

CONCLUSIONES

1. Se aplicó el método de la FEM con electrolito sólido al estudio del "sinter" de Nicaro encontrándose que los consumos energéticos para la reducción del óxido son proporcionalmente muy pequeños en comparación con la energía requerida, para elevación de la temperatura de la masa del material, para elevar la humedad del producto inicial, pérdidas por irradiación, etc.
2. Se encontró que la fórmula que expresa el consumo (Z) de carbón antracita por concepto, exclusivamente, de la reducción del óxido de níquel para la producción de una tonelada de sinter es:

$$Z = 1,3 X - 101,6$$

Donde: X es el contenido en % de níquel en el Sinter final.

REFERENCIAS

1. CHIPMAN, J.: "Thermodynamical properties of Ni-NiO system in a large range of temperatures". Journal pure applied chemical . Vol 5 , p . 361 , 1962
2. KIOKKOLA, K. Y S:J: WAGNER: "Ionic conductivity in solid". electrolytes. Electrochemical Society. Vol. 104, No.6, p. 379-387, 1970.
3. RICHARDSON, F. AND J.H. JEFFES: "Calorimetric measurements of some oxides". Journal iron and Steel Institute. p. 160-261, 1948.
4. TRIETIAKOV, Yu D.: Tvierdofaznie Reaktoii. Moscú, Ed. Khimiya, 1978.
5. TRIETIAKOV, Yu. D. AND A.R. KAUL: Physicg of electrolytes London , Academic Press . Vol 2 p. 623-677, 1972.

CDU : 622.693.6 : 629.118.4 (729.1)

LIMPIEZA QUIMICA DEL ENFRIADOR DESHUMEDECEDOR DE LA PLANTA DE PRECIPITACION DE SULFUROS

Ing. Pedro Sosa Q. Empresa Cmdte. Pedro Soto Alba . Ing. Ildfonso López T. Empresa Cmdte. Pedro Soto Alba.

RESUMEN

La necesidad de un método práctico que permita disminuir el tiempo de parada de la Planta de Precipitación de Sulfuros de la Empresa "Cmdte. Pedro Soto Alba", llevó a desarrollar el presente trabajo, que mostró la efectividad de utilizar con este objetivo el método de limpieza química, con un solvente asequible en la propia Empresa.

El método propuesto fue probado eficazmente a escala industrial en once ocasiones, siendo ya implantado como una norma operacional en la Empresa.

ABSTRACT

The need of a practical method to shorten the stopping period of the sulphide precipitation plant in the "Comandante Pedro Soto Alba" nickel Plant, led to the development of this work, which proved the efficiency of using the chemical fwshing method, with a solvent obtainable in this plant, for the solution of the above cited problem.

The proposed method was successfully tried, at an industrial scale, eleven times, and has already been established as an operational standard in the Plant.

INTRODUCCION

La precipitación del Ni + Co con gas sulfhídrico en la Empresa

"Cmdte. Pedro Soto Alba", ocurre en autoclaves horizontales a mode-

rada presión y temperatura. La pulpa diluida de sulfuros de níquel y cobalto que sale del autoclave pasa al tanque despresurizador, donde se desprende el 95 % del H_2S conjuntamente con gran parte del agua a $99^\circ C$ de temperatura, introduciéndose en una torre

empacada (Enfriador - Deshumedecedor) con anillos de cerámica, donde por contacto directo con agua se condensa el vapor de agua y se enfría el gas sulfhídrico hasta $43^\circ C$ para ser de nuevo comprimido y enviado a la autoclave de precipitación.

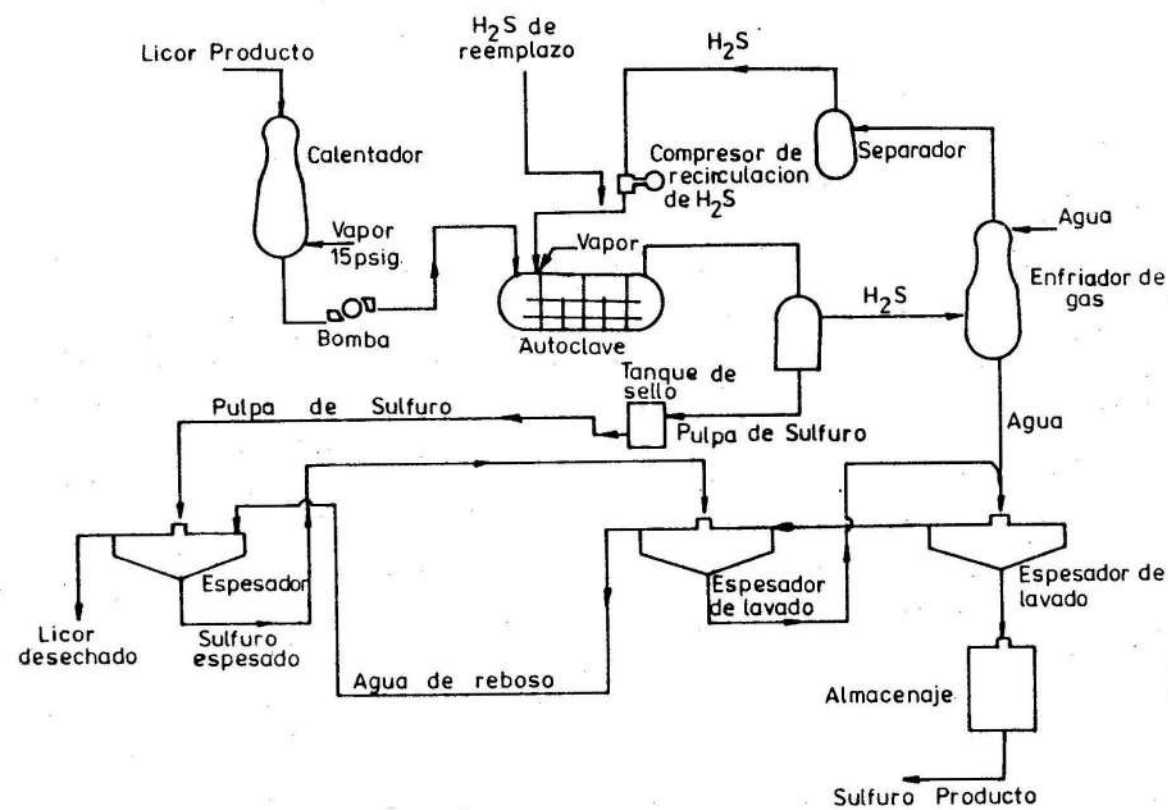


Fig. 1. ESQUEMA DE LA PLANTA DE SULFUROS

Periódicamente es necesario el paro de la planta de Precipitación de Sulfuros para efectuar la limpieza del Enfriador-Deshumecedor, ya que el mismo se obstruye por deposición de partículas sólidas arrastradas por

el gas y provenientes del agua de enfriamiento, provocando inundaciones del sistema con arrastre de agua hacia la succión del compresor de H_2S , limitando al mismo tiempo la capacidad de procesamiento del sistema.

El trabajo de limpieza de los anillos de empaque es en extremo engorroso, se realiza manualmente teniendo que manipular aproximadamente 13 400 anillos con un tiempo de paro total de 30 h .

El método manual de limpieza (Eficiencia limpieza = 90-95 %) de intercambiadores térmicos de todo tipo es altamente improductivo, por ello en la industria química moderna se ha ido desarrollando el procedimiento de limpieza con solventes adecuados a cada proceso tecnológico específico, con los que se ha logrado tanta, o más efectividad de limpieza que con el método manual, así como simplicidad en la operación, bajo costo y tiempo mínimo de interrupción en la producción.

El inconveniente que tiene la limpieza química, es la determinación del solvente con los parámetros complementarios para lograr una eficiencia de limpieza de más de 90 % en la instalación de que se trate. Actualmente, para la mayoría de los inter-

cambiadores de procesos convencionales se conocen los solventes necesarios, pero son patentes y tienen alto costo comercial. El intercambiador objeto de nuestro trabajo posee características propias no convencionales, y forma parte de un proceso tecnológico poco conocido y de parámetros rigurosos, por ello la línea de trabajo para esta investigación también requirió sus propias características dentro de la temática de Limpieza Química.

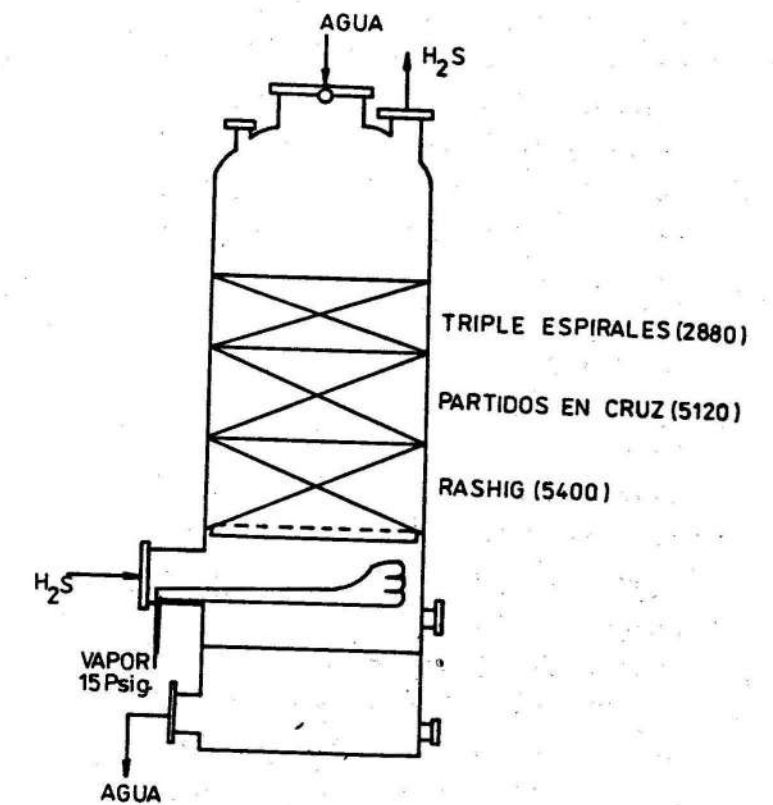


Figura 3. ESQUEMA DEL ENFRIADOR

El presente trabajo tiene como objetivo fundamental disminuir el tiempo de paro de la Planta de Precipitación de Sulfuros para efectuar la limpieza de los anillos de empaque, utilizando para ello el método de limpieza química. Cabe destacar que al lograrse el objetivo perseguido, evidentemente se abren nuevas perspectivas para el estudio del aumento del área de transferencia del enfriador, con disminución del ciclo de limpieza, pero con un notable ahorro del H₂S consumido en el mismo.

DESARROLLO

Para determinar el solvente adecuado se realizó un análisis químico a la costra de los anillos, obteniéndose como resultado que la misma estaba constituida por sales de sulfuros y sulfatos de varios metales, dados los productos que se manejan (licores ácidos con partículas en suspensión de sulfuros de Ni + Co), por lo que se efectuaron pruebas de tanteo a escala de laboratorio con solventes básicos fuertes, asequibles en la Empresa. Se comprobó que la sosa cáustica (NaOH), incluso a bajas concentraciones, disolvía la costra en una proporción aceptable (más de 60 %) como para continuar los experimentos, avalado también porque la velocidad de corrosión de la sosa cáustica sobre los materiales de la

instalación industrial es despreciable (Alloy 20 menos 0,1 mm/año; neopren y anillos de cerámica nada).

Las pruebas de tanteo se realizaron en un rango de concentración entre 5 y 80 g/L de NaOH, encontrándose los mejores valores entre 40 y 80 g/L (3,5-7,2 %).

Pruebas a Escala de Laboratorio

Para la realización de las pruebas se fijaron los parámetros mínimos posibles de obtener en la instalación industrial, con un rango de concentración similar al obtenido en las pruebas orientativas.

Temperatura: 80 - 90 °C

Volumen de solución: 1t/anillo
(anexo 1)

Concentración de la solución: 5 y 10 %

Tiempo de contacto: 60,90,120, 150 y 180 min.

En todos los casos las pruebas se realizaron sin agitación mecánica ni ebullición. Fueron seleccionados los anillos que presentaban mayor contenido de costra, utilizándose los 3 tipos empleados como empaque en la instalación industrial.

En la Fig. No.2 y tabla No.1 se muestra por un lado, que con la solución al 5 % se obtiene más del 90 % de eficiencia de limpieza con 3 h de contacto, y por otro, que para lograr la misma eficiencia con la solución al 10% son necesarias 2 h de contacto.

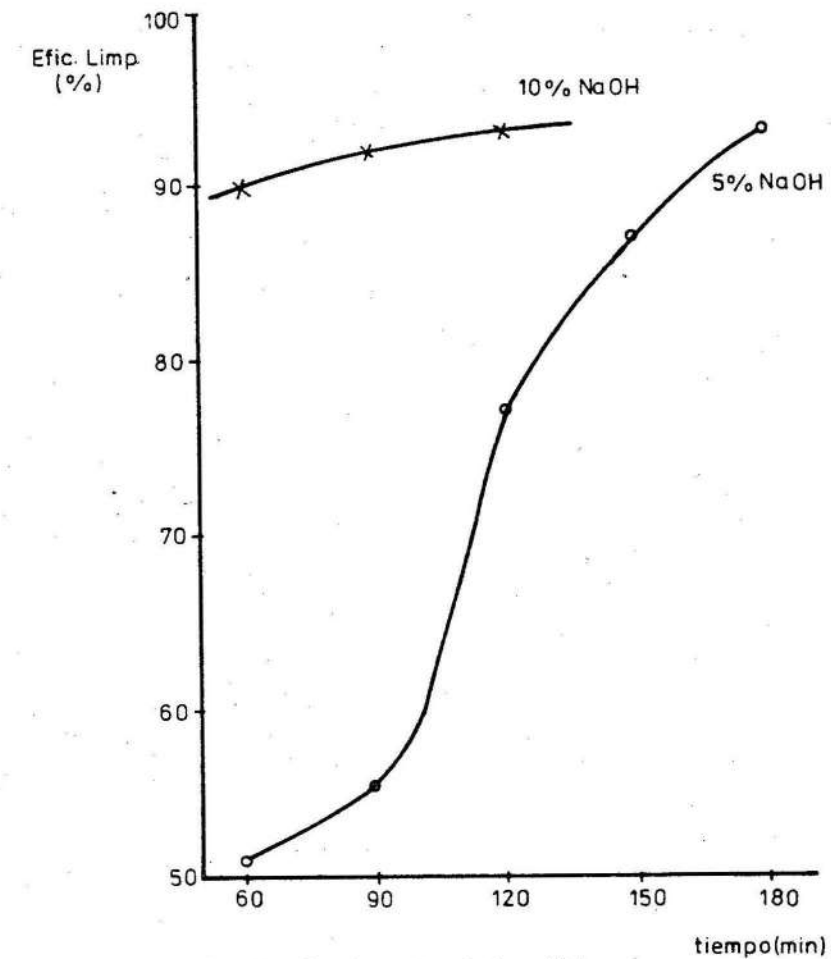


Fig. 2. Pruebas de Laboratorio

TABLA No.1 PRUEBA A ESCALA DE LABORATORIO

| Tipo de anillo | Solución al 5 % de NaOH | | Solución al 10 % de NaOH | |
|------------------|-------------------------|----------------|--------------------------|----------------|
| | Tiempo contacto | Efic. Limpieza | Tiempo contacto | Efic. Limpieza |
| Triple espirales | 180 min | 92 % | 120 min | 92 % |
| Partido en cruz | 180 min | 93 % | 120 min | 94 % |
| Raschig | 180 min | 93 % | 120 min | 94 % |

Prueba a Escala Piloto

El equipamiento utilizado consistió en un tanque cilíndrico vertical de 190 L de capacidad, fondo cónico con una malla en el extremo inferior de la parte cilíndrica para soporte de los anillos, inyección de vapor de 2 atm por el fondo, tapa desmontable y accesorios para alimentación de agua.

En la ejecución de la prueba se utilizaron las muestras representativas de anillos encostrados tomados del equipo industrial, colocando los anillos en el equipo piloto en proporción y disposición similar al industrial. o sea. en la parte inferior dos

hileras de anillos Rashig, sobre ella 2 hileras de anillos partidos en cruz y luego 2 hileras de anillos de triples espirales, para un total de 202 anillos, lo que garantizó aproximadamente 0,7 L de solución por cada anillo (anexo 2).

Las pruebas se efectuaron en dos etapas

La primera consistió en corridas orientativas en busca de parámetros complementarios tales como: regulación del vapor de calentamiento y su efecto de agitación, efecto de la ebullición y tiempo mínimo para lograr más del 90 % de eficiencia en la limpieza. Los resultados aparecen en la Tabla No.2 .

TABLA No.2 PRUEBA A ESCALA PILOTO PRELIMINAR

| Prueba | Temp. (°C) | Tiempo (Min) | Efic. Limp. (%) | Observaciones |
|--------|------------|--------------|-----------------|----------------------------|
| 1 | 83 | 60 | 30 | Con agua y buena agitación |
| 2 | 75 | 15 | 50 | NaOH 5 %, sin agitación |
| 3 | 70 | 60 | 80 | NaOH 5 %, sin agitación |
| 4 | 100 | 30 | 85 | NaOH 5 %, con agitación |
| 5 | 100 | 90 | 95 | NaOH 5 %, con agitación |

De esta primera etapa se concluyó que

- En las pruebas con y sin agitación, es necesario más de una hora para alcanzar la efectividad de la limpieza deseada.
- La agitación del vapor es importante en el aumento de la eficiencia de limpieza.
- La prueba en blanco realizada con buena agitación, sin adi-

ción de NaOH muestra una pobre efectividad de la limpieza de los anillos.

En la segunda etapa de pruebas, recogida en la Tabla No.3 , se buscaron los parámetros óptimos para alcanzar la más alta eficiencia (99 %), logrando estos resultados con dos horas de tiempo de contacto, temperatura de ebullición y buena agitación del vapor.

TABLA No.3 PRUEBA A ESCALA PILOTO

| Prueba | Temp. (°C) | Tiempo (Min) | Efic. Limp. (%) | Observaciones |
|--------|------------|--------------|-----------------|--------------------------------|
| 1 | 100 | 60 | 93 | Buena agitación con ebullición |
| 2 | 100 | 60 | 94 | " " |
| 3 | 100 | 90 | 95 | Poca " " |
| 4 | 98 | 90 | 95 | Buena agitación sin ebullición |
| 5 | 93 | 120 | 97 | " " |
| 6 | 100 | 120 | 99 | Buena agitación con ebullición |
| 7 | 100 | 120 | 99 | " " |
| 8 | 100 | 120 | 99 | " " |

La parte final de la operación de cada corrida consistió en lavar tres veces toda la instalación para eliminar los sedimentos y los residuos de solución de NaOH .

Prueba a Escala Industrial

Para la realización de la prueba a escala industrial fueron triturados previamente 1 000 kg de NaOH en pedazos de aproximadamente 10 cm , para facilitar su dilución; esta cantidad garantiza el volumen de solución estable-

cido por anillos durante las pruebas a escala de laboratorio y piloto de 1 L de solución /- anillo, con una concentración de 5 % en peso (anexo 3).

A las operaciones de rutina de paro de la planta se añadieron los siguientes pasos, dejar lleno de agua el enfriador y la línea de salida de gases. Luego de quitar el registro superior, se comenzó a inyectar vapor de 2 atm y adicionar el NaOH sólido, controlando el nivel de agua en el interior.

Al cabo de 3 h todo el volumen de solución alcanzó la temperatura de ebullición provocando el vapor la agitación de la masa líquida manteniéndose durante 1 h. Pasado este período se cerró la inyección de vapor y se drenó la solución, procediéndose al lavado de la instalación.

Para comprobar la efectividad de la limpieza en los anillos, estos fueron sacados y se tomaron muestras representativas de las diferentes zonas, encontrándose más del 95 % de limpieza en todos los anillos observados, similar a la que se obtiene con el método de limpieza manual tradicional.

Las operaciones de paro y arranque de la planta pueden reducirse hasta 4 h ya que no es necesario preparar condiciones para la introducción de hombres dentro del equipo y puede mantenerse la planta con condiciones mínimas de arranque.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

1. Los resultados obtenidos indican que es efectiva la limpieza química de los anillos con solución de sosa caústica al 5 %.
2. Los parámetros óptimos para lograr más del 90 % de eficiencia de limpieza son: 3 h de contacto, temperatura de ebullición, buena agitación del vapor, un litro de solución por anillo y lavado final

con agua. Estos parámetros se logran sin dificultad en la instalación industrial.

3. La limpieza química comparada con el método tradicional de limpieza manual, reduce de 30 a 8 h el tiempo total de paro de la planta por este concepto, las 8 horas de paro se dividen en 4 h en operación de paro y arranque y 4 h de limpieza química.
4. Para la limpieza química lograda no se requieren trabajos extras de mantenimiento, por el contrario, sólo es necesario quitar el registro superior del equipo.
5. El método propuesto ya ha sido probado eficazmente a escala industrial en 11 ocasiones, siendo ya implantado como una norma operacional de rutina de la Empresa.
6. El gasto adicional, para la realización de la limpieza es de 1 TM de NaOH por valor de 152 pesos.
7. Dependiendo del fin a que se destine el ahorro en 22 h del tiempo total de paro de la planta, se ofrecen dos posibilidades, cuyos estimados económicos son los siguientes:
 - a) Al utilizarlo para incremento "directo" de la capacidad potencial de producción de Ni + Co, tenemos:

Producción diseño 68 TM
Ni+Co/día
Precio interno Ni+Co \$ 2 090/TM
Tiempo ahorrado 22 h/limpieza
Limpieza/año 2
Valor ahorrado \$ 260 000/año
Precio mercado mundial 5 000 dólares/TM Ni+Co
Valor ahorrado/mercado mundial 620 000 dólares/año

- b) Con la posibilidad de utilizar este tiempo para disminuir el consumo de H₂S, aumentando el área de transferencia del equipo para llevarlo a su diseño original tenemos, que de acuerdo con los datos estadísticos hasta 1979, el exceso de consumo del equipo es 40 TM de H₂S/mes, entonces :

Días operación 350/años
Ahorro H₂S $40/30 \times 350 = 467$ TM/año
Norma H₂S Ni+Co 0,880
Incremento posible Ni+Co $467/0,880 = 530$ TM/año
Precio Interno Ni+Co \$ 2 090/TM
Valor posible ahorrado \$ 1 110 000/año
Precio mercado mundial 5 000 dólares/TM Ni+Co

Valor posible ahorrado (mercado mundial) 2 650 000 dólares/año

8. Es necesario cambiar los anillos solamente en los Paños Generales de fábrica, para facilitar la inspección y reparación del equipo.
9. Las operaciones de manipulación de la sosa caústica deben realizarse con el equipamiento de seguridad adecuado.
10. Con vistas a facilitar la manipulación de la sosa caústica se propone utilizar el tanque de semilla y una bomba de pulpa de sulfuros para su preparación y adición, no siendo necesario la recirculación de la solución ya que el vapor provoca la agitación necesaria para la limpieza.

Anexo No. 1

Volumen de la instalación industrial

Datos:

Diámetro torre: D₁ = 2,13 m
Altura torre: H₁ = 4,25 m (5,25 - 1,00)
Diámetro de tubería:
de gases: D₂ = 0,41 m
D₃ = 0,51 m
D₄ = 0,61 m
Longitud tubería
de gases: L₂ = 12 m
L₃ = 10 m
L₄ = 4 m

Diámetro tubería
de agua: $D_5 = 0,20 \text{ m}$

Longitud tubería
de agua: $L_5 = 25 \text{ m}$

Como: $V = \pi D^2/4 \times L$, entonces:

$$\begin{aligned}V_1 &= 15,20 \text{ m}^3 \\V_2 &= 1,55 \text{ m}^3 \\V_3 &= 2,02 \text{ m}^3 \\V_4 &= 1,17 \text{ m}^3 \\V_5 &= 0,81 \text{ m}^3\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Volumen total: } V_t &= V_1 + V_2 + V_3 + V_4 + \\ &+ V_5 \\V_t &= 20,76 \text{ m}^3\end{aligned}$$

Cantidad de anillos: 13 400 piezas

de ellos: con espacio libre E (%)

$$\text{Raschig} = 5\ 400 \text{ ---- } E_P = 60\%$$

$$\text{Partido en cruz} = 5\ 120 \text{ ---- } E_C = 58\%$$

$$\text{Espirales} = 2\ 880 \text{ ---- } E_E = 57\%$$

El volumen ocupado por los anillos será:

$$\begin{aligned}V'_R &= 2,18 \text{ m}^3 \text{ (Volumen de los anillos Raschig)} \\V'_C &= 1,96 \text{ m}^3 \text{ (Volumen de los anillos en Cruz)} \\V'_E &= 1,30 \text{ m}^3 \text{ (Volumen de los anillos Espirales)}\end{aligned}$$

Asumiendo un 50 % de disminución del espacio libre:

$$\begin{aligned}V \text{ anillos} &= V' - V' E \times 0,5 \\V_R &= 1,52 \text{ m}^3 \\V_C &= 1,39 \text{ m}^3 \\V_E &= 0,93 \text{ m}^3\end{aligned}$$

Volumen ocupado por los anillos será:

$$\begin{aligned}V_A &= V_R + V_C + V_E \\V_A &= 3,84 \text{ m}^3\end{aligned}$$

El volumen que ocupará la solución será:

$$V_S = V_T - V_A = 20,76 - 3,84$$

$$V_S = 16,92 \text{ m}^3$$

La cantidad de solución por anillos en la etapa industrial es:

$$16\ 920/13\ 400 = 1,20 \text{ lt/anillo}$$

Si no se tomara en consideración el volumen ocupado por las líneas:

$$\begin{aligned}\text{Vol. Soluc./anillo} &= (15,2 - 3,84) 1\ 000/ \\ &/13\ 400 = 0,85 \text{ lt/anillo}\end{aligned}$$

Anexo No. 2

Cálculo del equipo para pruebas piloto

$$\text{Volumen tanque: } V_T = 0,190 \text{ m}^3$$

$$\text{Volumen anillos: } V_A = 0,048 \text{ m}^3$$

$$\begin{aligned}\text{Volumen solución: } V_S &= V_T - V_A = \\ &= 0,190 - 0,048\end{aligned}$$

$$V_S = 0,142 \text{ m}^3$$

Cantidad de anillos: 202 piezas

La cantidad de solución por anillo será:

$$142/202 = 0,70 \text{ lt/anillo}$$

Anexo No. 3

Cantidad de NaOH para la prueba industrial

Volumen solución:

$$\text{Volumen solución: } V_S = 16,92 \text{ m}^3 \text{ (Anexo 1)}$$

$$\text{Conc. solución: } C = 5\% \text{ en peso} = 55 \text{ gr NaOH/lt solución}$$

El peso de NaOH será:

$$P = V_S \times C = 16\ 920 \times 55/1\ 000 = 931 \text{ kg}$$

$$P = 1,0 \text{ TM de NaOH}$$

Anexo No. 4

Cálculo de la cantidad de calor necesario para llevar la solución a la temperatura de ebullición:

Base:

$$V_S = 16,90 \text{ m}^3$$

$$T_i = 40 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$T_f = 100 \text{ }^\circ\text{C}$$

$$H_v = 947,5 \text{ Btu/lb} = 525 \text{ Kcal/kg} \text{ (Vapor 2 atm)}$$

$$v = 13,82 \text{ pie}^3/\text{lb}$$

$$\text{Cps} = 0,95 \text{ Kcal/gr} - \text{ }^\circ\text{C}$$

$$P_s = \text{TM/m}^3$$

El calor necesario para la ebullición será:

$$Q = m \text{ cp } \Delta t$$

$$Q = 16,90 \times 1,04 \times 10^6 \times 0,95 (100-40)$$

$$Q = 1,0 \times 10^6 \text{ Kcal}$$

La cantidad de vapor de 2 atm necesario para llevar la solución a la temperatura de ebullición será:

$$m = \frac{Q}{H_v - C_p t_f} = \frac{10^6}{1\ 664 \times 0,555 - 0,955 \times 100}$$

$$m = 1\ 815 \text{ kg de vapor}$$

Por una tubería de 2 pulg puede circular aproximadamente 790 kg/hr de vapor de 2 kg/cm² en las condiciones de la instalación por lo que el tiempo en alcanzar la temperatura de ebullición será:

$$t = 1\ 815 / 790 = 2,3 \text{ h}$$

Nota: Para el cálculo del flujo másico se utilizó el cálculo de flujo de vapor en tuberías del Fluids de la Crane