPIEL, O. (1985): *Ingeniería de las reacciones químicas*, Ed. Pueblo y Educación, La Habana, 456 pp.
 OTERO, J. (1992): “Modificación a los turboaeradores de la planta de lixiviación en búsqueda de su optimización y su análisis comparativo con los turbos de Greenville”, Empresa Ernesto Che Guevara, Moa, Informe técnico, 25 pp.
 PELEGRÍN, P.M. (2000): “Lixiviación ácida de los nódulos marinos polimetálicos”, ISMM, Moa, Tesis de MSc., 84 pp.
 PUPO, N. H. (1994): “Recuperación de cobalto de los escombros, en lixiviación ácida, con añadidura de azufre elemental”, ISMM, Moa, Tesis de Diploma, 93 pp.
 VIERA, R. (1991): *Diseño y análisis de reactores químicos*, ENPES, La Habana, 469 pp.

Elementos	Ni	Co	Fe	Cu	Mn
r (g/L)	0,132	97,35	0,224	0,003	0,213

Tipos	D/đ	C1	k
De turbina tipo cenada	1,5-4,0	4,7	1,0
De hélice	1,5-5,0	6,6	1,0
De paletas	1,33-1,5	14,8	0,0

No.	Tipo de impelentes	C1 mol/L	C2 mol/L	Ks mol/L.hrs.atm
1	Impelentes de paletas abiertas inclinadas	0,362	0,025	0,535
2	Impelentes de paletas cerradas inclinadas	0,362	0,040	0,511
3	Impelentes de paletas planas	0,362	0,029	0,528
4	Impelentes de ancla	0,362	0,031	0,525

TABLA 4. VALORES DE LA POTENCIA CONSUMIDA	
Tipos de impelentes	Pa (W) 200 rpm
Impelentes de paletas abiertas inclinadas	50
Impelentes de paletas cerradas inclinadas	50
Impelentes de paletas planas	55
Impelentes de ancla	55

TABLA 5. RESULTADOS EXPERIMENTALES DEL DISEÑO FACTORIAL						
#de Exp.	X ₁ (Q)	X ₂ (v)	% Co			% Co Medib
1	+	+	88,55	88,75	88,80	88,70
2	+	-	80,70	80,42	80,62	80,58
3	-	+	84,82	84,83	84,45	84,87
4	-	-	74,36	75,62	83,50	77,48
5	+	+	97,75	97,25	97,50	97,50
6	+	-	92,25	92,05	92,18	92,16
7	-	+	70,10	70,21	70,14	70,15
8	-	-	86,50	86,02	85,63	86,05
9	+	+	87,99	88,23	89,19	88,47
10	+	-	93,98	94,52	95,63	94,71
11	-	+	80,02	80,16	80,00	80,06
12	-	-	84,17	84,20	83,90	84,03

TABLA 6. RESULTADO DEL ANÁLISIS DE VARIANZA PARA EL MODELO PROPUESTO	
Suma de cuadrados (ST)	641,9
Modelo ajustado (SF)	331,84
Error (SE)	310,06
Cuadrados medios	165,92
Cuadrados medios	34,45
F Calculada	4,81
F Tabulada (0,05, 2, 9)	4,26

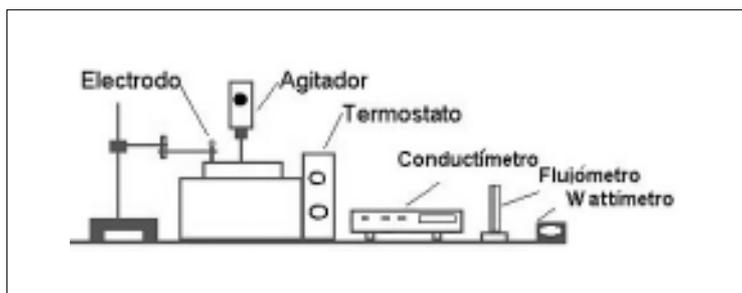


Figura 1. Instalación experimental empleada para la obtención del óxido de cobalto (III) hidratado.

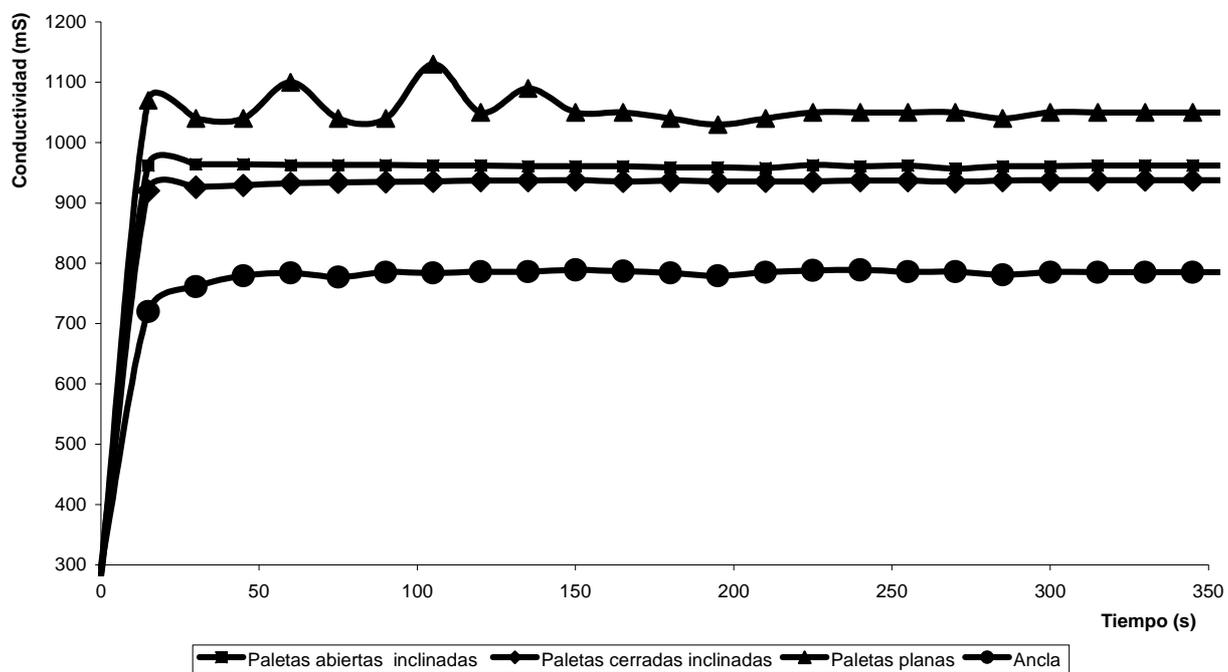


Figura 2. Variación de la conductividad contra el tiempo para los distintos impelentes en estudio.

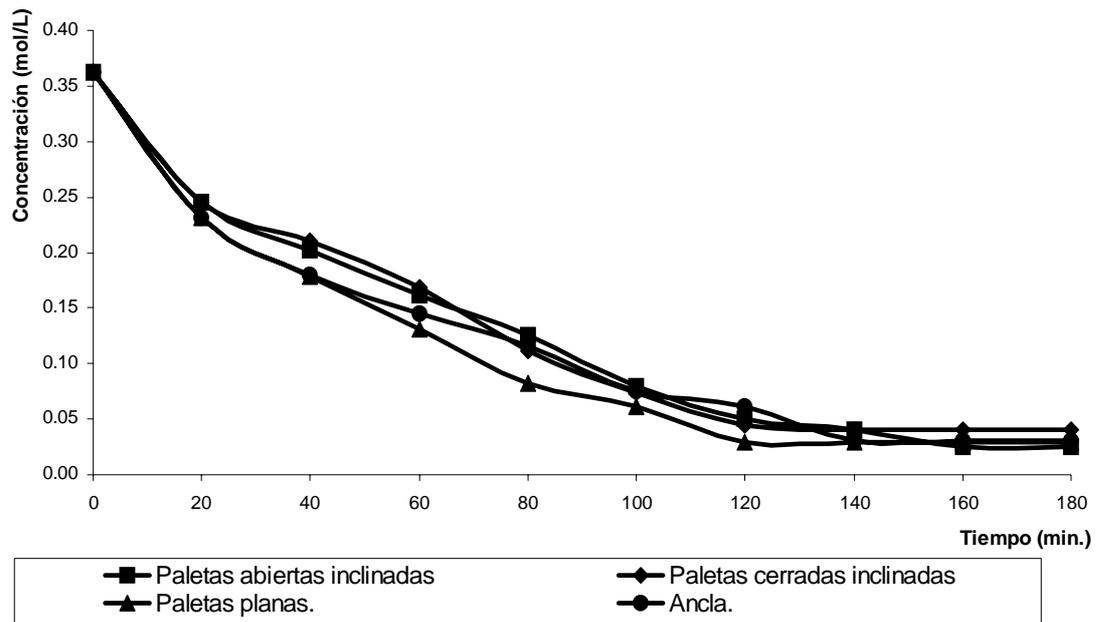


Figura 3. Variación de la concentración de sulfito de sodio con respecto al tiempo para los impelentes estudiados.