



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSI

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS

**"PRECIPITACION DE SELENIO  
EN ACIDO DEBIL"**

**TESIS PROFESIONAL  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO  
PRESENTA:  
DINORAH ELOISA MENDIETA ORTEGA  
ASESOR:  
ING. JAVIER LOPEZ URANGA**

SAN LUIS POTOSI, S.L.P.

NOVIEMBRE 1994



T

QD181

.S5

M4

C.1



1080074994



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ**

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**

**"PRECIPITACION DE SELENIO  
EN ACIDO DEBIL"**

**TESIS PROFESIONAL  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO**

**PRESENTA:**

**DINORAH ELOISA MENDIETA ORTEGA**

**ASESOR:**

**ING. JAVIER LOPEZ URANGA**

**SAN LUIS POTOSÍ, S.L.P.**

**NOVIEMBRE 1994**



↑  
QD181  
SS  
MY



# ÍNDICE

1.0 INTRODUCCIÓN	1
2.0 OBJETIVOS	2
3.0 ALCANCE	3
4.0 DEFINICIONES	4
5.0 DESCRIPCIÓN DE PROCESO	6
6.0 BALANCE DE MATERIAL	11
7.0 BASES TEÓRICAS	15
8.0 APARATOS Y SUBSTANCIAS	17
8.2.1. Reactor por lotes	18
8.2.2. Reactor continuo	18
9.0 REMOCIÓN DE SELENIO ESCALA VIDRIO	23
9.1 Metodología de muestreo de ácido débil	25
9.2 Método para obtener datos experimentales a escala vidrio	25
9.2.1 Obtención de datos concentración - tiempo	25
9.2.2 Método para la medición de gas producido en las reacciones de remoción.	26
9.3 Metodología para la formación de compósitos y medición de flujo de alimentación del ácido débil para pruebas con reactor continuo escala piloto.	26
9.3.1 Formación de compósito	26

9.3.2 Medición de flujo	27
9.4 Remoción de Selenio con Fe - CuSO <sub>4</sub>	28
EXPERIMENTO 1.1. Variación del Tiempo de reacción.	28
EXPERIMENTO 1.2. Variación de la concentración de CuSO <sub>4</sub>	31
EXPERIMENTO 1.3. Variación de la concentración de Fe	34
9.5 Remoción de selenio con Fe	37
EXPERIMENTO 2.1. Variación del tiempo de reacción	37
EXPERIMENTO 2.2. Variación de la concentración de Fe	40
9. 6 Remoción de selenio con COMPLEX 920	43
EXPERIMENTO 3.1 Variación del tiempo de reacción	43
EXPERIMENTO 3.2 Variación del volumen de COMPLEX 920	46
9.7 Remoción de selenio con N <sub>2</sub> S (Sulfuro de Nitrógeno)	49
EXPERIMENTO 4.1 Variación del tiempo de reacción	49
EXPERIMENTO 4.2 Variación de la concentración	52
9.8 Remoción de Selenio con N <sub>2</sub> H <sub>4</sub> (Hidrato de Hidracina)	55
EXPERIMENTO 5.1 Variación del tiempo de reacción a 22°C	55
EXPERIMENTO 5.2 Variación del tiempo de reacción a 50°C	55
EXPERIMENTO 5.3 Variación de la concentración	58

10.0 SELECCIÓN	61
11.0 REMOCIÓN DE SELENIO ESCALA PILOTO	67
EXPERIMENTACIÓN 11.1 Observación del comportamiento y resultados al utilizar un reactor de tipo continuo.	67
EXPERIMENTO 11.2 Variación de las velocidades de alimentación y alturas de lecho	68
EXPERIMENTO 11.3 Observación de la conversión en las variaciones del tiempo espacial	72
EXPERIMENTO 11.4 Observación de la densidad en el transcurso de la reacción.	74
12.0 CÁLCULOS Y DISEÑO	75
13.0 DISCUSIÓN DE RESULTADOS	81
14.0 CONCLUSIONES	82
15.0 REFERENCIAS	83
NOMENCLATURA	84
SÍMBOLOS	85



*A DIOS GRACIAS  
POR LA FUERZA Y AYUDA  
PARA LA CULMINACIÓN  
DE ESTA ETAPA DE MI VIDA*

**MAMA Y PAPA  
CON SU GRAN AMOR , APOYO Y CONFIANZA  
HAN HECHO POSIBLE LA REALIZACION  
DE ESTA "SU OBRA"  
CON AMOR.**

**MUCHAS GRACIAS.....**

**DRUZO, AGUSTO, DRUZITO, BERLIOS Y TERE  
POR SU CARIÑO, AYUDA Y APOYO  
MUCHAS GRACIAS**

**LOS QUIERO**

**AL ING. JAVIER LOPEZ URANGA  
POR SU INCONDICIONAL GRAN APOYO  
POR SER UN GRAN AMIGO  
Y POR LAS PALABRAS DE ALIENTO  
AQUI ESTAMOS YA "JEFE"**

**MIL GRACIAS.....**

**A LOS DIRECTORES, JEFES Y AMIGOS  
DE LA  
REFINERIA ELECTROLITICA DE ZINC  
IMMSA MORAI ES  
QUE HICIERON POSIBLE LA  
REALIZACION DE ESTA TESIS**

**GRACIAS.**

**AL ING. GERARDO TORRES CHAVEZ  
PORQUE ES UN GRAN AMIGO  
Y POR SU APOYO Y AYUDA**

**MUCHAS GRACIAS**

**A MIS AMIGOS  
POR LA ALEGRÍA, EL ENTUSIASMO Y EL APOYO**

**MIL GRACIAS**

**Y A TI C.R.G.C.  
POR EL AMOR, LA CONFIANZA Y LA  
MOTIVACIÓN  
QUE ME HAZ DADO**

**GRACIAS.....**

## 1.0 INTRODUCCIÓN

La presencia de considerables cantidades de selenio en la mezcla de concentrados de zinc que se alimentan al tostador de lecho fluidizado, han creado problemas de depósito, ensuciamiento y obstrucción por lodos de selenio en equipos de la etapa de limpieza húmeda de gas de  $\text{SO}_2$ , en muchos de los casos se ha tenido que parar el proceso de tostación y producción de ácido sulfúrico, para dar mantenimiento y limpieza en donde se depositan dichos lodos.

Se cree que el selenio presente en el flujo gaseoso se comporta de forma análoga al azufre formando dióxido de selenio, pero la presencia de halógenos (flúor y cloro), crean una complejidad en la química del mismo formándose varias especies de compuestos de selenio, unas gaseosas solubles y otras insolubles en medios ácidos, y otras sublimados, las cuales persisten dependiendo de diversos factores.

El selenio presente en el gas, que no logra pasar a solución no se considera para efecto de esta tesis. Por referirse esta experimentación a la remoción del selenio que se encuentra en el ácido débil para optimización en la etapa de limpieza húmeda del gas

## **2.0 OBJETIVOS**

Encontrar experimentalmente a escala vidrio un reactivo que permita remover con eficiencia y de factibilidad económica el selenio que se encuentra en el ácido débil de la torre de lavado.

Con el reactivo seleccionado experimentalmente hacer pruebas a escala piloto para encontrar riesgos y posibles problemas así como las condiciones apropiadas de operación en el proceso escala industrial.

Diseñar el equipo correspondiente a los datos encontrados experimentalmente que permita la precipitación en condiciones óptimas.

### **3.0 ALCANCE**

El estudio se llevó a cabo en las instalaciones de la planta de ácido sulfúrico de la Refinería Electrolítica de Zinc del grupo Industrial Minera México, S.A. de C.V. en San Luis Potosí, en la etapa de limpieza y enfriamiento de gas húmeda, considerándose las condiciones específicas de operación particulares, revisándose exclusivamente la fase ácido débil sin involucrar las reacciones posibles en fase gaseosa.



#### 4.0 DEFINICIONES

**Acido débil.-** Se refiere a la solución diluida de ácido sulfúrico (menos de 40 g/l), clorhídrico y fluorhídrico que se forma por la presencia de  $\text{SO}_3$ , Cl<sup>-</sup> y F<sup>-</sup> en la corriente gaseosa de  $\text{SO}_2$  gas, al esprear agua para limpiar el gas de los compuestos que forman estos elementos y otros polvos.

**Cajones de almacenamiento.-** Son contenedores de concreto en donde se almacenan y mezclan los concentrados provenientes de las minas para formar las mezclas de concentrados.

**Calcina.-** Es el producto sólido obtenido de la tostación del concentrado de zinc.

**Catapultas.-** Son las bandas de alta velocidad para alimentación de concentrados de zinc dentro del tostador.

**LIXPURCA.-** Se le denomina de esta manera al área que comprende los departamentos de lixiviación, purificación y cadmio dentro de la Refinería Electrolítica de Zinc.

**Lodos de Selenio.-** Son los lodos que sedimentan del ácido débil después del impacto directo entre este y el gas de  $\text{SO}_2$ . Siendo su concentración de selenio promedio de un 80 %.

**Mes metalúrgico.-** Se refiere un mes de trabajo u operación que comprende semanas completas y no cierra de acuerdo al mes del calendario, por lo tanto son meses de 4 o 5 semanas según sea el caso.

**Mixturas de concentrados.-** Son las mezclas que se forman de los concentrados de zinc que se reciben de las diferentes unidades mineras teniendo como patrón un porcentaje de Zn, Fe, Cu, S, etc., en compuestos como sulfatos, sulfuros, etc. Los cuales deben ser lo mas cercanos a los que se tienen como patrón en la mixtura optima.

**Precipitadores electrostáticos secos.-** Son equipos de precipitación por medio de electrodos y placas. Su funcionamiento consiste en mantener una elevada diferencia de potencial entre placas y electrodos.

El gas pasa a través de ellos y es ionizado. Las partículas de polvo arrastradas en el gas reciben una carga eléctrica emigrando a la superficie de las placas colectoras, estos a su vez son limpiados por el golpeteo de martillos transversales.

## 5.0 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO

Se reciben concentrados de zinc de las siguientes unidades mineras:

Sta. Barbara.- Chihuahua

Sta. Eulalia.- Chihuahua

Sn. Martín.- Zacatecas

Taxco.- Guerrero

Velardeña.- Durango

Charcas.- San Luis Potosí

Estos se mezclan entre si formando una mixtura en donde se tienen como patrón la siguiente mixtura óptima de concentrados:

### MIXTURA OPTIMA

Zn 57.88 %

Fe 7.3 %

Cu 1.230 %

Pb 0.535 %

Ag 0.14 %

son almacenados en camas. De ahí son transferidos por bandas a tolvas al departamento de tostación.

### TOSTACION

El concentrado llega a las tolvas alimentadoras y es descargado por dos bandas que llevan el concentrado a una banda pesadora que suministra el concentrado a un disco rotatorio, este distribuye el concentrado a las catapultas. Las cuales alimentan y distribuyen el concentrado al tostador a razón de 550 ton por día.

El concentrado se tuesta en una cama de lecho fluidizado precalentado hasta una temperatura de ignición del concentrado, entre 900 y 920 ° C manteniendo la reacción por el suministro de aire, para ello se cuenta con dos sopladores, trabajando uno a la vez y manejando un flujo de aire de 42,000 m<sup>3</sup>/h. Un 30% de la calcina total, la de mayor tamaño sale por un vertedero en donde es derramada por sobreflujo, las partículas mas pequeñas son arrastradas en el gas.

En seguida del tostador conectada a la salida de los gases se encuentra una caldera horizontal que opera como cámara de expansión para la recuperación de calcina arrastrada en el gas y para enfriamiento desde 900 ° C a 360 ° C y producción de vapor sobre calentado. La calcina es recolectada por un sistema que opera en forma continua dispuesta en la parte baja de la caldera.

#### ETAPA DE LIMPIEZA DE GAS SECA (LEGS)

La corriente gaseosa a la salida de la caldera pierde un 30 % de la calcina total. Estos gases pasan a través de dos ciclones en paralelo, saliendo por la parte superior, precipitando el polvo y obteniendo por la parte baja recuperándose aquí otro 30% de la calcina total. Para eliminar el resto de calcina que se arrastra en la corriente gaseosa se cuenta con dos precipitadores electrostáticos secos que operan en serie cada uno con el ciclón correspondiente.

Cada precipitador tiene dos campos electrostáticos arreglados en serie para flujo horizontal. A estos pasos de recolección de calcina se les conoce como etapa de limpieza de gas seca.

Después de que es recolectada la calcina, los gases pasan por otra etapa de limpieza en húmedo antes de su transformación en ácido sulfúrico.

#### ETAPA DE LIMPIEZA Y ENFRIAMIENTO DE GAS HÚMEDA (LEGH)

La corriente gaseosa entra en una segunda cámara de expansión conocida como torre de lavado a una temperatura de 350 ° C en donde las partículas de cierto tamaño además de flúor y cloro son separados de la corriente gaseosa por contacto directo con el ácido débil, este se esprea a contracorriente con el flujo gaseoso por lo que también se efectúa un enfriamiento saliendo el gas de la torre a 65 °C.

El ácido débil se bombea a un filtro de placas y marcos con el fin de eliminar la cantidad de sólidos suspendidos recirculando el ácido filtrado a la torre.

Muchos de los sólidos separados de la corriente gaseosa por el ácido débil sedimentan en el fondo de la torre de lavado formando lodos de selenio.

Los gases que salen de la torre de lavado pasan simultáneamente a dos cambiadores dobles de calor cuya función es disminuir la temperatura del gas hasta 44 ° C.

La siguiente fase de limpieza es precipitación electrostática. Se cuenta con dos precipitadores electrostáticos húmedos que utilizan un voltaje unidireccional entre 50,000 y 70,000 medidos entre las placas y los electrodos de emisión colectoras.

Las partículas de polvos quedan cargadas eléctricamente y se depositan en las placas de los precipitadores.

Al término de esto pasan a otra etapa de enfriamiento sencillo disminuyendo su temperatura hasta 36 ° C para continuar con la segunda y última etapa de precipitación electrostática.

## SECADO

El gas  $\text{SO}_2$  limpio con un 10 % de  $\text{SO}_2$  se mezcla con aire atmosférico para bajar a 8 % el contenido de  $\text{SO}_2$  y pasarlo por una etapa de deshumidificación, esto ocurre en una torre de absorción en donde el gas pasa a contracorriente con ácido sulfúrico al 96 %.

## CONVERSIÓN Y ABSORCIÓN

El gas pasa a un atrapador de rocío o torre de secado y es llevado a la etapa de conversión de  $\text{SO}_2$  a  $\text{SO}_3$  por medio de un soplador y después a las torres de absorción.

En la operación se efectúa un intercambio de ácido sulfúrico diluido y concentrado entre las torres de secado, intermedia y final. Esto es automático y depende del nivel y concentración dentro de las torres.

La reacción de oxidación del dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  a trióxido de azufre  $\text{SO}_3$  se efectúa en un convertidor de doble catálisis con cuatro lechos con pentóxido de vanadio  $\text{VO}_5$ , a la salida de cada lecho o cama se tiene un intercambiador de calor que enfría los gases acondicionándolos para el siguiente lecho. Ver diagrama 5.1.

Después de pasar por la segunda etapa del convertidor del 80 al 90 % del dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  se ha convertido, este gas pasa a la torre de absorción intermedia en donde la mayor parte del trióxido de azufre  $\text{SO}_3$  reacciona quedando un 2 % de dióxido de azufre  $\text{SO}_2$ . Este flujo regresa a la 3a. y 4a. etapa de conversión quedando solo una cantidad del orden de 600 ppm de dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  sin convertir.

El trióxido de azufre  $\text{SO}_3$  formado en las últimas camas pasa a su etapa de absorción final.

El residuo gaseoso de esta absorción es enviado a un atrapador de rocío para su limpieza de ahí a una chimenea para ser enviado a la atmósfera

# DIAGRAMA DE BLOQUES TOSTACION - ACIDO REFINERIA ELECTROLITICA DE ZINC

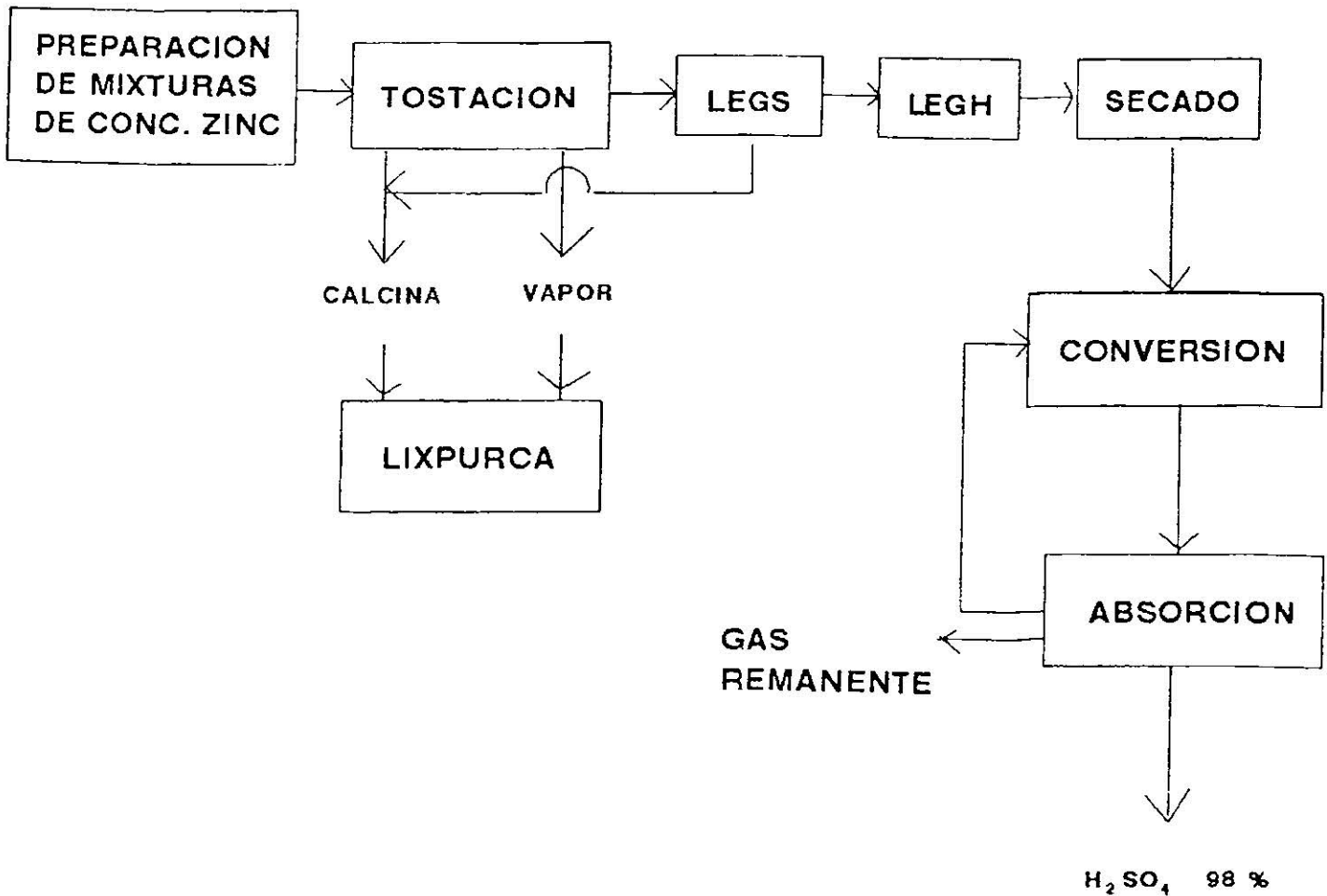


Diagrama 5.1

## 6.0 BALANCE DE MATERIALES

Para el balance de materiales se consideran los datos comprendidos entre los meses de Octubre de 1992 a Enero de 1993. Tomando los datos correspondientes de concentrado tostado por mes metalúrgico así como calcina producida para sacar una promedio por mes .

MES	TON CONCENTRADO TOSTADO SECO/MES	% Se	DIAS/MES TRABAJADOS	CALCINA/MES
OCT	16,086.896	0.0192	25	14,195.889
NOV	14,424.378	0.0163	29	12,729.430
DIC	17,135.348	0.0122	31	15,121.850
ENE	11,302.732	0.0135	22	9,974.60
PROM/MES	14,737.138	0.0153	26.75	13,005.442

$$\text{TON CONC. SECO TOSTADO / DIA} = \frac{14,737.139 \text{ TON/MES}}{26.75 \text{ DIAS /MES}} = 550 \text{ TON/DIA}$$

$$\text{TON Se EN CONC. TOSTADO /DIA} = \frac{14,737.139 \text{ TON/MES} (0.0153 \%)}{26.75 \text{ DIAS/MES} ( 100 )} = 0.0843 \text{ TON/DIA}$$

$$\text{CALCINA/DIA} = \frac{13,005.44 \text{ TON/MES}}{26.75 \text{ DIAS/MES}} = 486.18 \text{ TON/DIA}$$

Se analizó en el mismo período la calcina por selenio mostrando 0 % de Se por lo tanto se deduce que todo el selenio se va en el gas

El diagrama 6.1 muestra la localización de estos datos .

Para la determinación de la concentración de selenio en el flujo gaseoso se tiene para un flujo de 59 983 m<sup>3</sup>/h en condiciones normales (1 atm y 25 ° C) la concentración de selenio es la

siguiente:

$$C_{\text{Se}} = \frac{0.0843 \text{ TON/DIA}}{59,983. \text{ m}^3/\text{h}} = \frac{0.0585 \text{ g}}{\text{m}^3}$$



Por lo tanto para la determinación del selenio que sigue en la corriente gaseosa después de la limpieza en la torre de lavado con condiciones de operación actual se tiene, observar diagrama 6.1 .

Suponiendo que la concentración que se tiene a la salida del tostador se mantiene hasta la entrada a la torre, entonces:

BALANCE PARA SELENIO EN LA TORRE DE LAVADO DE GASES EN UNA HORA DE OPERACION ACTUAL

CONDICIONES A LA ENTRADA TORRE DE LAVADO

FLUJO GASEOSO: 59983 m<sup>3</sup> N/hr

CONCENTRACION DE SELENIO EN GAS: 0.0585 Kg /m<sup>3</sup>

Se EN GAS DE ENTRADA A LA TORRE: 3.509 Kg/hr

CONDICIONES DE SALIDAS DE LA TORRE DE LAVADO

PURGA DE ACIDO DEBIL: 15.125 m<sup>3</sup>/hr Se

CONCENTRACION DE SELENIO EN ACIDO DEBIL: 78 mg/l

Se EN PURGA DE ACIDO DEBIL = 1.179 Kg/hr

GAS SALIDA: ?

CONDICIONES DE ACUMULACION EN LA TORRE DE LAVADO

LODOS CON 80 % DE SELENIO: 0.4261 Kg/hr

VOLUMEN DE ACIDO DEBIL DENTRO DE LA TORRE: 21.71m<sup>3</sup>

Se EN ACIDO DEBIL DENTRO DE LA TORRE 1.69 Kg/hr

$$\text{ENTRADAS} = \text{SALIDAS} + \text{ACUMULACION}$$

$$\text{GAS ENTRADA} = (\text{PURGA} + \text{GAS SALIDA}) + (\text{LODOS} + \text{ACIDO DEBIL})$$

$$\text{GAS SALIDA} = 3.509 \text{ Kg/hr} - (1.179 + 0.4261 + 1.69)\text{Kg/hr}$$

$$\text{GAS SALIDA} = 0.2139 \text{ Kg/hr}$$

Observar figura 6.2 para localización de datos.



SISTEMA DE BIBLIOTECA  
UNIVERSIDAD AUTONOMA  
DE  
SAN LUIS POTOSI

**BALANCE DE SELENIO EN GAS A LA ENTRADA  
TORRE DE LAVADO**

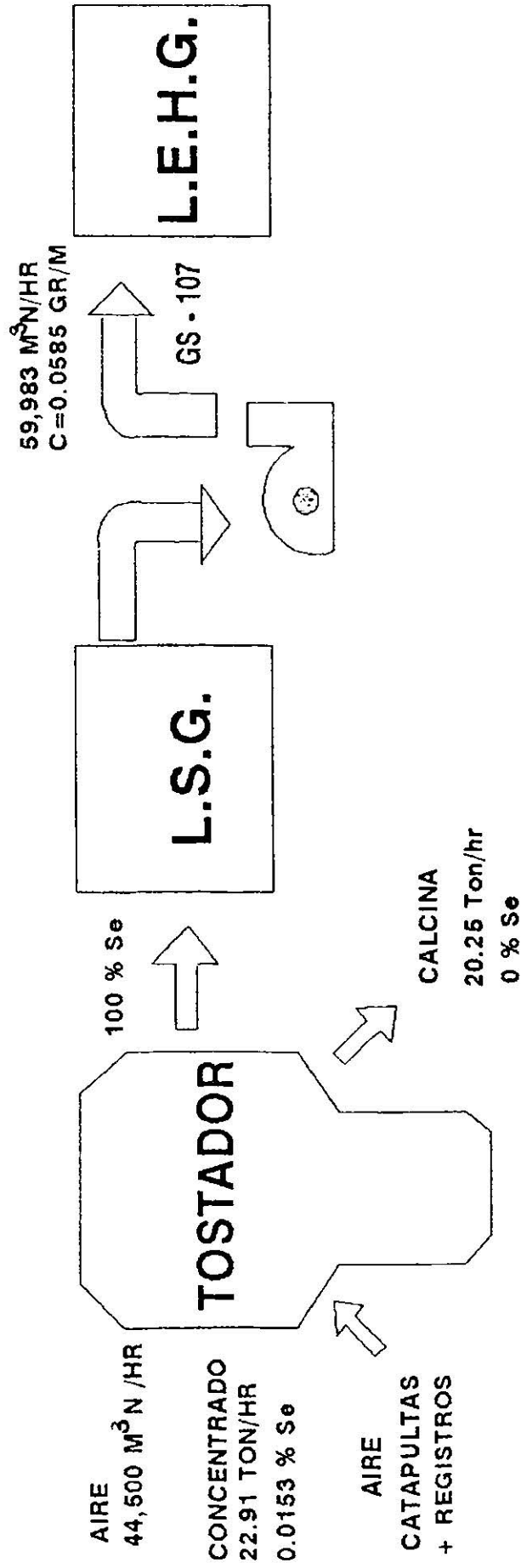


Diagrama 6.1

# BALANCE DE SELENIO POR HORA EN TORRE DE LAVADO

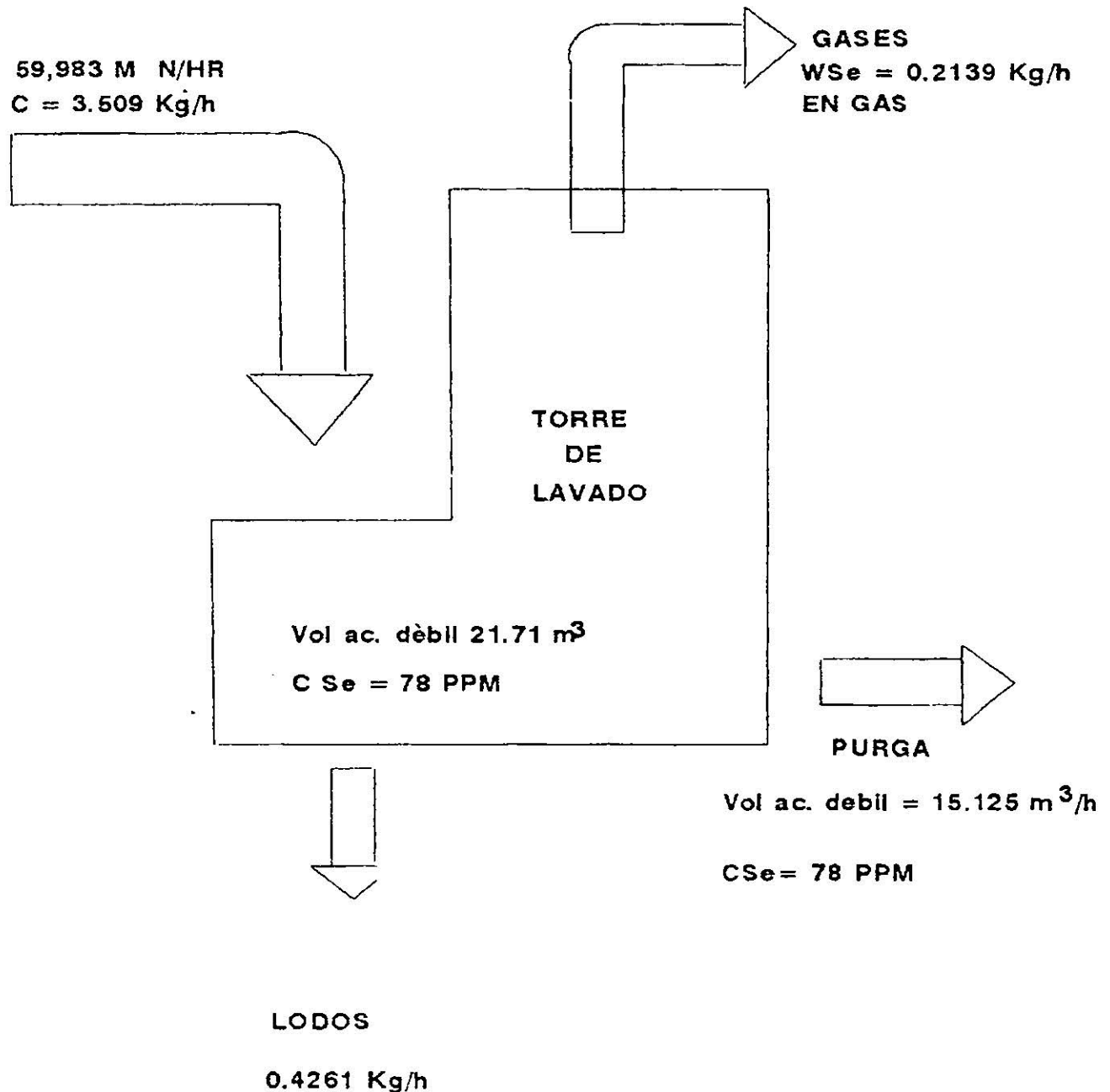


Diagrama 6.2

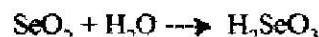
En el diagrama se muestra la concentración de selenio en el gas a la salida de la torre.

## 7.0 BASES TEORICAS

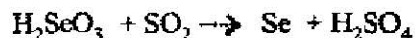
Se sabe que después de la tostación del mineral de zinc el selenio está presente en la corriente gaseosa como selenio elemental gaseoso, como óxido y en compuestos formados por los otros elementos tanto halógenos como metales. En este trabajo solo se hace referencia al selenio disuelto por que actualmente no se cuenta con los medios necesarios para la detección del selenio en las otras formas.

El procedimiento para la remoción del selenio es esencialmente una precipitación que depende del estado de valencia y de la presencia de otras especies, por que el selenio con valencias +2, +4 y +6 puede ser obtenido precipitado como selenio elemental por reducción.

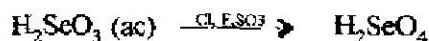
Cuando al selenio que se encuentra volatilizado como dióxido de selenio  $\text{SeO}_2$  se le disminuye su temperatura bruscamente se condensa y si baja aún mas la temperatura este solidifica, cuando este compuesto hace contacto con agua forma el  $\text{H}_2\text{SeO}_3$  la reacción es la siguiente:



de este compuesto el selenio puede precipitar mas rápidamente por reducción en presencia de  $\text{SO}_2$  la reacción se efectúa con gran efectividad para temperaturas alrededor de los  $32^\circ \text{C}$ . se obtiene selenio rojo como un lodo.



Cuando se ha formado el ácido selenioso y están presentes oxidantes fuertes como son el cloro y el flúor se tiene la formación de ácido selénico.



Siendo este compuesto muy inestable y por lo tanto reversible, ocasionando que la muestra de ácido débil este en constante precipitación por la transición de estos compuestos, ya que el ácido selénico no es reducido por la presencia de  $\text{SO}_2$  absorbido.

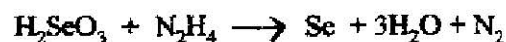
Además del óxido de selenio en el gas también existen especies halogenadas de flúor y cloro ya sea sublimadas o en estado natural gaseoso que son atrapadas por presentar solubilidad en agua.

La formación de  $\text{Se}^0$  (g) es propicia por la alta temperatura registrada en la cama del tostador pero al pasar a fase líquida este compuesto precipita como un sólido amorfo.

El ácido débil presenta una coloración rosa cristalina producida por la formación de selenio rojo que se mantienen en solución y que precipita lentamente.

Cuando los compuestos de selenio están presentes en soluciones diluidas de ácido sulfúrico puede ser precipitado por fierro metálico, la presencia de iones  $\text{Cu}^{+2}$  acelera la reacción de reducción. Para este fin utilizando fierro y iones cloro se tiene gran efectividad.

El selenio es obtenido por una reacción de reducción química en soluciones acuosas ácidas con hidrato de hidracina  $\text{N}_2\text{H}_4$  la reacción es la siguiente:



Considerando el uso de sulfuros como es empleado en la remoción de metales como es el de  $\text{Na}_2\text{S}$  y compuestos tio - orgánicos, como el dimetil - ditio carbamato de sodio y dimetil - ditio carbamato de potasio Dado el caso de que los compuestos de selenio se encuentren en soluciones ácidas diluidas.

## 8.0 APARATOS Y SUBSTANCIAS

### 8.1 SUBSTANCIAS:

a) **Sulfuro de sodio.** El reactivo utilizado para preparar la solución es grado reactivo producido por productos químicos de Monterrey, S.A. la solución se preparó a 50° C con una concentración de 133 g por l de agua.

b) **Fierro.** Para la parte de experimentación escala vidrio por lotes se utilizó virutas de acero al carbón. Estas virutas se obtienen de las maquinas fresadoras y torno. No presentan formas ni tamaños iguales

En la experimentación escala piloto primera parte se empleó para la formación del lecho, en un principio pedacería, tornillos, tuercas y todo tipo de chatarra pequeña en acero al carbón.

En la segunda experimentación escala piloto se emplearon bolas de acero al carbón para la formación del lecho ya que estas presentan una área superficial más uniforme.

Todo este tipo de materiales para ser empleados fueron enjuagados para remover polvo y tierra posteriormente fueron tratados con una solución de ácido sulfúrico al 10 % para remover el lubricante empleado en las maquinas, se enjuaga nuevamente y se deja secar.

c) **Sulfato de cobre.** Es producido por productos químicos Monterrey, S.A. es de grado reactivo y se utilizó directamente de envase.

d) **Complex 920.** Este nombre recibe el dimetil-ditio carbamato de sodio . El producto empleado directamente de envase a la temperatura ambiente grado reactivo producido por Complex Química, S.A. Fábrica de productos químicos industriales.

e) **Hidróxido de Hidracina.** Se empleó a temperatura ambiente y es de grado industrial.

f) **Acido débil.** Fue tomado directamente de la torre de lavado de gases y sus condiciones se indican en cada caso.

## 8.2 .REACTOR POR LOTES Y CONTINUO.

### 8.2.1 REACTOR POR LOTES.

La obtención de datos experimentales escala vidrio fue una prueba por lotes y la disposición del equipo es la mostrada en la figura 8.1 el equipo empleado es el siguiente.

- a) **Reactor.** Se utilizó un reactor de vidrio pyrex de 4 bocas con una capacidad de 1 litro, su tapa tiene 4 bocas esmeriladas en donde se colocan tapones de hule para conectar la salida del gas, la entrada del reactivo y el termómetro. la tapa se une al vaso por una ceja esmerilada.
- b) **Parrilla eléctrica con agitador magnético.** Las temperaturas a variar fueron prácticamente menores a los 100 ° C por lo que se utilizó una parrilla de tipo COLE PARMER y las velocidades de agitación utilizadas fueron moderadas manteniendo turbulencia en el líquido.
- c) **Termómetro.** Para la medición de la temperatura dentro del reactor se utilizo un termómetro de varilla de vidrio, escala 0 a 100 ° C
- d) **pH.** Como la lectura estaba dentro de la escala se utilizó papel pH Acilit pH 0-6 merck.
- e) **Medición del líquido.** El volumen de la solución ácida empleada en cada prueba se midió con un probeta de 500 ml.
- f) **Medición de Gas.** El gas producido en la reacción fue medido siguiendo el fundamento de la prueba de Reich. La salida de gas del reactor se conecto a un embudo de separación de 1 litro y este a su vez unido a una bureta de 1 litro en donde se registro por el volumen de gas producido por el líquido desplazado figura 8.1

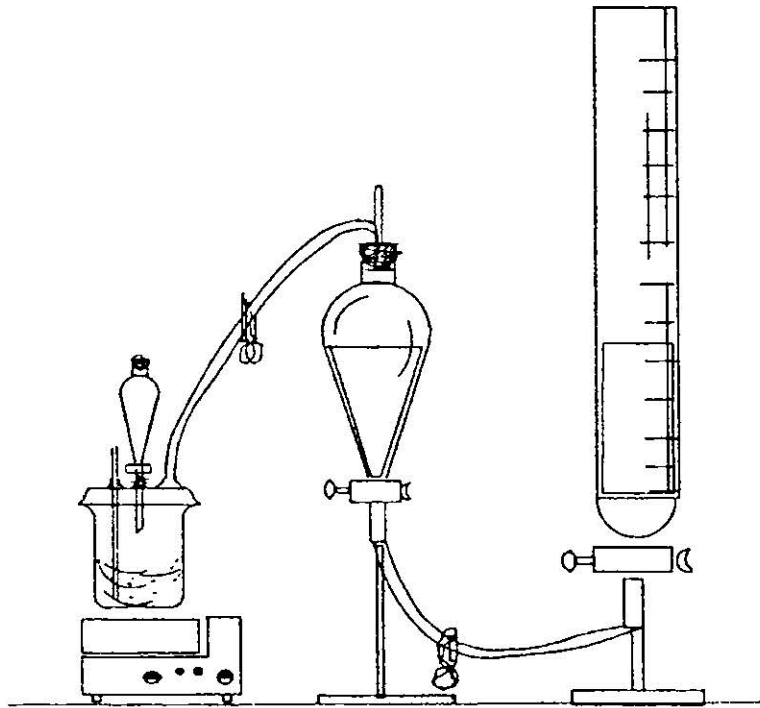
### 8.2.2 REACTOR CONTINUO

La obtención de datos experimentales escala piloto fue una prueba en campo de tipo continua en donde la solución ácida se extrajo directamente de la torre de lavado de gases, el equipo estuvo dispuesto de la manera mostrada en la Diagrama 8.2.

- a) **Reactor de lecho fijo.** Se utilizo un cilindro de acero inoxidable con una capacidad de 4 litros de un diámetro de 16 cm. y una altura de 25 cm. soportado por una rejilla metálica recubierta con material

anticorrosivo. El cilindro consta de 3 puntos de apoyo de 4 cm. de altura cada uno que sirve para soportar la base del lecho. Sin tapa con una tubería de descarga de 1/4 in. Figura 8.3





**Diagrama 8.1**

**Disposición del equipo en pruebas por lotes.**

**ABREVIATURAS**

..... Gas

- - - Acido débil

T.D.L. Torre de lavado.

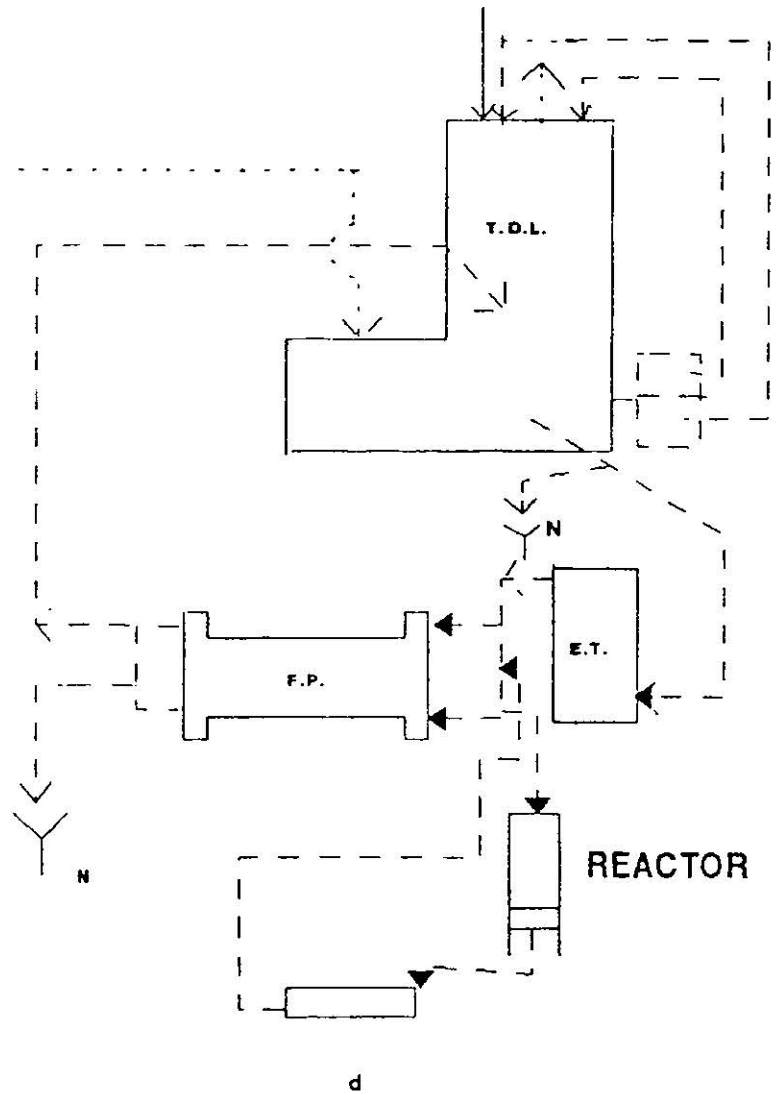
F.P. Filtro prensa

E.T. Enfriador de tubos.

D. Desgasificador.

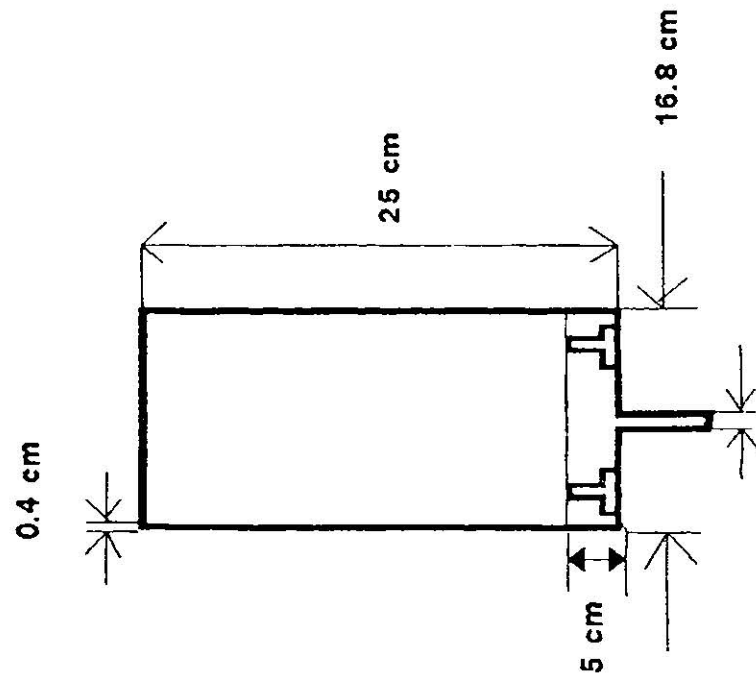
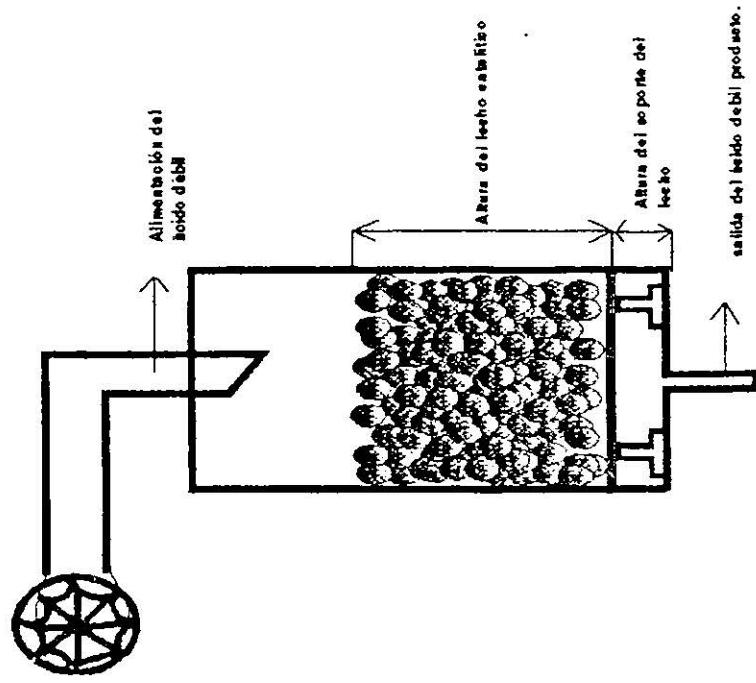
N. descarga de residuos a planta neutralizadora

R.E.P. Reactor Escala Piloto



**Diagrama 8.2**

**Diagrama de flujo para indicar la posición del R.E.P. en campo.**



D.N. 1/4 in

Figura.8.3

Reactor continuo escala piloto

## 9.0. REMOCIÓN DE SELENIO ESCALA VIDRIO.

En esta serie de pruebas se realizan en un reactor por lotes para un volumen constante. Para determinar la extensión de la reacción se observa el cambio en la concentración del componente de interés en este caso el selenio por:

- Variación del tiempo de reacción a temperatura constante (isotérmico).
- Variación de la concentración del reactivo para una temperatura y tiempo de reacción constante

En cada caso se obtiene la conversión del selenio como porcentaje de conversión del selenio en solución a selenio precipitado para solución de densidad constante.

Para hacer esta consideración se tuvo que medir la densidad del ácido débil con un densímetro en donde los resultados eran diferentes para cada reactivo pero se mantiene en cada caso.

$$C_{Se} = C_{Se^{\infty}}(1 - X)$$

$C_{Se^{\circ}}$  = Conc. inicial de selenio en solución

$C_{Se}$  = Conc. después de reacción

$$X = \frac{C_{Se^{\circ}} - C_{Se}}{C_{Se^{\circ}}}$$

En las cantidades señaladas como concentraciones ejemplo Fe,  $CuSO_4$  se relacionó:

$$C = \frac{W \text{ reactivo (g)}}{V \text{ Acido débil (l)}}$$

Así como en la disolución como en el caso del  $Na_2S$  sulfuro de sodio se determinó la concentración de la solución saturada a  $50^{\circ} C$  formada inicialmente, y la concentración en el ácido débil.

$$C_{\text{Na}_2\text{S}} = \frac{W_{\text{Na}_2\text{S}} (\text{g})}{V_{\text{H}_2\text{O}} (\text{l})}$$

Por lo tanto:

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

En este caso

$C_1$  = Concentración de la solución sat. de  $\text{Na}_2\text{S}$  a  $50^\circ \text{C}$

$V_1$  = Volumen de la solución saturada

$C_2$  = Concentración del reactivo en ácido débil.

$V_2$  = Volumen del ácido débil.

## 9.1 METODOLOGÍA DE MUESTREO DEL ACIDO DÉBIL

- a) Se lavan los recipientes de plástico perfectamente y se secan.
- b) Antes de tomar la muestra se enjuagan el recipiente dos veces con el ácido débil a muestrear.
- c) Se toma la muestra y la temperatura a la que sale el ácido débil de la torre.
- d) Se tapa y se procede a trabajar inmediatamente con la muestra.

## 9.2 MÉTODO PARA OBTENER DATOS EXPERIMENTALES A ESCALA VIDRIO.

### 9.2.1. OBTENCIÓN DE DATOS DE CONCENTRACIÓN- TIEMPO

- a) Tener el material listo para empezar la prueba inmediatamente después de haber hecho el muestreo.
- b) Medir 250 ml de ácido débil en una probeta agitando el recipiente de la muestra cada que se tome solución.
- c) Agregar el ácido débil al reactor de vidrio y calentar hasta una temperatura de 50° C que es a la temperatura que se encuentra en la torre, mantener agitado. Tapar, dejando libre la boca correspondiente a la salida de gas
- d) Cuando la solución alcance la temperatura deseada agregar la cantidad de reactivo correcta en cada caso.
- e) Darle el tiempo de reacción señalado en cada caso y observar todos los cambios producidos durante este período.
- f) Parar la agitación, retirar del calor y observar.
- g) Filtrar la solución resultante observar.
- h) Muestrear la solución filtrada y analizar por selenio en solución y acidez.
- i) Analizar y comparar datos.

Si al estar efectuando la reacción con cualquiera de los reactivos se detecta la presencia de gases efectuar el procedimiento siguiente solo para tener una base comparativa entre los diferentes reactivos ya

que este sistema no es muy exacto debido a que no se alcanza un vacío deseado de forma que la presión que ejerce el gas producido sea la que desplace al líquido los datos reportados son el promedio de una serie de pruebas.

### 9.2.2 MÉTODO PARA LA MEDICIÓN DEL GAS PRODUCIDO EN LA REACCIÓN DE REMOCIÓN DE SELENIO.

- a) Instalar el equipo de la forma mostrada en la figura 9.1.
- b) Cerrar las válvulas del embudo y la bureta
- c) Agregar 1 litro de agua en el embudo.
- d) Abrir las válvulas y esperar que el nivel del agua este en equilibrio en los dos recipientes.
- e) Agregar en la tapa del reactor la salida del gas y asegurarse de que no hay fugas.
- f) Proceder con la metodología anterior hasta el punto d) y dejar la válvula del embudo abierta después al agregar el reactivo deber esperar 5 minutos de reacción para desplazar el aire antes de abrir la válvula de paso del gas del reactor al equipo de medición de gas.
- g) Continuar con la metodología anterior.

### 9.3 METODOLOGÍA PARA LA FORMACIÓN DE COMPOSITOS Y MEDICIÓN DEL FLUJO EN LA ALIMENTACIÓN DEL ACIDO DÉBIL PARA PRUEBAS CON REACTOR CONTINUO ESCALA PILOTO.

#### 9.3.1 FORMACIÓN DE COMPOSITO

- a) Preparar un recipiente grande con tapa de aproximadamente 3 litros limpio y seco.
- b) Prepara un recipiente pequeño bien limpio y de volumen conocido.
- d) Para una prueba planeada de una hora se toma una muestra del producto y de la alimentación del ácido débil en periodos de 10 minutos con el recipiente chico de volumen conocido y se vierte en el recipiente y se tapa inmediatamente para evitar la entrada de polvos.

Cada que se tomé muestra deberá hacerse la medición del flujo de la siguiente manera.

### 9.3.2 MEDICIÓN DEL FLUJO.

a) Tomando el tiempo en que tarda en llenarse el recipiente de volumen conocido con el ácido débil producto con la ayuda de un cronómetro. Tomando tres lecturas de tiempo en cada ocasión y sacar un promedio.

b) El flujo volumétrico se obtiene de la siguiente manera:

$$v = \frac{V \text{ (ml)}}{t \text{ (s)}}$$

En donde:

$v$  = flujo volumétrico

$V$  = Volumen del recipiente lleno con ácido débil

$t$  = tiempo en que tarda en llenarse el recipiente.



#### 9.4. REMOCIÓN DE SELENIO (Se) CON FIERRO (Fe) Y SULFATO DE COBRE ( $\text{CuSO}_4$ )

##### EXPERIMENTO 1.1 VARIACIÓN DE TIEMPO DE REACCIÓN

Para iniciar la observación de los cambios efectuados en la reacción se propone hacer variaciones de tiempo con incrementos de 10 minutos cada uno y cantidades constantes de reactivos. Los resultados y condiciones se muestran en la tabla 9.4.1

Para esta prueba se sigue la metodología indicada, cuando alcanza la temperatura de  $50^\circ \text{C}$  se le agrega el sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4$  indicado dando un tiempo para que el ácido débil se homogeneice antes de proseguir a agregar el siguiente reactivo.

Al comenzar, con el ácido débil presenta una coloración rosa pero cristalina, con el sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4$  presenta una coloración azul característica y con el fierro se presenta una turbidez de coloración amarillo tenue que oscurece con el transcurso del tiempo por la formación de sulfato de fierro  $\text{FeSO}_4$

Al inicio y fin de la prueba se hizo lectura de pH con el papel indicador ya mencionado y este se mantuvo constante indicando un valor de 1.5.

Las partículas de fierro en el ácido débil muestran un burbujeó constante debido a la formación de hidrógeno  $\text{H}_2$  como era esperado.

Al término del periodo de reacción indicado se filtra y esta presenta un ligero color amarillo.

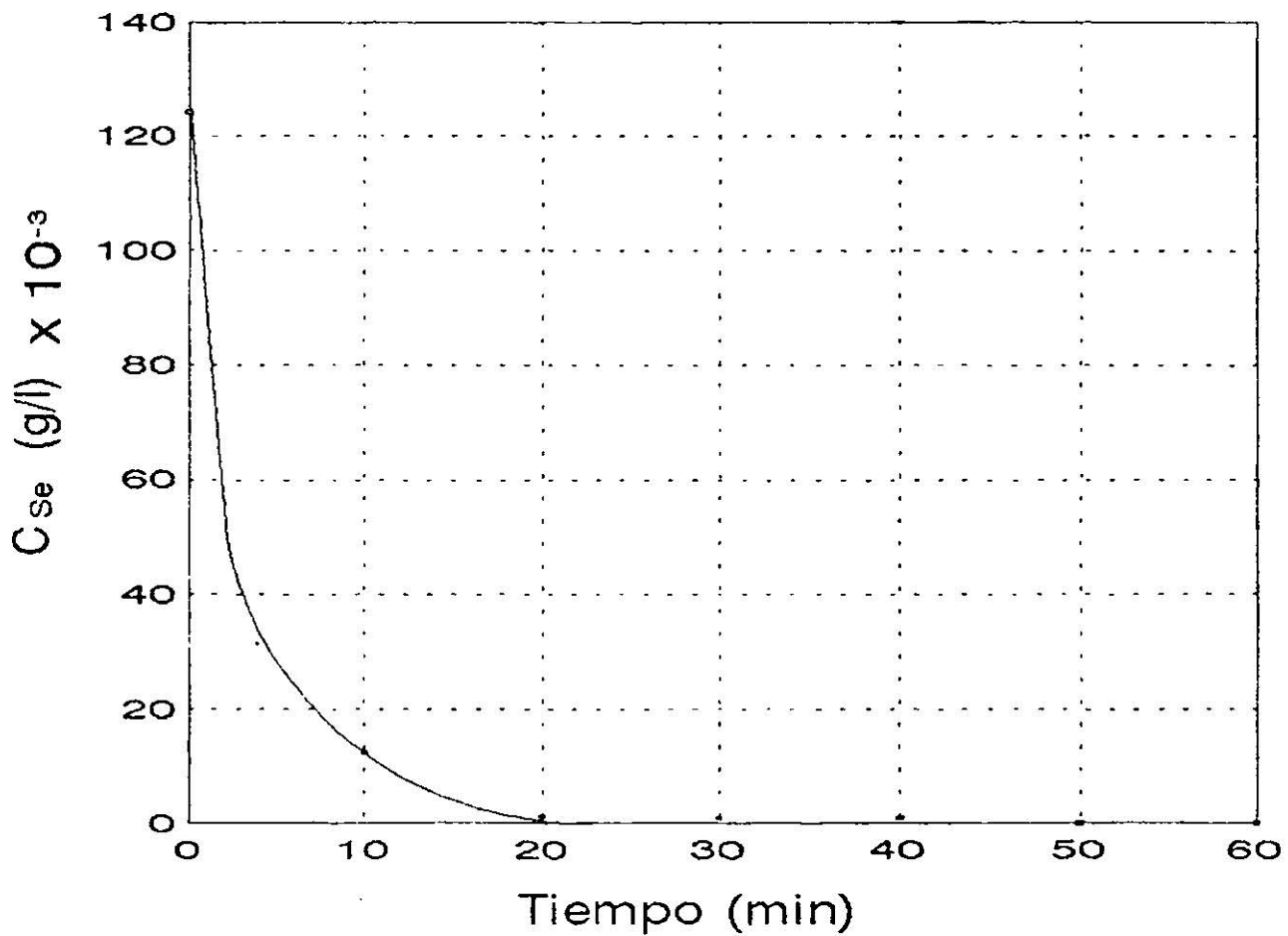
Este filtrado se dejó en observación, al fin de este lapso se comprueba la presencia de selenio en otros compuestos y la reducción causada por el dióxido de azufre  $\text{SO}_2$  al encontrar algunas muestras de precipitados rojos con la solución azul por la presencia de iones cobre II.

Los resultados se comparan en la gráficas 9.4.1 y 9.4.2 en donde se observa que en los primeros 10 minutos de reacción se obtiene buenos resultados alcanzándose una remoción del 90 % a partir de los 20 minutos de reacción la remoción es prácticamente constante quedando en solución menos del 1% de selenio inicial.

# REMOCION DE SELENIO

## CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

Tiempo (min) Vs C<sub>Se</sub> (g/l)



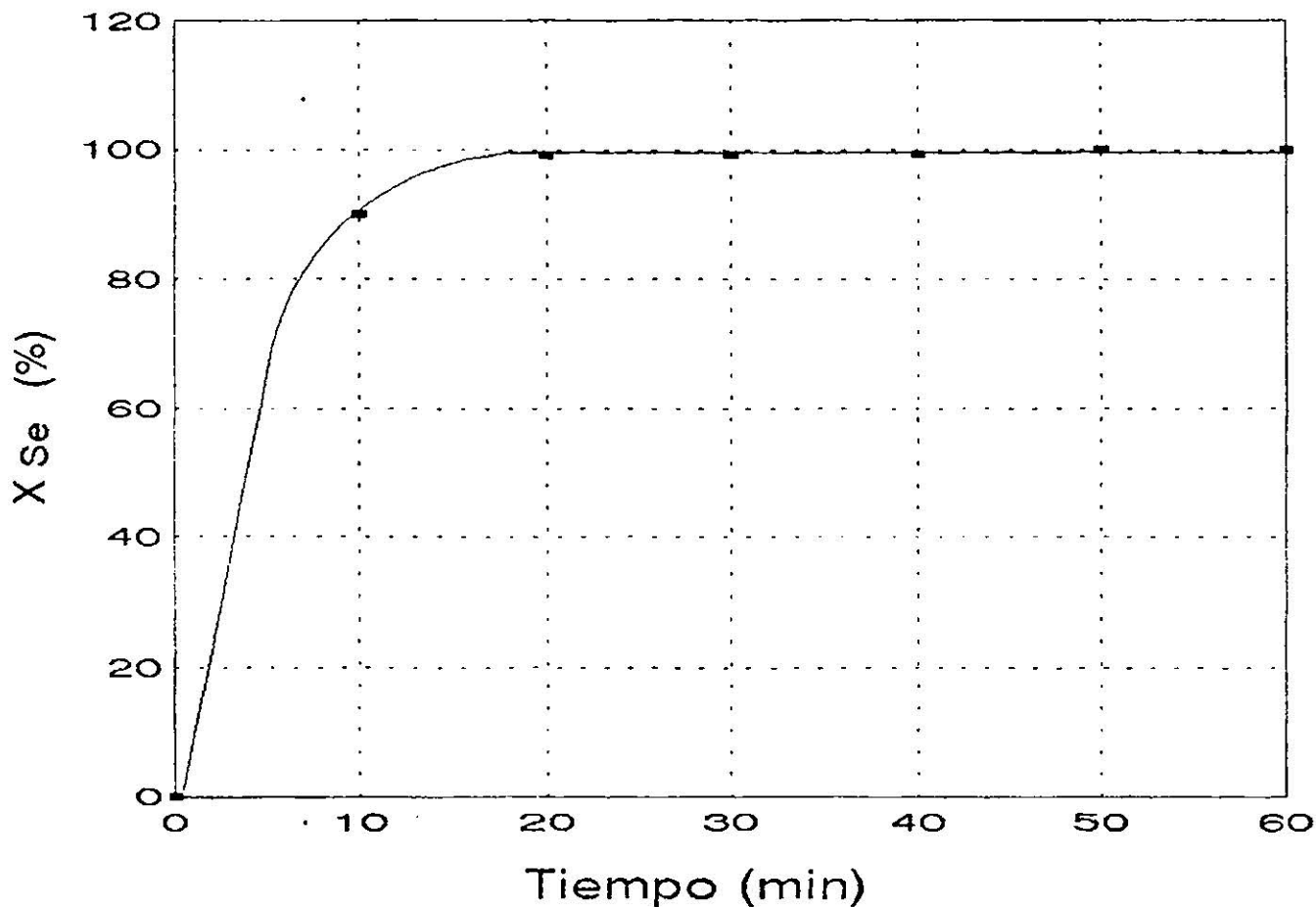
Gráfica. 9.4.1 Variación del tiempo con respecto a la concentración en la remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> para una acidez de 18.9 g/l

No.	V soln (l)	C <sub>Fe</sub> (g/l)	C <sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l)	T °C	t (min)	C <sub>Se</sub> (g/l) x 10 <sup>3</sup>
1	0.25	2	1	50	0	124.00
2	0.25	2	1	50	10	12.40
3	0.25	2	1	50	20	1.24
4	0.25	2	1	50	30	1.00
5	0.25	2	1	50	40	1.00
6	0.25	2	1	50	50	0.00
7	0.25	2	1	50	60	0.00

Tabla.9.4.1. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>  
Experimento 1.1.Variación del tiempo de reacción.

# REMOCION DE SELENIO CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

Tiempo (min) vs X<sub>Se</sub> (%)



Gráfica.9.4.2. Variación del tiempo con respecto al porcentaje de conversión de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> para una acidez de 18.9 g/l

No.	V soln (l)	C <sub>Fe</sub> (g/l)	C <sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l)	T °C	t (min)	X <sub>Se</sub> (%)
1	0.25	2	1	50	0	0.00
2	0.25	2	1	50	10	90.00
3	0.25	2	1	50	20	99.00
4	0.25	2	1	50	30	99.19
5	0.25	2	1	50	40	99.19
6	0.25	2	1	50	50	100.00
7	0.25	2	1	50	60	100.00

Tabla.9.4.2. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>  
Experimento 1.1. Variación del tiempo de reacción.

## EXPERIMENTO 1.2 VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE SULFATO DE COBRE

$\text{CuSO}_4$

Como se tiene de referencia que la presencia de iones cobre  $\text{Cu}^{+2}$  acelera la remoción se hicieron las variaciones indicadas en las concentraciones del sulfato de cobre  $\text{CuSO}_4$  y los resultados del análisis realizado después de la reacción se indican en las tabla 9.4.3 y 9.4.4 dando como periodo de reacción un tiempo de 10 minutos.

Al agregar el fierro al ácido débil presenta coloración amarillo limón y el color se intensifica y la turbidez de la solución, aumentando cada vez mas.

Se observa que aun al aumentar cinco veces con respecto a la concentración inicial, la concentración de iones cobre de la solución no se remueve completamente el selenio en un 100 %.

Después de reaccionar el tiempo indicado la solución se filtra, y muestra un color azul intenso debido a todo el sulfato de cobre agregado, con una pequeña turbidez amarilla por el sulfato de fierro  $\text{FeSO}_4$  que se forma.

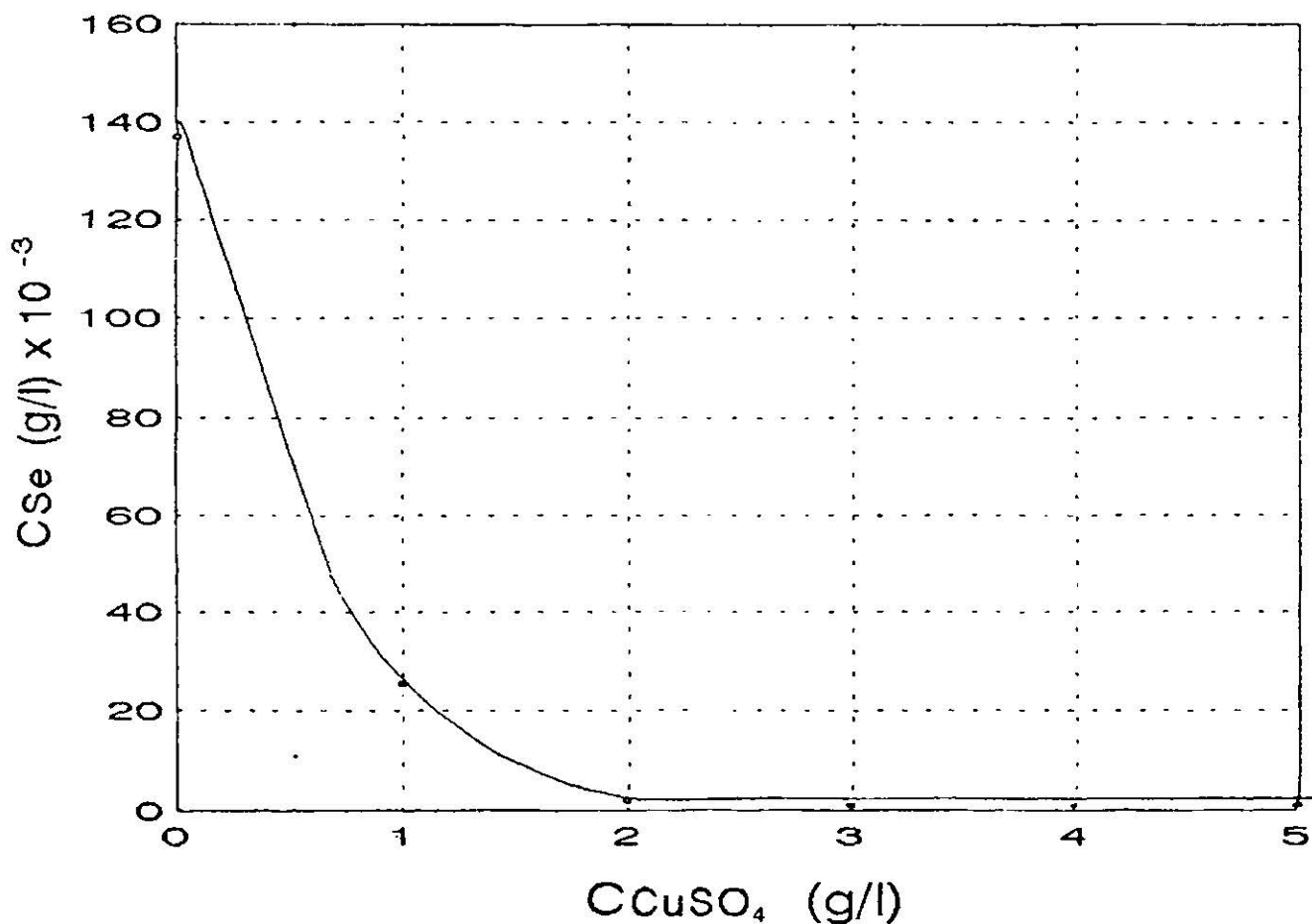
Se le deja en observación y presenta un líquido cristalino azul con presencia de precipitados amarillos y rojos.

Las gráficas muestra como mas del 90 % de la remoción se encuentra hasta después de la segunda dosificación de sulfato de cobre pero mantiene ahí la remoción aun que se incremente la concentración de sulfato de cobre. la comparación se hace en las gráficas. 9.4.3 y 9 4.4.

# REMOCION DE SELENIO

## CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

C<sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l) vs C<sub>Se</sub> (g/l)



Gráfica.9.4.3. Variación en la concentración del CuSO<sub>4</sub> con respecto con la concentración de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> con acidez de 14.6 g/l

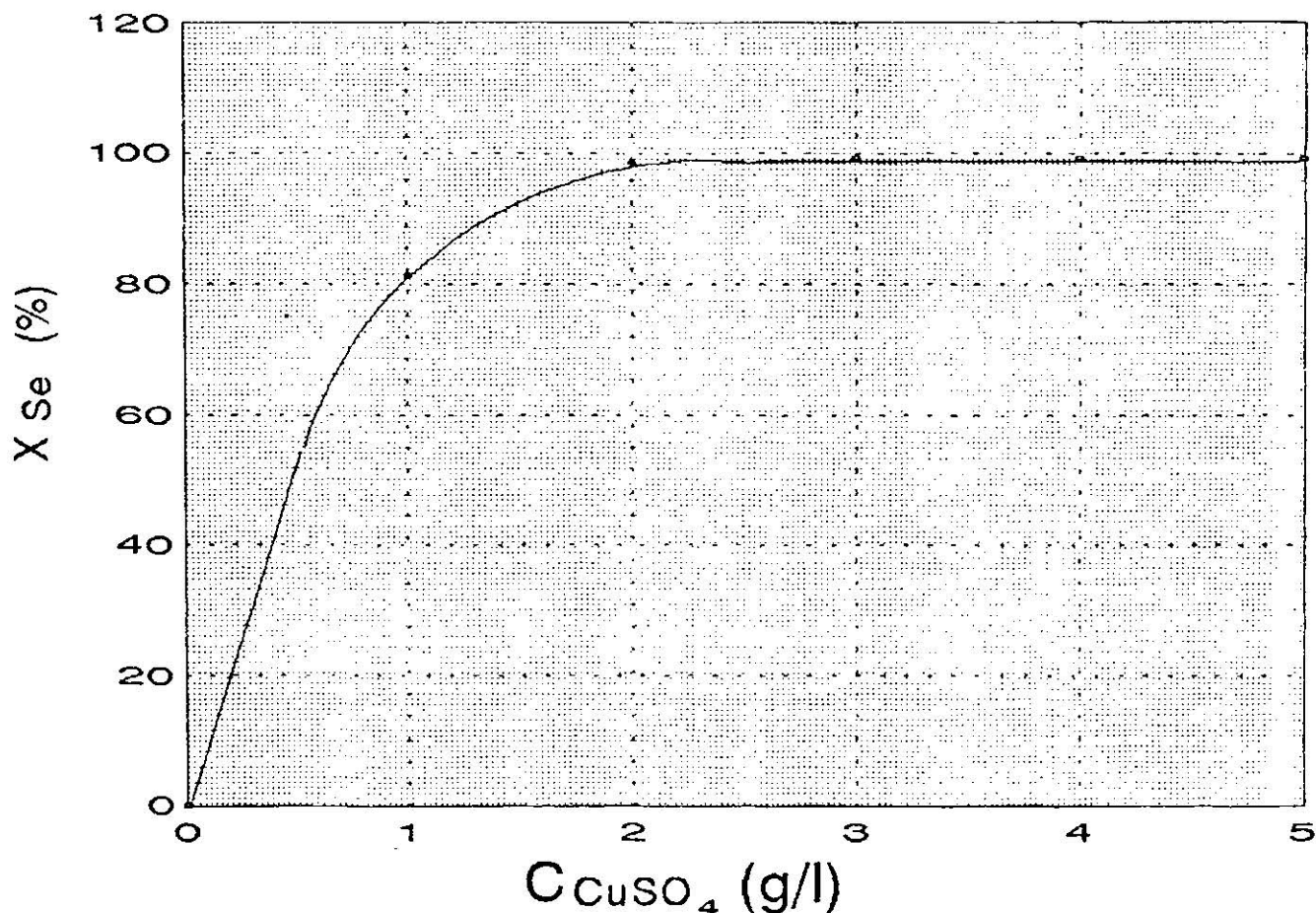
No.	V soln (l)	C <sub>Fe</sub> (g/l)	t (min)	T °C	C <sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l)	C <sub>Se</sub> (g/l) x 10 <sup>-3</sup>
1	0.25	2	10	50	0	137.0
2	0.25	2	10	50	1	25.5
3	0.25	2	10	50	2	2.0
4	0.25	2	10	50	3	1.0
5	0.25	2	10	50	4	1.0
6	0.25	2	10	50	5	1.0

Tabla.9.4.3. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>

Experimento 1.2. Variación de la concentración de CuSO<sub>4</sub>

# REMOCION DE SELENIO CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

C<sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l) vs X<sub>Se</sub> (%)



Gráfica.9.4.4. Variación en la concentración del CuSO<sub>4</sub> con respecto con el porcentaje de conversión de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> para una acidez de 14.6 (g/l)

No.	V soln (l)	C <sub>Fe</sub> (g/l)	t (min)	T °C	C <sub>CuSO<sub>4</sub></sub> (g/l)	X <sub>Se</sub> (%)
1	0.25	2	10	50	0	0.00
2	0.25	2	10	50	1	81.34
3	0.25	2	10	50	2	98.50
4	0.25	2	10	50	3	99.27
5	0.25	2	10	50	4	99.27
6	0.25	2	10	50	5	99.27

Tabla.9.4.4. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>  
Experimento 1.2. Variación de la concentración de CuSO<sub>4</sub>

### EXPERIMENTO 1.3 VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE FIERRO (Fe) METÁLICO

Como se observó en la experimentación anterior que aun aumentando 5 veces la concentración inicial de cobre agregado como sulfato de cobre no es removido totalmente el selenio, se propone variar la concentración de fierro, dando un tiempo de reacción de 10 minutos obteniendo los resultados que se muestran en las tablas 9.4.5 y 9.4.6.

Se observa que la reacción presenta una coloración amarillo tenue y el color va aumentando conforme pasa el tiempo hasta alcanzar una coloración naranja, el pH de la solución se mantiene constante incluso después de filtrada, continua con un valor de 1.5, la reacción se efectuó con agitación constante. se puede apreciar la formación de gas hidrógeno por la presencia de burbujas cerca de las virutas de fierro en solución ácida además de distinguirse un olor.

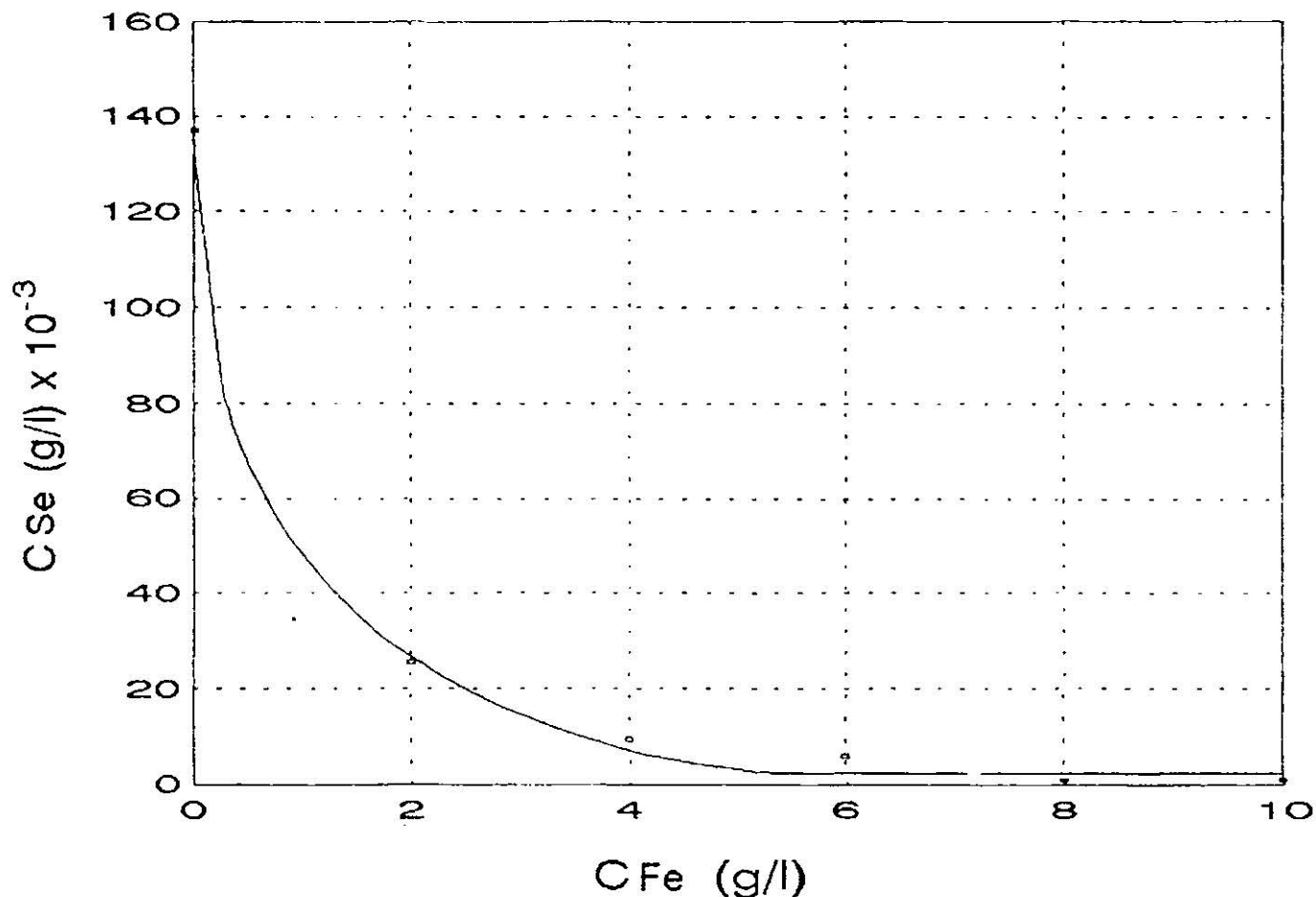
Después de cumplido el tiempo de reacción se filtro se separaron las virutas y las partículas amarillas que mantenían el ácido débil homogéneo debido a la agitación, el resultado es una solución de un color amarillo verdoso tenue. Se deja en observación 6 hrs.

Se forman dos fases, una pequeña cantidad de precipitado amarillo de sulfato de fierro que se elimina por sedimentación y una solución azul cristalina. La remoción que se tiene es buena, se disminuyó la concentración de selenio arriba de un 90% habiendo agregado el doble de la concentración inicial de fierro y sin aumentar la concentraciones de los iones cobre en la solución.

La relación de estos datos se puede apreciar en las gráficas 9.4.5 y 9.4.6,

# REMOCION DE SELENIO CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

C<sub>Fe</sub> (g/l) vs C<sub>Se</sub> (g/l)



Gráfica.9.4.5. Variación en la concentración del Fe con respecto con la concentración de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> para una acidez de 14.6 (g/l)

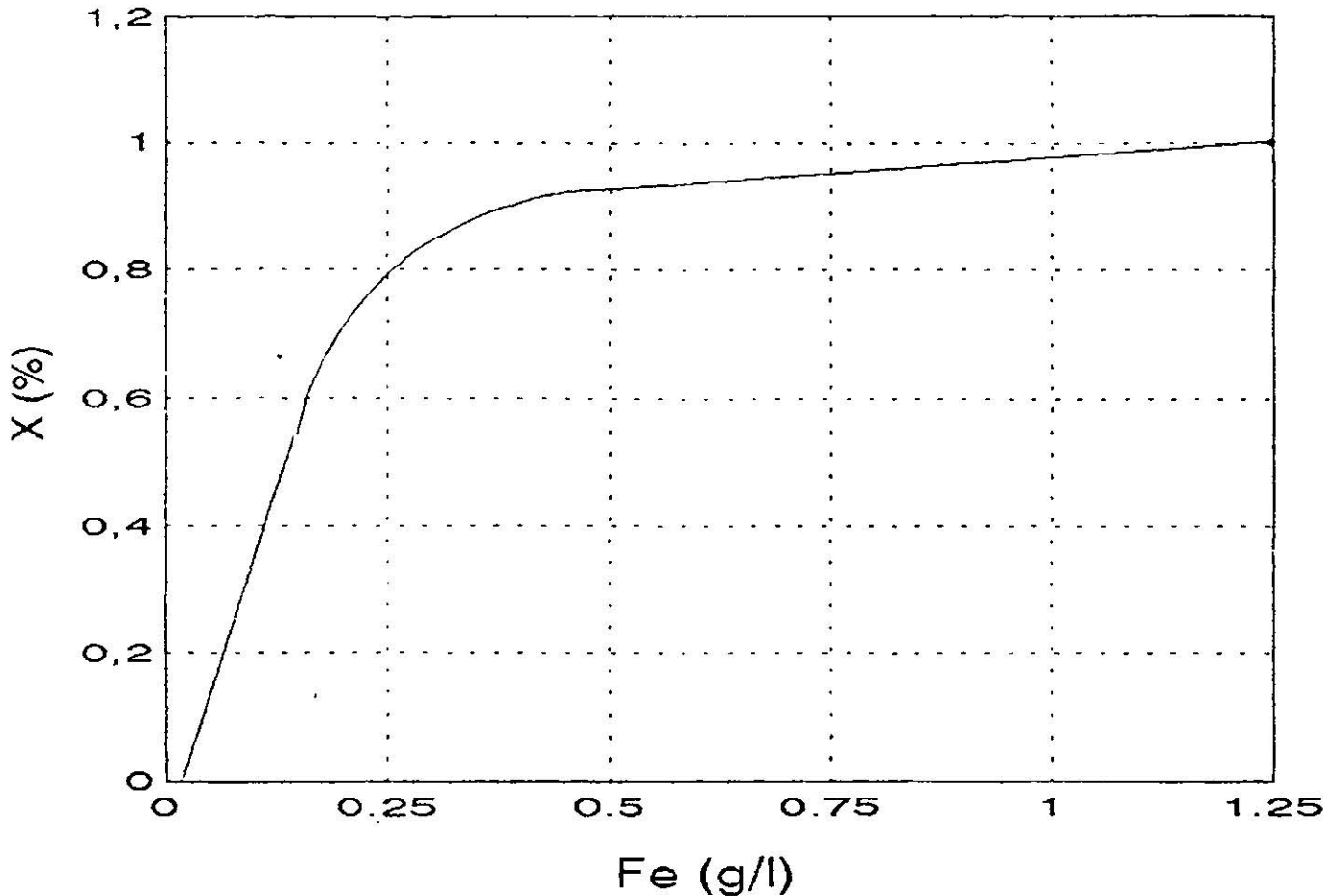
No.	V soln (l)	C CuSO <sub>4</sub> (g/l)	t (min)	T °C	C <sub>Fe</sub> (g/l)	C <sub>Se</sub> (g/l) x 10 <sup>-3</sup>
1	0.25	1	10	50	0	137.00
2	0.25	1	10	50	2	25.50
3	0.25	1	10	50	4	9.4
4	0.25	1	10	50	6	5.9
5	0.25	1	10	50	8	1.0
6	0.25	1	10	50	10	1.0

Tabla.9.4.5. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>  
Experimento 1.3. Variación de la concentración de Fe



# REMOCION DE SELENIO CON Fe-CuSO<sub>4</sub>

Fe (g/l) vs X<sub>Se</sub> (%)



Gráfica 9.4.6 Variación en la concentración del Fe con respecto con el porcentaje de conversión de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub> para una acidez de 14.6 g/l

No.	V soln (l)	CUSO <sub>4</sub> (g/l)	t (min)	T °C	Fe (g/l)	% X Se
1	0.25	0	10	50	0	0.00
2	0.25	2	10	50	1	81.29
3	0.25	4	10	50	2	93.14
4	0.25	6	10	50	3	95.69
5	0.25	8	10	50	4	99.27
6	0.25	10	10	50	5	99.27

Tabla 9.4.6 Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe-CuSO<sub>4</sub>  
Experimento II.3 Variación de la concentración de Fe

## 9.5 REMOCIÓN DE SELENIO CON Fe (METÁLICO)

### EXPERIMENTO 2.1 VARIACIÓN DEL TIEMPO DE REACCIÓN.

El objetivo principal es disminuir la cantidad de sólidos que se encuentran en la solución se propuso una prueba utilizando fierro solamente, aunque se sabe que la presencia del cobre acelera la reacción, la solución toma la coloración azul característica y este no es removido con la filtración ni por sedimentación, siendo recirculada al proceso y aumentando cada vez más su concentración. La siguiente prueba se dejó exenta de adición del sulfato de cobre.

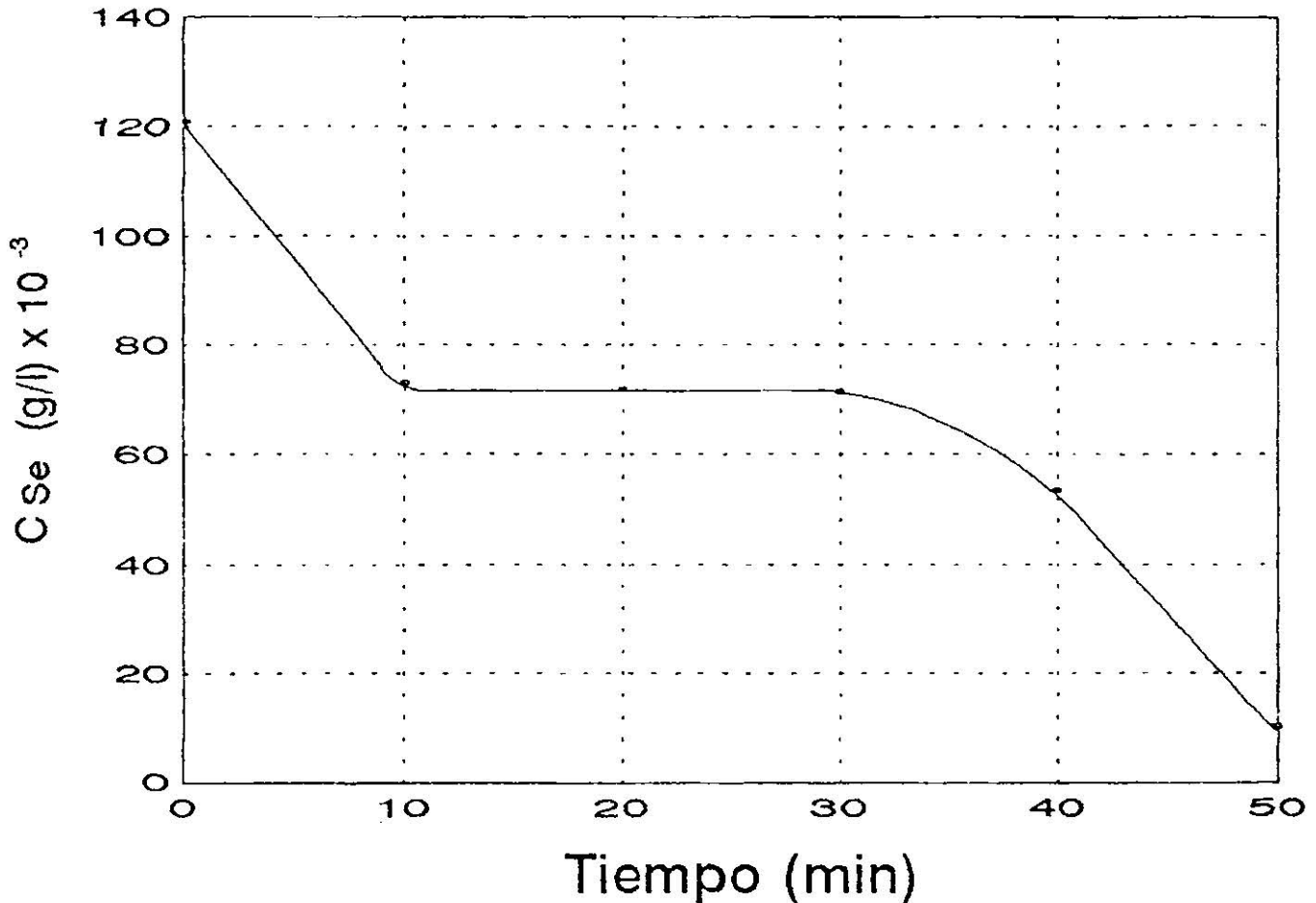
La reacción que se presenta al agregar el fierro a la solución que se calentó hasta la temperatura de 50 ° C avanza lentamente, se puede afirmar que hay un cambio en la coloración de la solución además de que presenta el burbujeo ya indicado en la reacción anterior y la presencia de olor picoso también es detectado.

Los resultados obtenidos en esta prueba se muestran en las tablas 9.5.1 y 9.5.2 presentan un comportamiento diferente a los obtenidos anteriormente pues se observa este comportamiento en las gráficas 9.5.1. y 9.5.2.

La solución que resulta después de la filtración tiene una leve coloración amarilla, y se observó que después de darle reposo, la coloración amarilla se encuentra como precipitado, quedando la solución totalmente cristalina. Se observó además que el pH de la solución no cambia, antes y después de la reacción es de 1.5 medido con el papel indicador.

# REMOCION DE SELENIO CON Fe

Tiempo (min) vs  $C_{Se}$  (g/l)



Gráfica.9.5.1. Variación en la concentración del Se con respecto al tiempo de reacción para la remoción de selenio con Fe.

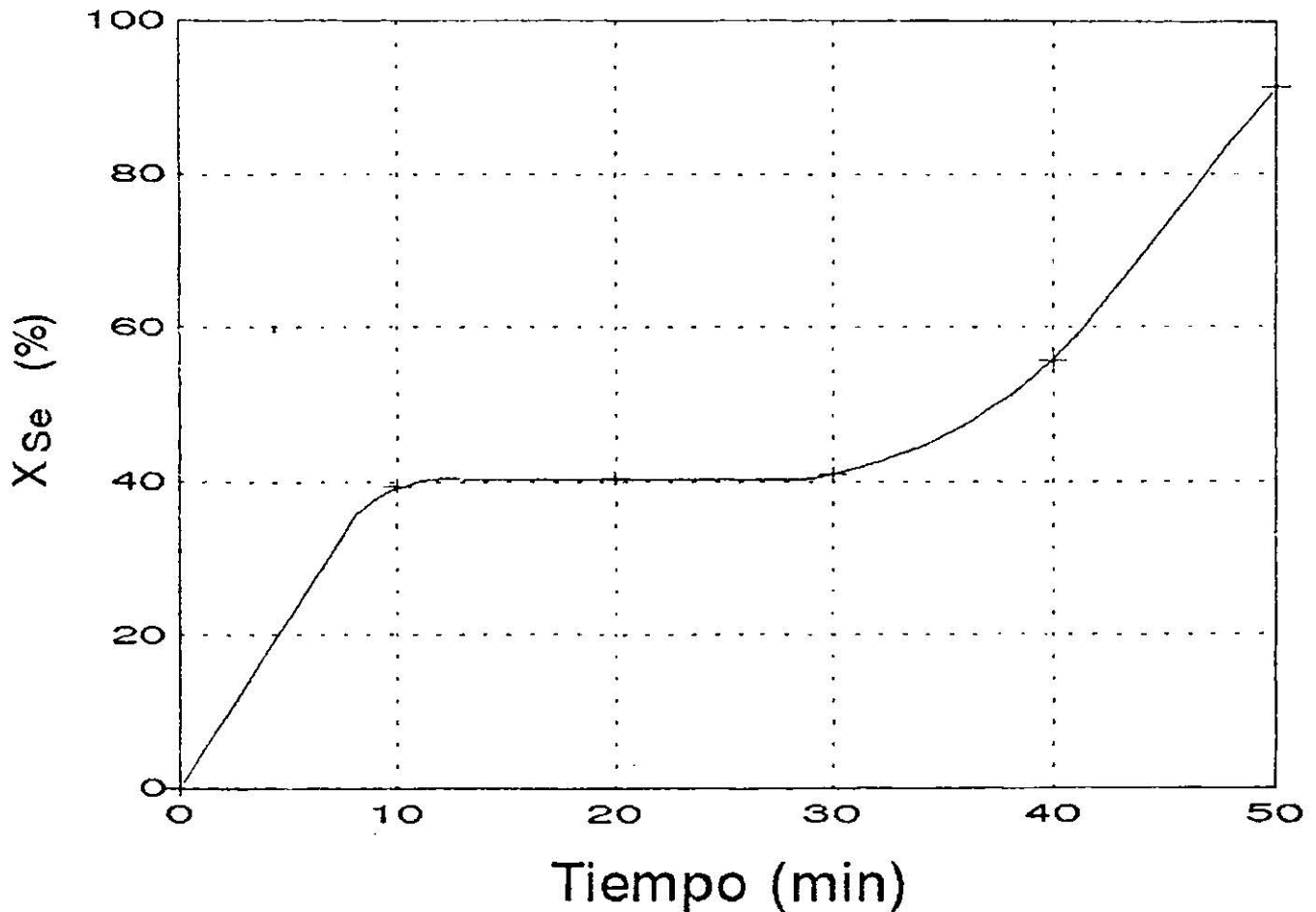
No.	V soln (l)	$C_{Fe}$ (g/l)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	t (min)	$C_{Se}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	2	17.05	50	00	121.00
2	0.25	2	17.05	50	10	73.2
3	0.25	2	17.05	50	20	72.1
4	0.25	2	17.05	50	30	71.5
5	0.25	2	17.05	50	40	53.6
6	0.25	2	17.05	50	50	10.4

Tabla.9.5.1. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe

Experimento 2.1. Variación del tiempo de reacción.

# REMOCIÓN DE SELENIO CON Fe

Tiempo (min) vs  $X_{Se}$  (%)



Gráfica.9.5.2. Variación del porcentaje de conversión del Se con respecto al tiempo de reacción.

No.	$V$ soln (l)	$C_{Fe}$ (g/l)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	t (min)	$X_{Se}$ (%)
1	0.25	2	17.05	50	00	00.00
2	0.25	2	17.05	50	10	39.50
3	0.25	2	17.05	50	20	40.41
4	0.25	2	17.05	50	30	40.90
5	0.25	2	17.05	50	40	55.70
6	0.25	2	17.05	50	50	91.44

Tabla.9.5.2. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe  
Experimento 2.1 Variación del tiempo de reacción.

## EXPERIMENTO 2.2 VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE Fe (METÁLICO)

Para observar como afecta la modificación de la concentración del fierro dando un tiempo de reacción constante en la remoción del selenio se hizo la siguiente prueba en donde se le dio un período de 10 minutos de reacción.

Aumentando el doble de la concentración de fierro con referencia a la prueba anterior , y se aprecia en las tablas 9.5.3. y 9.5.4 la concentración del selenio renuente así como la conversión o el porciento de selenio que es removido.

Las gráficas 9.5.3. y 9.5.4. muestran la rápida disminución en la concentración del selenio, teniendo como conversión arriba del 90% del selenio removido, y este comportamiento es favorecido aún de aumentar la concentración del fierro. La reacción se ve favorecida por el aumento en la concentración del fierro.

Al filtrar las muestras se observó que la turbidez aumentaba conforme la concentración del fierro adicionado disminuía, presentando mas sólidos en solución. De la filtración se forma una torta de sulfato de fierro que favorece la filtración al selenio que precipita por la reducción del dióxido de azufre  $SO_2$ .

A la solución filtrada se le dio un tiempo de reposo en donde el resultado es una solución cristalina que presenta precipitado amarillos en concentraciones inversas a la del reactivo utilizado, a mayor reactivo menor precipitado. Al igual que en los casos anteriores la turbidez amarilla y la formación de precipitado es producción del sulfato de fierro  $FeSO_4$ .

Lo que también es muy apreciable es que al aumentar la concentración de este reactivo el burbujeo o la formación de hidrógeno aumenta.

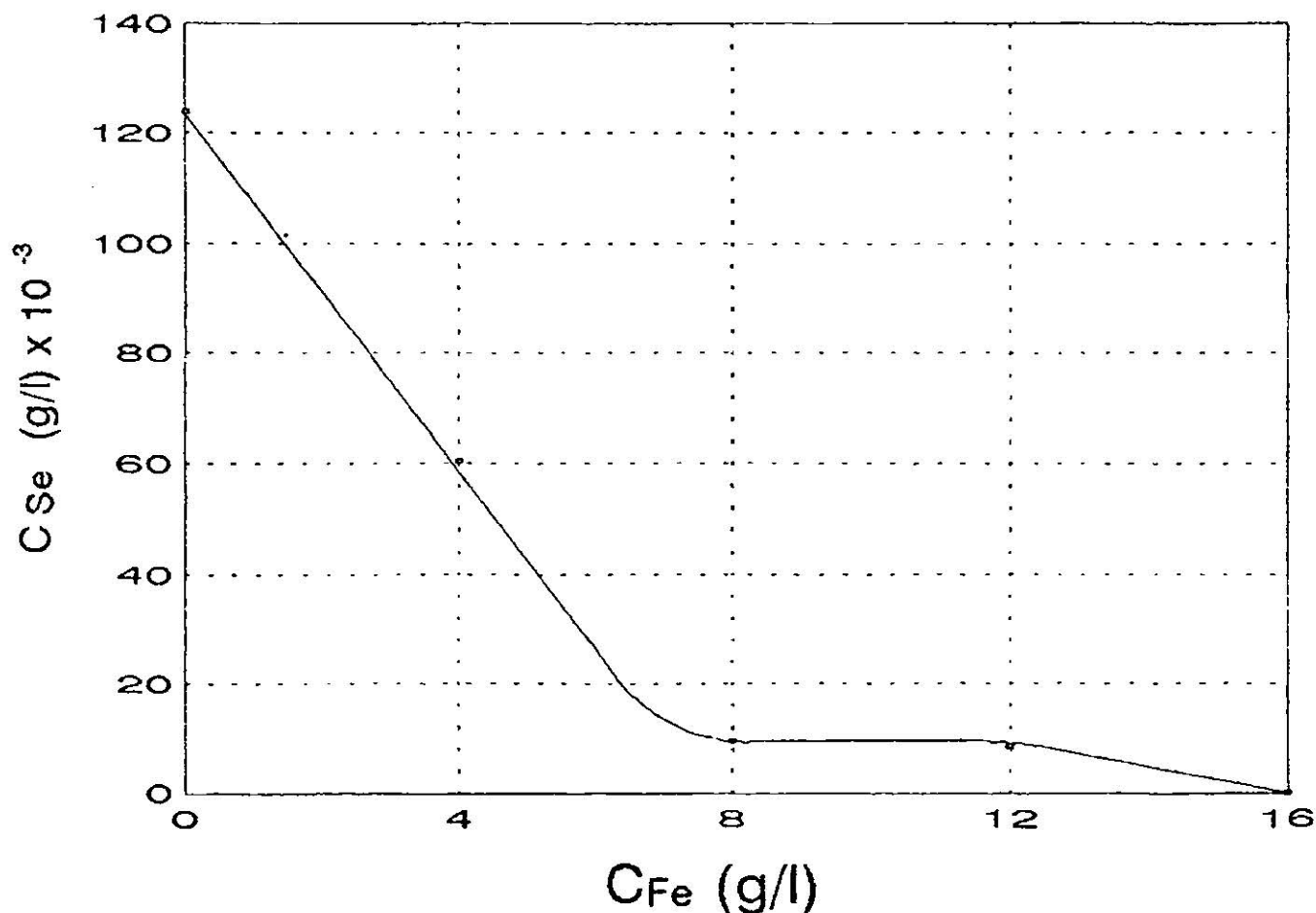
Al iniciar la reacción se midió el pH y se observó que este se mantuvo constante pues al término del tiempo indicado este continúa siendo de 1.5.

Cuando se compararon muestras de ácido débil filtrado después de la reacción se observó, al cabo de un lapso de reposo, que la turbidez es mayor en la muestra que tubo un tratamiento con una cantidad menor de fierro.

# REMOCION DE SELENIO

## CON Fe

$C_{Fe}$  (g/l) vs  $C_{Se}$  (g/l)



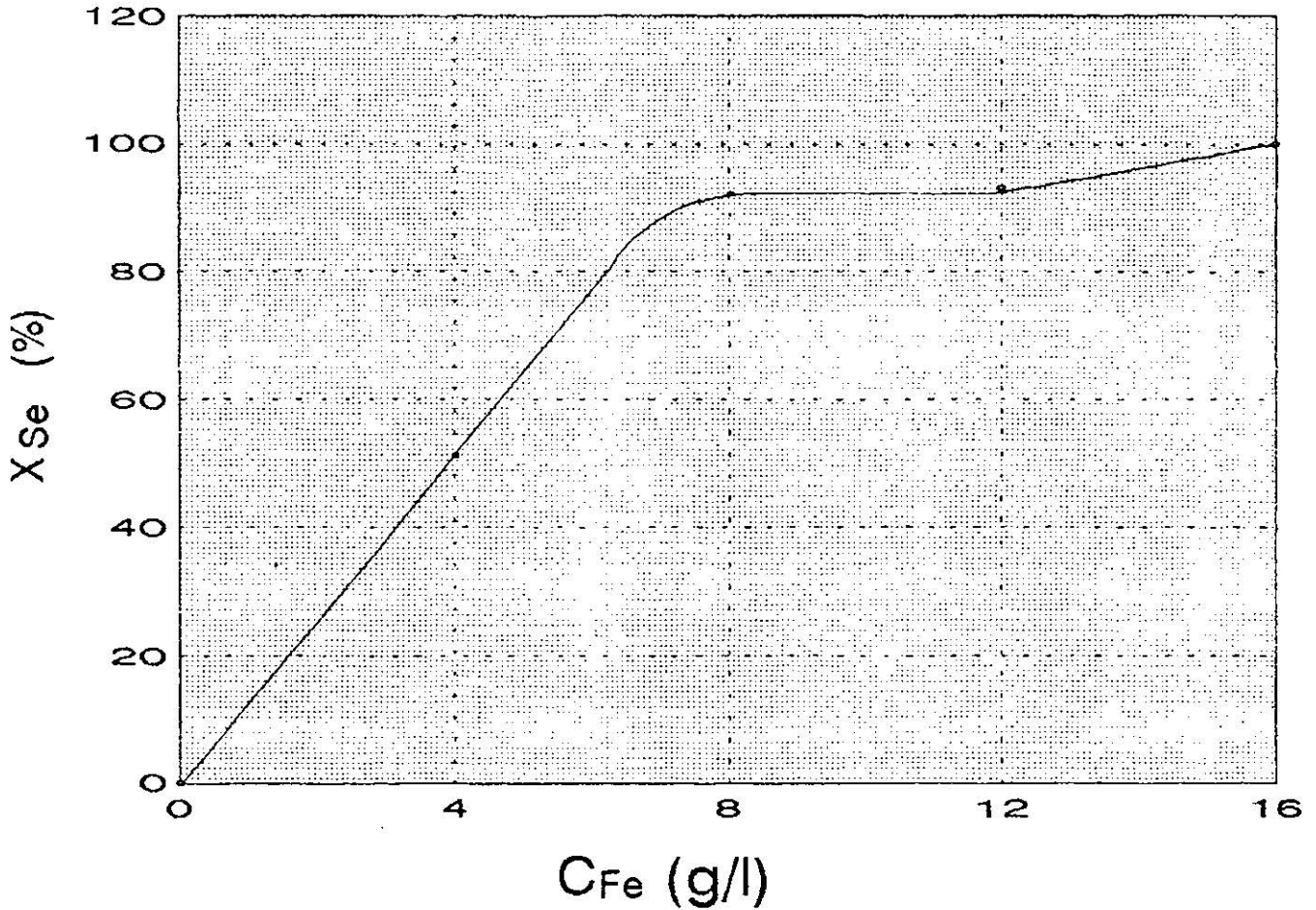
Gráfica.9.5.3. Variación en la concentración del Se con respecto a la concentración de Fe.

No.	V soln (l)	t (min)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	$C_{Fe}$ (g/l)	$C_{Se}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	10	18.73	50	0	124.0
2	0.25	10	18.73	50	4	60.4
3	0.25	10	18.73	50	8	9.6
4	0.25	10	18.73	50	12	8.5
5	0.25	10	18.73	50	16	0.0

Tabla 9.5.3. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe  
Experimento 2.2. Variación de la concentración de Fe.

# REMOCION DE SELENIO CON Fe

$C_{Fe}$  (g/l) vs  $X_{Se}$  (%)



Gráfica.9.5.4. Variación del porcentaje de conversión del Se con respecto a la concentración de Fe.

No.	V soln (l)	t (min)	H <sup>+</sup> (g/l)	T °C	C <sub>Fe</sub> (g/l)	X <sub>Se</sub> (%)
1	0.25	10	18.73	50	0	0.00
2	0.25	10	18.73	50	4	51.29
3	0.25	10	18.73	50	8	92.26
4	0.25	10	18.73	50	12	93.15
5	0.25	10	18.73	50	16	100.00

Tabla.9.5.4. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con Fe  
Experimento 2.2. Variación de la concentración de Fe.

## 9.6 REMOCIÓN DE SELENIO CON COMPLEX 920 (DIMETIL DITIOCARBAMATO)

### EXPERIMENTO 3.1 VARIACIÓN DEL TIEMPO DE REACCIÓN

Teniendo como referencia la utilización de sulfuros para la remoción de metales que existe como contaminantes en medios ácidos, se experimento con un compuesto llamado complex 920 que es un líquido turbio blanco, manejándolo para la reacción a temperatura ambiente, las pruebas iniciales para la variación de tiempo se hicieron en un periodo de 10 minutos en donde el volumen del complex no se varió y se utilizó un mililitro por litro de ácido débil, reaccionando rápidamente, al entrar en contacto con la solución observando el cambio de coloración de rozada a rojo-café turbia.

La formación de ácido sulfhídrico se detecta por la presencia de un olor desagradable y este aumenta conforme el tiempo de reacción.

Al finalizar la agitación para proceder a filtrar se observa la separación de fase quedando en la parte superior de la solución una especie de espuma café - roja y el resto tiene una coloración amarillo y es transparente. Los resultados obtenidos se pueden comparar en las gráficas y tablas 9.6.1 y 9.6.2. El pH de la solución es de 1.5 antes y después de la reacción.

La solución filtrada presenta una coloración amarillo tenue.

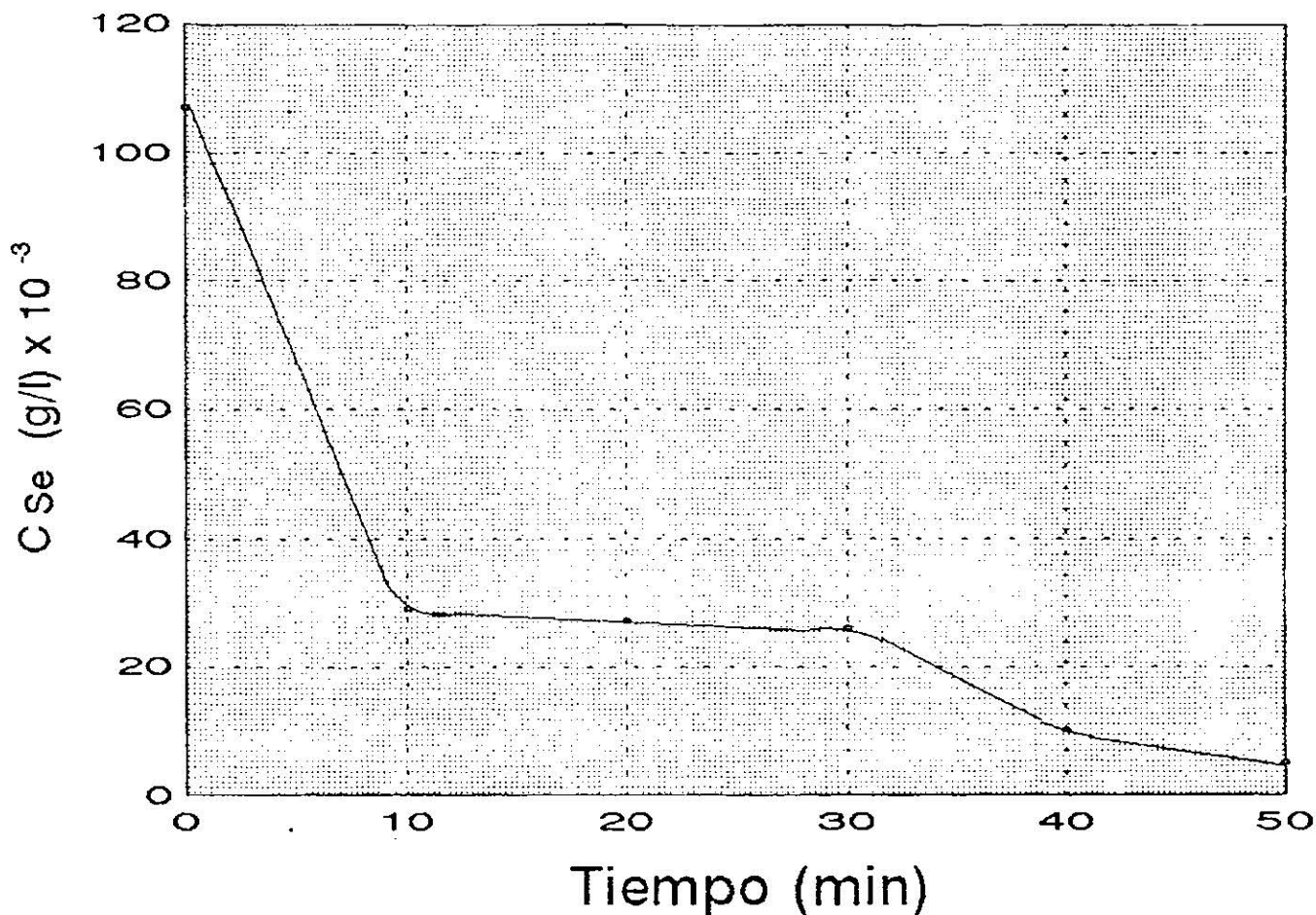
Después de un tiempo de reposo la solución indica la formación de pequeñas cantidades de precipitados color café - rojizos y la solución continua con su coloración amarillo tenue.

Para este caso se tiene grandes tiempos de reacción y el selenio no es removido totalmente.



# REMOCION DE SELENIO CON COMPLEX 920

Tiempo (min) vs  $C_{Se}$  (g/l)



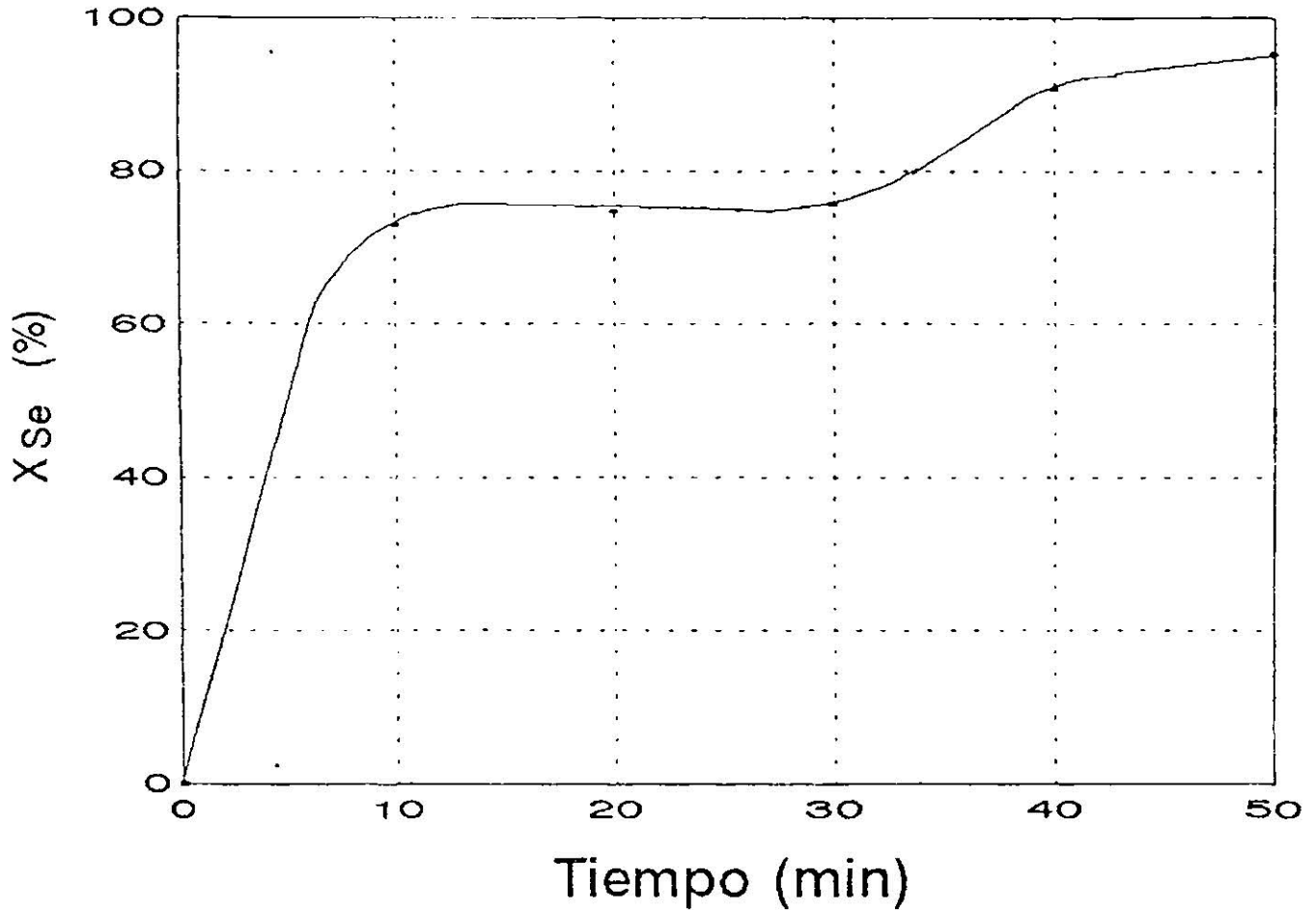
Gráfica.9.6.1. Variación en la concentración del Se con respecto al tiempo de reacción para la remoción de selenio con COMPLEX 920

No.	V soln (l)	V <sub>COMPLEX</sub> (l)	H <sup>+</sup> (g/l)	T °C	t (min)	$C_{Se}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	0.001	22.75	50	0	107
2	0.25	0.001	22.75	50	10	29
3	0.25	0.001	22.75	50	20	27
4	0.25	0.001	22.75	50	30	26
5	0.25	0.001	22.75	50	40	10
6	0.25	0.001	22.75	50	50	5

Tabla. 9.6.1. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con COMPLEX 920  
Experimento 3.1. Variación del tiempo de reacción.

# REMOCION DE SELENIO CON COMPLEX 920

Tiempo (min) vs  $X_{Se}$  (%)



Gráfica.9.6.2 Variación del porcentaje de conversión del Se con respecto al tiempo de reacción.

No.	V soln (l)	V <sub>COMPLEX</sub> (l)	H <sup>+</sup> (g/l)	T °C	t (min)	$X_{Se}$ (%)
1	0.25	0.001	22.75	50	0	0
2	0.25	0.001	22.75	50	10	72.89
3	0.25	0.001	22.75	50	20	74.77
4	0.25	0.001	22.75	50	30	75.70
5	0.25	0.001	22.75	50	40	90.65
6	0.25	0.001	22.75	50	50	95.33

Tabla.9.6.2 Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con COMPLEX 920  
Experimento 3.1 Variación del tiempo de reacción.

### EXPERIMENTO 3.2 VARIACIÓN DEL VOLUMEN DE COMPLEX 920

Al alimentar el reactivo e iniciar la reacción se observa un cambio de coloración en cuanto entran en contacto ambos, esta coloración café-rojo, se va intensificando en cuanto la concentración de Complex aumenta en la solución ácida.

El pH de la solución se mantiene constante 1.5 al inicio y al final del procedimiento.

Aunque la disminución en la concentración de selenio es buena, con una concentración moderada del reactivo, se tiene una alta producción de ácido sulfhídrico. En las tablas 9.6.3 y 9.6.4. se pueden apreciar los resultados obtenidos durante esta experimentación así como el resultado del cálculo de las conversiones para cada caso.

Las diagramas muestran una disminución rápida de concentración, que después continúa con un comportamiento casi constante. Ver gráficas 9.6.3 y 9.6.4.

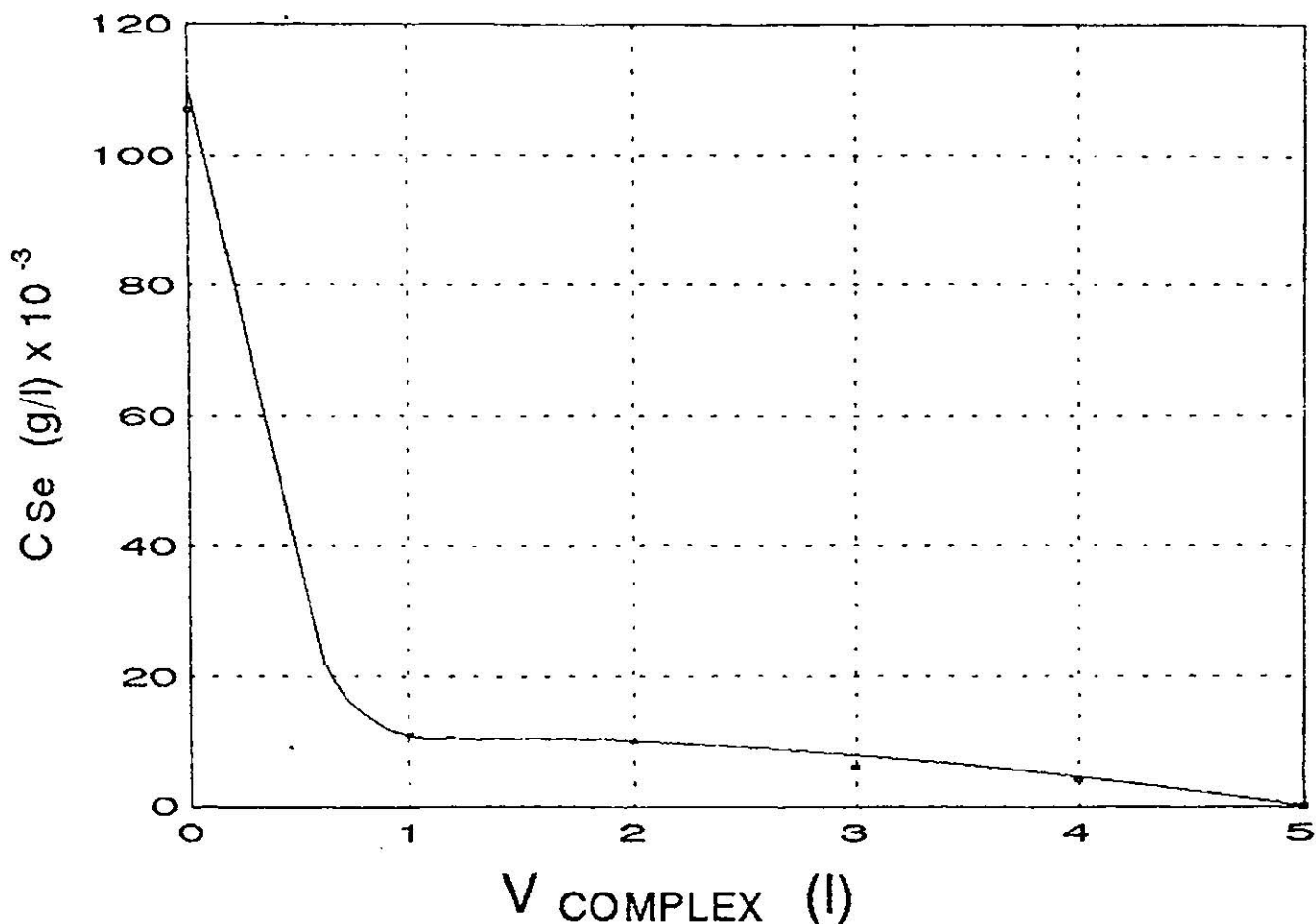
Para un tiempo de reacción de 10 minutos y después de muestrearse para la agitación y se presentan las dos fases ya mencionadas y observadas en el experimento anterior.

Las muestras presentan una solución transparente de tono amarilla que aumenta conforme aumenta en la muestra la cantidad de complex utilizado. Se dejan en reposo para observación. Al cabo de este tiempo las muestras precipita de mayor a menor de acuerdo con la concentración de Complex que tenía cada muestra.

El color del precipitado tiene tonos naranjas, y rojos, indicando que el selenio que no es removido continúa con su ciclo de precipitación y disolución por reducción en presencia de  $\text{SO}_2$  absorbido en el ácido débil utilizado.

# REMOCION DE SELENIO CON COMPLEX 920

## $V_{\text{COMPLEX}}$ (l) vs $C_{\text{Se}}$ (g/l)



Gráfica.9.6.3. Variación en la concentración del Se con respecto a la concentración de COMPLEX

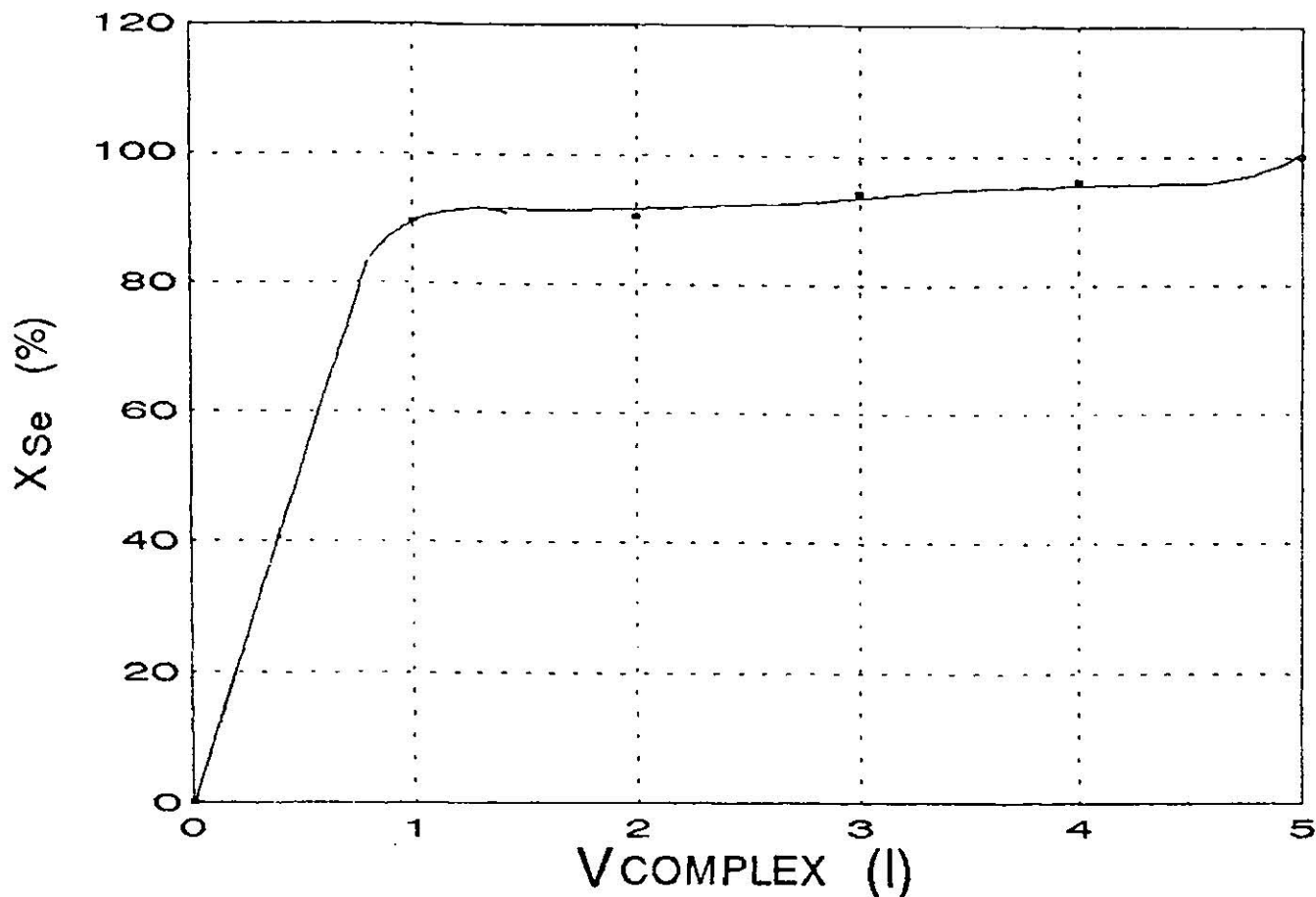
No.	V soln (l)	t (min)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	$V_{\text{COMPLEX}}(l)$	$C_{\text{Se}}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	10	14.84	50	0	107
2	0.25	10	14.84	50	1	11
3	0.25	10	14.84	50	2	10
4	0.25	10	14.84	50	3	6
5	0.25	10	14.84	50	4	4
6	0.25	10	14.84	50	5	0

Tabla.9.6.3. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con COMPLEX

Experimento 3.2. Variación de la concentración de COMPLEX

# REMOCION DE SELENIO CON COMPLEX 920

## $V_{\text{COMPLEX}} \text{ (l)}$ vs $X_{\text{Se}} \text{ (%)}$



Gráfica.9.6.4. Variación del porción de conversión del Se con respecto al volumen de COMPLEX empleado.

No.	$V \text{ soln (l)}$	$t \text{ (min)}$	$H^+ \text{ (g/l)}$	$T \text{ }^\circ\text{C}$	$V_{\text{COMPLEX}} \text{ (l)}$	$X_{\text{Se}} \text{ (%)}$
1	0.25	10	14.84	50	0	0.00
2	0.25	10	14.84	50	1	89.72
3	0.25	10	14.84	50	2	90.65
4	0.25	10	14.84	50	3	94.39
5	0.25	10	14.84	50	4	96.26
6	0.25	10	14.84	50	5	100.00

Tabla.9.6.4. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con COMPLEX 920  
Experimento 3.2 Variación del volumen de COMPLEX

## 9.7 REMOCIÓN DE SELENIO CON Na<sub>2</sub>S (SULFURO DE SODIO)

### EXPERIMENTO 4.1 VARIACIÓN DEL TIEMPO DE REACCIÓN.

La reacción que presenta la solución de sulfuro de sodio al ponerse en contacto con la solución ácida es inmediata, observando existe un cambio de color de rosa cristalino a amarillo además de mostrar apariencia turbia, y se percibe la presencia del ácido sulfhídrico por su olor picante característico.

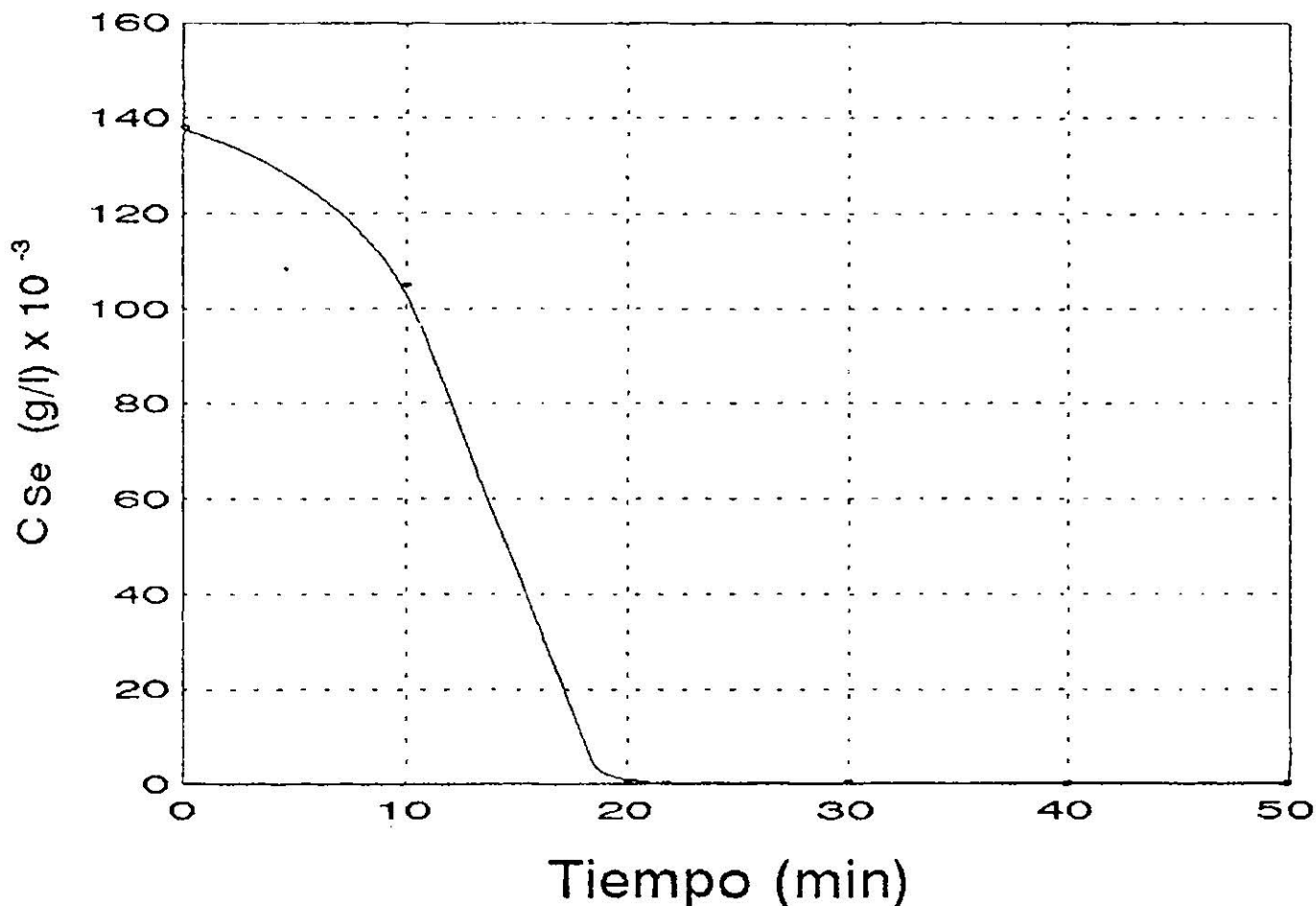
No se registran cambios de pH se mantiene durante toda la reacción en 1.5. La turbidez de la solución aumenta conforme aumenta el tiempo de reacción.

La solución filtrada presenta una leve coloración amarilla pero es transparente, y después de dejar 6 hrs en observación la solución se presenta con una formación de precipitado amarillo. Este procedimiento muestra gran eficiencia pues como se observa en la gráfica para el tiempo de 20 minutos la concentración en selenio disminuye casi por completo gráfica 9.7.1.

Así como también puede observarse un porcentaje de conversión muy bueno habiendo removido el selenio casi en su totalidad ver Gráfica 9.7.2.. En las tablas 9.7.1 y 9.7.2 se pueden comparar las condiciones de prueba.

# REMOCION DE SELENIO CON $\text{Na}_2\text{S}$

Tiempo (min) vs  $C_{\text{Se}}$  (g/l)



Gráfica.9.7.1 Variación en la concentración del Se con respecto al tiempo de reacción en la remoción de selenio con  $\text{Na}_2\text{S}$

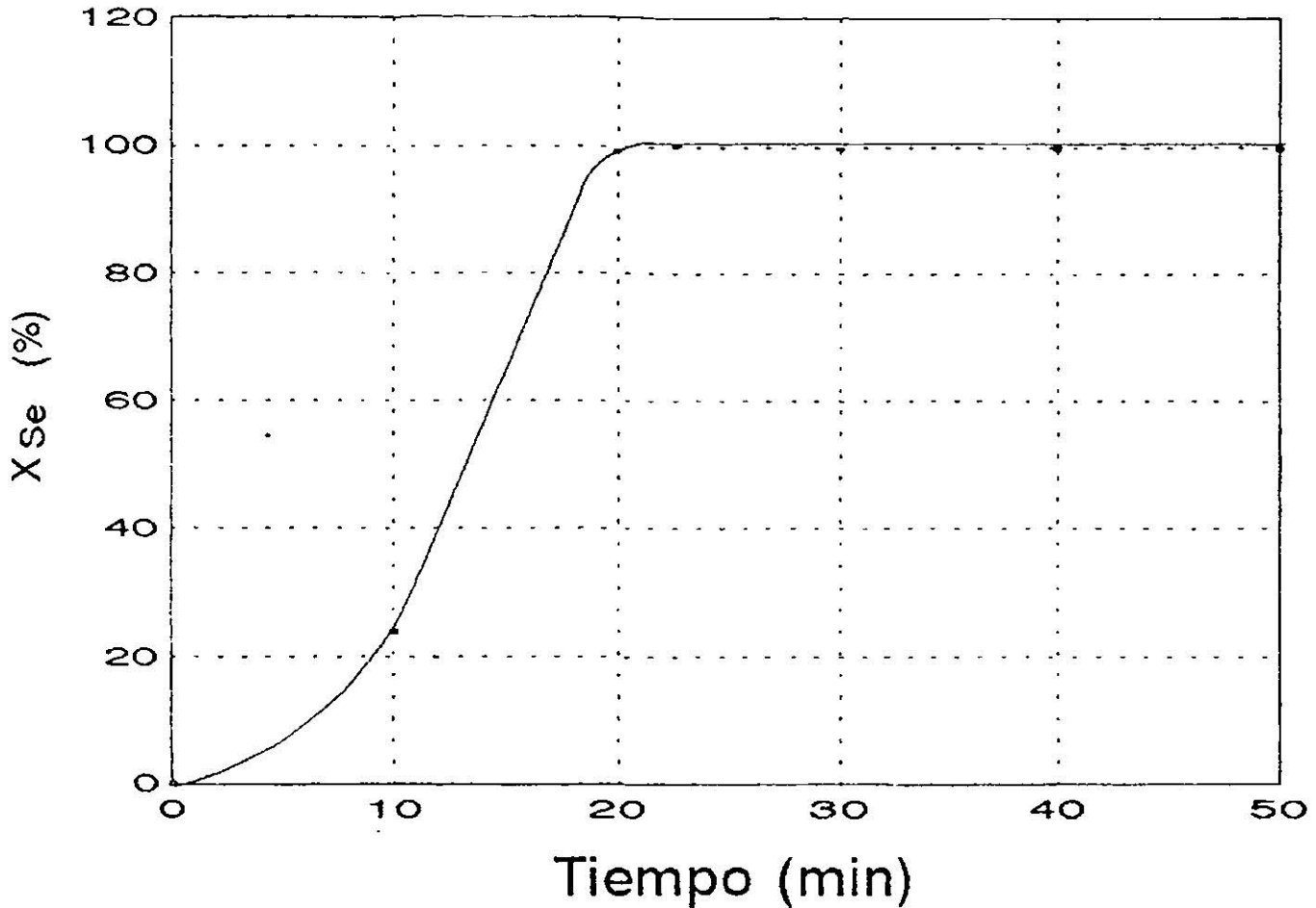
No.	V soln (l)	$C_{\text{Na}_2\text{S}}$ (g/l)	$\text{H}^+$ (g/l)	$T^\circ\text{C}$	t (min)	$C_{\text{Se}}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	0.532	12.29	50	0	138
2	0.25	0.532	12.29	50	10	105
3	0.25	0.532	12.29	50	20	0.9
4	0.25	0.532	12.29	50	30	0.4
5	0.25	0.532	12.29	50	40	0.2
6	0.25	0.532	12.29	50	50	0.2

Tabla. 9.7.1. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $\text{Na}_2\text{S}$

Experimento 4.1. Variación del tiempo de reacción

# REMOCION DE SELENIO CON $\text{Na}_2\text{S}$

Tiempo (min) vs  $X_{\text{Se}}$  (%)



Gráfica.9.7.2. Variación del por ciento de conversión del Se con respecto al tiempo de reacción.

No.	V soln (l)	$C_{\text{Na}_2\text{S}}$ (g/l)	$\text{H}^+$ (g/l)	$T^\circ\text{C}$	t (min)	$X_{\text{Se}}$ (%)
1	0.25	0.532	12.29	50	0	0.00
2	0.25	0.532	12.29	50	10	23.91
3	0.25	0.532	12.29	50	20	99.35
4	0.25	0.532	12.29	50	30	99.71
5	0.25	0.532	12.29	50	40	99.86
6	0.25	0.532	12.29	50	50	99.86

Tabla 9.7.2. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $\text{Na}_2\text{S}$   
Experimento 4.1 Variación del tiempo de reacción.



#### EXPERIMENTO 4.2 VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN $\text{Na}_2\text{S}$ (SULFURO DE SODIO)

Variando la concentración se observa en la gráfica 9.7.3 para concentraciones bajas de solución de  $\text{Na}_2\text{S}$  la concentración disminuye a la mitad y cuando la concentración es aumentada al doble la remoción es casi total obteniendo arriba del 90 % de conversión gráfica 9.7.4.

Las condiciones y resultados obtenidos durante esta experimentación se pueden apreciar y comparar en las tablas 9.7.3 y 9.7.4.

Al procedimiento anterior se le dio un tratamiento al ácido débil con 0.5 g. de sulfuro de sodio por litro de ácido débil pero con tiempos de reacción grandes. En este caso se trata de encontrar una concentración de reactivo que remueva en su totalidad al selenio que se contiene en solución.

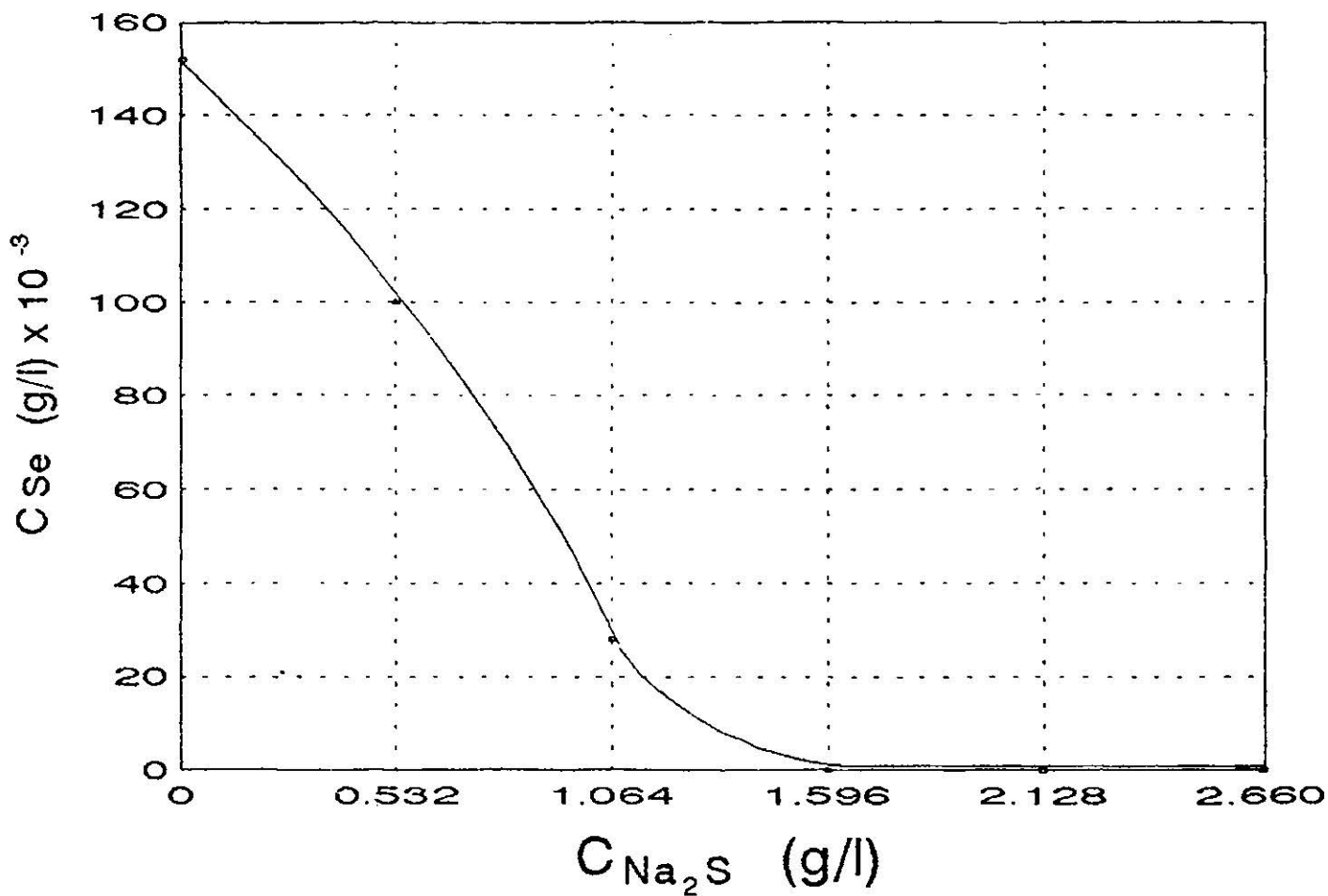
En la tabla 9.7.3 se presentan las condiciones para este experimento y los resultados obtenidos como  $C_{se}$  en solución este comportamiento se compara en la gráfica 9.7.3.

La gráfica 9.7.4. muestra el porcentaje de remoción para cada caso así como los valores correspondientes en estas condiciones.

La apariencia del ácido antes del tratamiento es rosa y después de este y de la filtración es de un amarillo que va aumentando conforme aumenta en cada muestra la cantidad de solución de sulfuro de sodio empleado, después de un tiempo de reposo las muestras presentan la apariencia descrita anteriormente solo que además con un poco de precipitado.

# REMOCION DE SELENIO CON $\text{Na}_2\text{S}$

$C_{\text{Na}_2\text{S}}$  (g/l) vs  $C_{\text{Se}}$  (g/l)



Gráfica.9.7.3. Variación en la concentración del Se con respecto a la concentración de  $\text{Na}_2\text{S}$ .

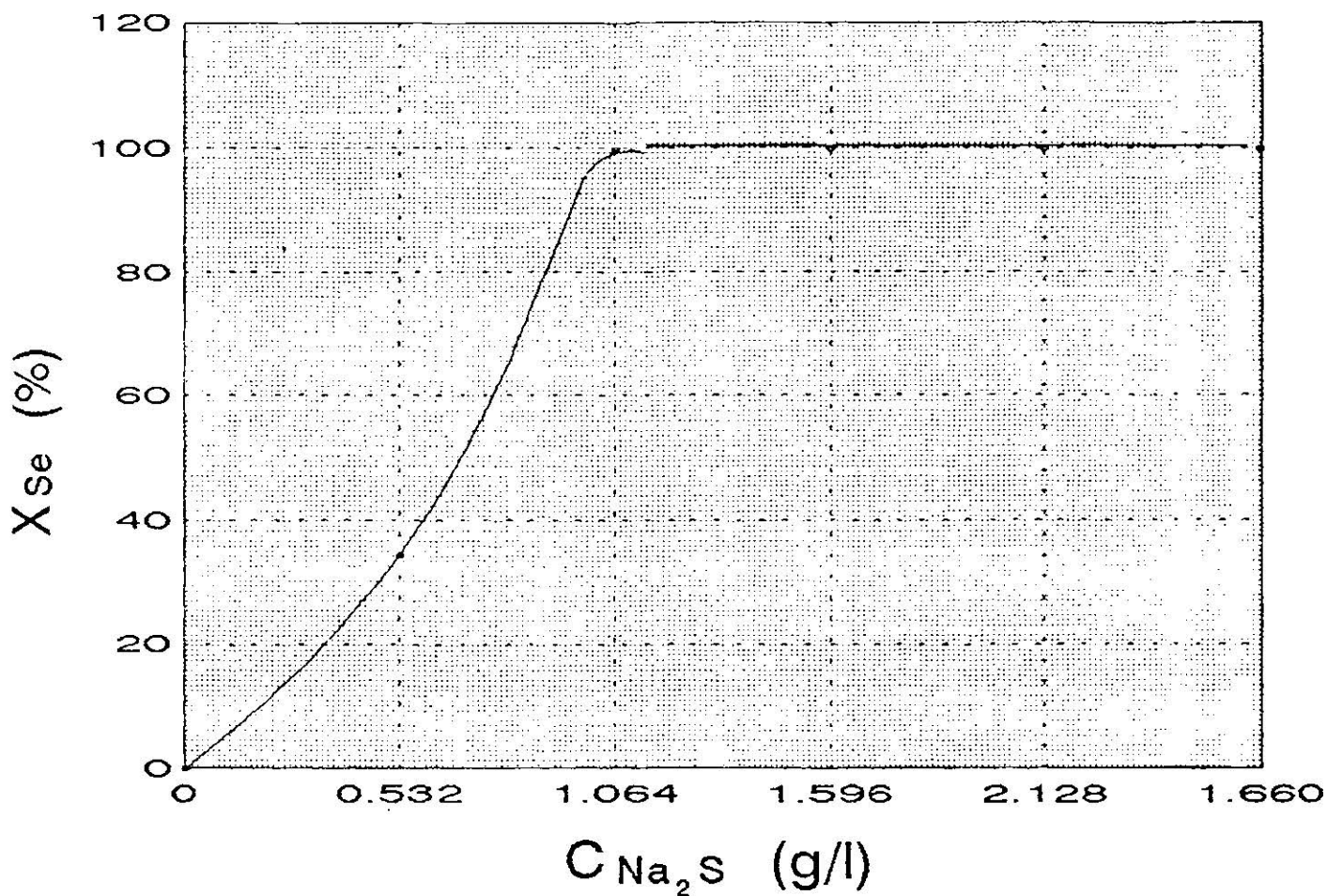
No.	V soln (l)	t (min)	$\text{H}^+$ (g/l)	$T^\circ\text{C}$	$C_{\text{Na}_2\text{S}}$ (g/l)	$C_{\text{Se}}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	10	15.08	50	0.000	152.00
2	0.25	10	15.08	50	0.532	99.91
3	0.25	10	15.08	50	1.064	00.28
4	0.25	10	15.08	50	1.596	00.04
5	0.25	10	15.08	50	2.128	00.02
6	0.25	10	15.08	50	2.660	00.02

Tabla 9.7.3. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $\text{Na}_2\text{S}$   
Experimento 4.2. Variación de la concentración de  $\text{Na}_2\text{S}$ .

# REMOCION DE SELENIO

## CON $\text{Na}_2\text{S}$

$C_{\text{Na}_2\text{S}}$  (g/l) vs  $X_{\text{Se}}$  (%)



Gráfica.9.7.4. Variación del por ciento de conversión del Se con respecto a la concentración de  $\text{Na}_2\text{S}$ .

No.	V soln (l)	t (min)	$\text{H}^+$ (g/l)	$T^\circ\text{C}$	$C_{\text{Na}_2\text{S}}$ (g/l)	X (%)
1	0.25	10	15.08	50	0.000	0.00
2	0.25	10	15.08	50	0.532	34.27
3	0.25	10	15.08	50	1.064	99.81
4	0.25	10	15.08	50	1.596	99.97
5	0.25	10	15.08	50	2.128	99.98
6	0.25	10	15.08	50	2.660	100.00

Tabla.9.7.4. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $\text{Na}_2\text{S}$   
Experimento 4.2. Variación de la concentración de  $\text{Na}_2\text{S}$ .

## 9.8 REMOCIÓN DE SELENIO CON $N_2H_4$ (HIDRATO DE HIDRACINA)

### EXPERIMENTACIÓN 5.1. VARIACIÓN DEL TIEMPO DE REACCIÓN

Sabiendo que este reactivo es peligroso y cancerígeno he ignorando el tipo de reacción que puede tener con el ácido débil, se experimentando con un volumen muy pequeño a una temperatura ambiente, los resultados obtenidos fueron los siguientes:

No	VSoln (l)	VN <sub>2</sub> H <sub>4</sub> (l)	t (min)	C <sub>Se</sub> (g/l) x 10 <sup>-3</sup>	X <sub>se</sub> (%)
1	0.25	0.001	10	80	5.88
2	0.25	0.002	10	79	7.05
3	0.25	0.003	10	78	8.23

$$C_{se}^{\circ} = 85 \times 10^{-3} \text{ (g/l)}$$

En la tabla anterior se puede observar como la remoción con este reactivo es muy baja.

### EXPERIMENTO 5.2 VARIACIÓN DEL TIEMPO DE REACCIÓN

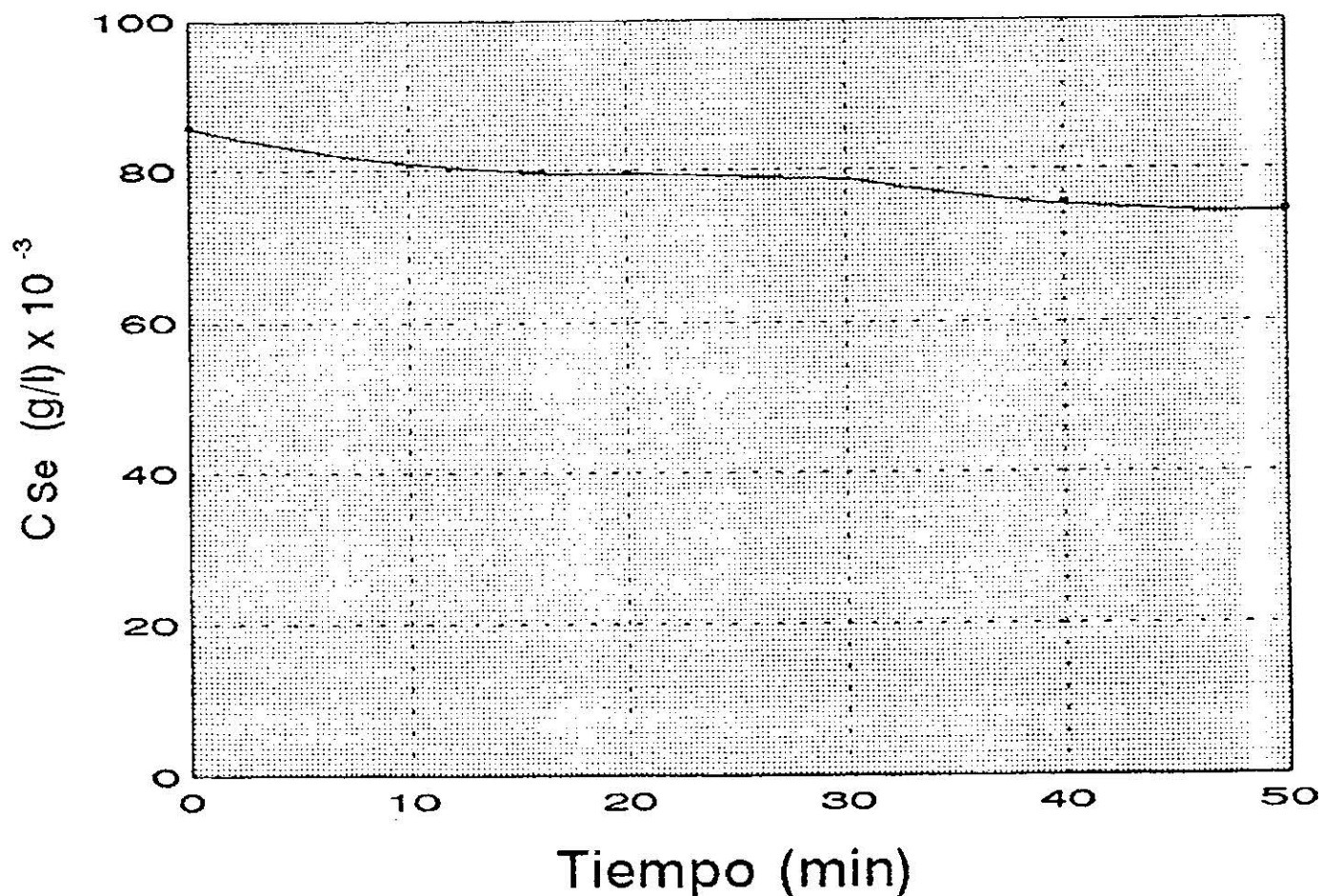
De la misma forma se procedió a trabajar pero para una temperatura de 50 ° C para variación en el tiempo de reacción los resultados obtenidos se dan en las tablas 9.8.1. y 9.8.2.

Las gráficas muestran como el selenio no es removido, la concentración de este elemento no disminuye. Y el porcentaje de conversión es mucho menor del 50 %. gráficas 9.8.1 y 9.8.2.

# REMOCION DE SELENIO

CON  $N_2H_4$

Tiempo (min) vs  $C_{Se}$  (g/l)



Gráfica.9.8.1. Variación en la concentración del Se con respecto al tiempo de reacción en la remoción de selenio con  $N_2H_4$

No.	V soln (l)	$V_{N_2H_4}$ (l)	$H^+$ (g/l)	$T^\circ C$	t (min)	$C_{Se}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	0.001	15.08	50	0	85.7
2	0.25	0.001	15.08	50	10	80.7
3	0.25	0.001	15.08	50	20	79.7
4	0.25	0.001	15.08	50	30	78.7
5	0.25	0.001	15.08	50	40	75.7
6	0.25	0.001	15.08	50	50	74.6

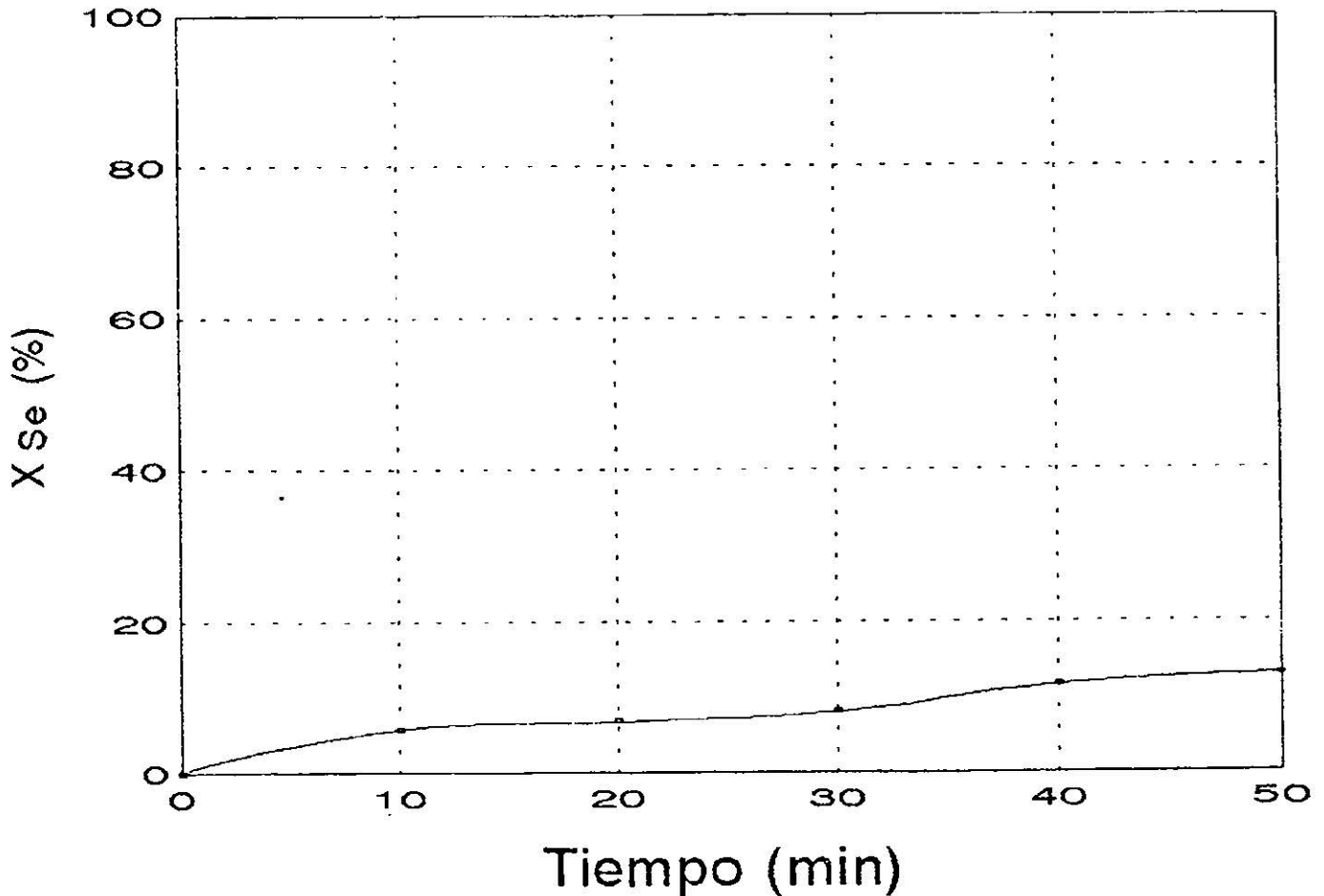
Tabla.9.8.1. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $N_2H_4$

Experimento 5.1. Variación del tiempo de reacción

# REMOCION DE SELENIO

## CON $N_2H_4$

Tiempo (min) vs  $X_{Se}$  (%)



Gráfica.9.8.2. Variación del porcentaje de conversión del Se con respecto al tiempo de reacción en la remoción de selenio con  $N_2H_4$

No.	V soln (l)	$V_{N_2H_4}$ (l)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	t (min)	$X_{Se}$ (%)
1	0.25	0.001	15.08	50	0	0
2	0.25	0.001	15.08	50	10	5.83
3	0.25	0.001	15.08	50	20	7.00
4	0.25	0.001	15.08	50	30	8.16
5	0.25	0.001	15.08	50	40	11.66
6	0.25	0.001	15.08	50	50	12.95

Tabla.9.8.2. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $N_2H_4$   
Experimento 5.1. Variación del tiempo de reacción

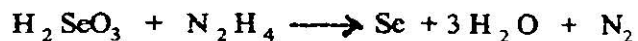
### EXPERIMENTACIÓN 5.3. VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN

Aún después de aumentar la concentración del hidróxido de hidracina 5 veces con relación a la concentración inicial no se observan resultados favorables como se puede comprobar en la tabla 9.4.21, como se tiene una conversión de 5.6 % siendo la conversión mas alta. Observe tabla 9.8.3.

Las gráficas muestran esta relación figuras 9.8.3 y 9.8.4

Al trabajar con las condiciones a las que se encuentra el ácido débil dentro de la torre de lavado y no tener reacciones bruscas ni buenos resultados de remoción se aumenta la cantidad de hidróxido de hidracina, en cada caso a 5 ml de solución no presente ningún cambio, en su apariencia ni aumento en su temperatura, mucho menos en la concentración de selenio.

Observando su reacción estequiométrica se tiene:

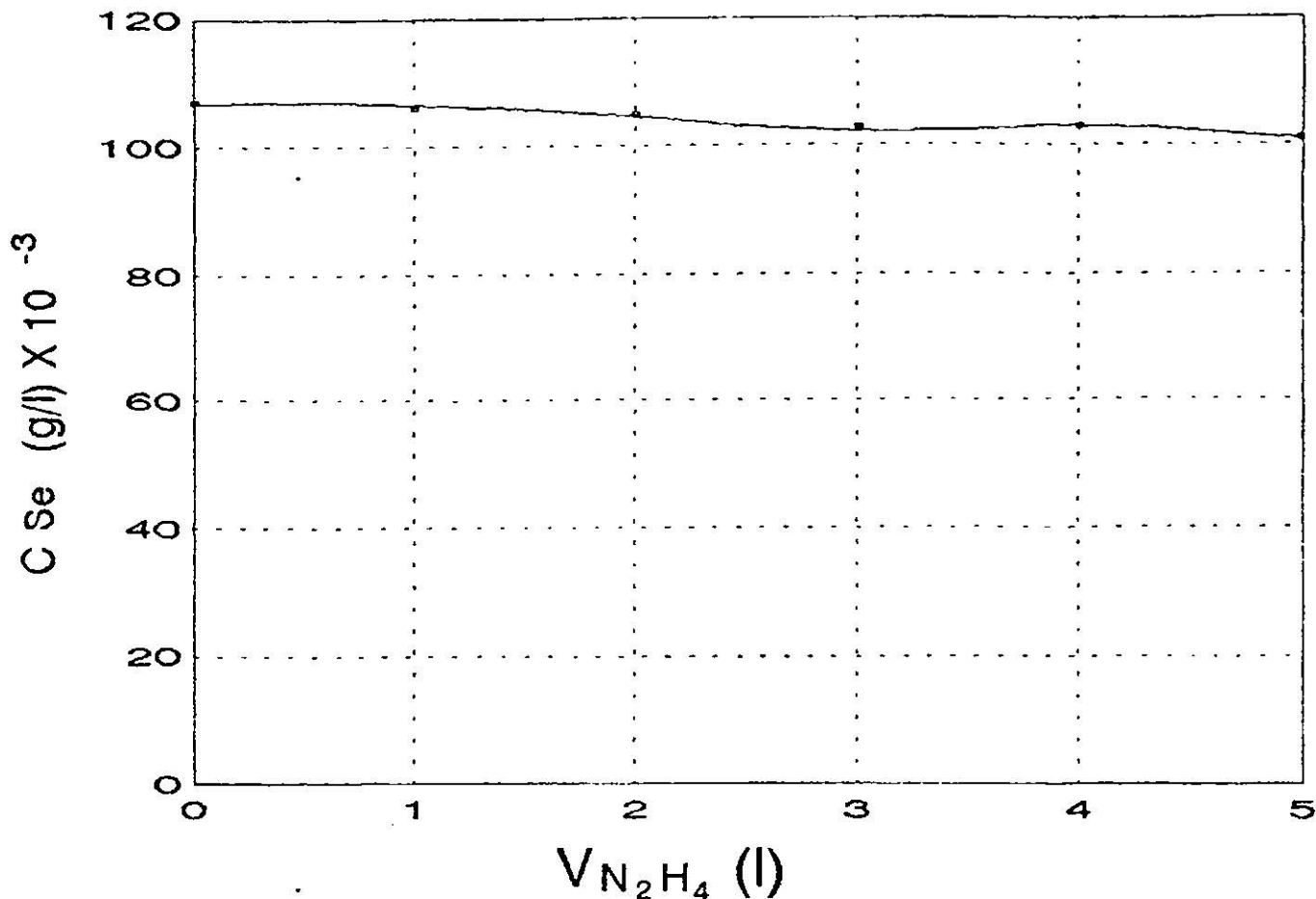


En este caso no se tienen cambios significativos con respecto a la concentración de selenio.

# REMOCION DE SELENIO

CON  $N_2H_4$

$V_{N_2H_4}$  (l) vs  $C_{Se}$  (g/l)



Gráfica.9.8.3. Variación de la concentración de Se con respecto a la concentración de  $N_2H_4$

No.	V soln (l)	t (min)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	$V_{N_2H_4}$ (l)	$C_{Se}$ (g/l) $\times 10^{-3}$
1	0.25	10	15.08	50	0	107
2	0.25	10	15.08	50	1	106
3	0.25	10	15.08	50	2	105
4	0.25	10	15.08	50	3	103
5	0.25	10	15.08	50	4	103
6	0.25	10	15.08	50	5	101

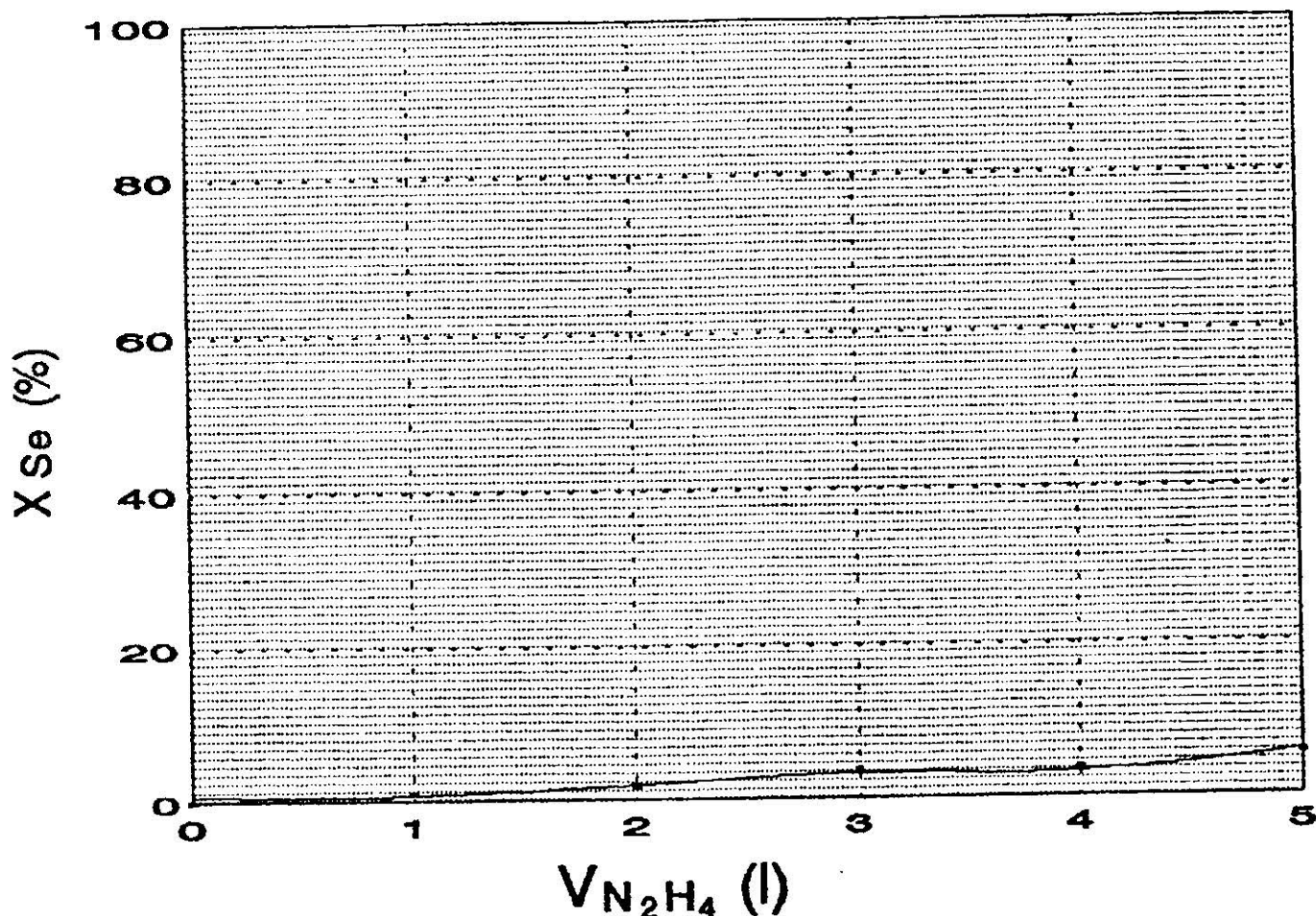
Tabla.9.8.3. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $N_2H_4$   
Experimento 5.2. Variación de la concentración de  $N_2H_4$



# REMOCION DE SELENIO

CON  $N_2H_4$

$V_{N_2H_4}$  (l) vs  $X_{Se}$  (%)



Gráfica 9.8.4. Variación del porcentaje de conversión del Se con respecto a la concentración de  $N_2H_4$

No.	V soln (l)	t (min)	$H^+$ (g/l)	$T^{\circ}C$	$V_{N_2H_4}$ (l)	$X_{Se}$ (%)
1	0.25	10	15.08	50	0	0.00
2	0.25	10	15.08	50	1	0.93
3	0.25	10	15.08	50	2	1.87
4	0.25	10	15.08	50	3	3.73
5	0.25	10	15.08	50	4	3.73
6	0.25	10	15.08	50	5	5.60

Tabla 9.8.4. Condiciones y datos experimentales para remoción de selenio con  $N_2H_4$   
Experimento 5.2. Variación de la concentración de  $N_2H_4$

## 10.0 SELECCIÓN

El objetivo de darle tratamiento al ácido sulfúrico diluido es la instauración de compuestos del selenio en fase sólida, que precipitan de "forma natural", además de otros metales y poder darle una recirculación al ácido diluido, que permita la limpieza efectiva de las especies de halógenos y otros que se presentan en el gas sin aportar riesgos al proceso.

La utilización de sulfuros es descartada aún presentando gran efectividad en la remoción de selenio por existir un alto riesgo de corrosión por la formación de ácido sulfhídrico como producto secundario en el tratamiento al ácido sulfúrico diluido.. Ver gráfica comparativa de productos gaseosos. Gráfica 10.1

Al emplear Fe-CuSO<sub>4</sub> el color que presenta el ácido débil es azul tenue y la concentración de iones Cu<sup>+2</sup> en solución aumenta debido a la recirculación que se le da al ácido débil aumentando con esto la saturación de dicho ácido y su coloración.. Cuando se usa fierro o acero al carbón en la remoción de los compuestos de selenio tiene un costo de operación bajo pues dentro de la planta se cuenta con grandes existencias de este material en presentación de chatarra, donde se puede disponer del material necesario, son partículas como padecería, tornillo, tuercas, etc. Al poner en contacto ácido sulfúrico diluido con fierro hay desprendimiento de hidrógeno, así como cuando es usado el sulfuro de sodio y el Complex 920 (dimetil ditiocarbamato de sodio) hay formación de ácido sulfhídrico se trató de medir los volúmenes siguiendo el procedimiento descrito en la sección 9.2.2 como no es un método muy exacto en la medición de gas los resultados presentados a continuación son un promedio de 3 pruebas.

	T ° (C)	Vol. ac.d.(ml)	T rx (min)	Vol. gas (ml)	Conc. reactivo
Fe	50	250	10	100	1 g.
Fe - CuSO <sub>4</sub>	50	250	10	121	1 g. Fe
Na <sub>2</sub> S	50	250	10	66.66	0.5g.CuSO <sub>4</sub> 1 ml (a)
					0.532 g./l ac.d.*
COMPLEX	50	250	10	41.11	1 ml (b)

a.d. = ácido débil

\*ac. d = gramos de sulfuro de sodio por litro de ácido débil

(a) 1 ml de solución de sulfuro de sodio se utilizó que para un volumen de 1 l de ácido débil corresponde a una concentración de 0.532 g/l

(b) Como no se tiene datos solo se reporta la cantidad utilizada.

No necesita además condiciones muy especiales para su operación tales como mantenimiento o manejo del material o el equipo un lavado antes de iniciar y al cambio de cada turno con agua acidulada. es todo lo que requiere para continuar su operación. Gráfica 10.2 El tratamiento que merece este material para poder ser empleado por primera vez en la remoción del selenio en el ácido débil es un como ya se indicó en un principio un enjuague con ácido sulfúrico al 10 % para desprender óxidos, tierra y grasa adherida y posteriormente un segundo enjuague con agua.

La utilización de este material no tiene formación de productos secundarios que puedan ser de riesgo para el equipo o el proceso.

En operación se cuenta con un enfriador de concha y tubos que favorece la remoción al disminuir 20 °C la temperatura del ácido de tal forma que se manejaría una temperatura de  $30 + 5$  ° C, en el ácido débil propicia para la reducción del selenio que se encuentra como  $H_2 SeO_3$  por la presencia del  $SO_2$  absorbido.

En la gráfica 10.3 se presenta la comparación de la eficiencia entre los cinco reactivos empleados. Cabe indicar que aunque algunos presenten eficiencias en la remoción bastante buenas se considera además para su selección la formación de productos secundarios, así como la apariencia final del ácido débil además de los costos de los reactivos, de operación, mantenimiento así como la instalación del equipo a utilizar. Diagrama 10.4 presenta la disposición del equipo

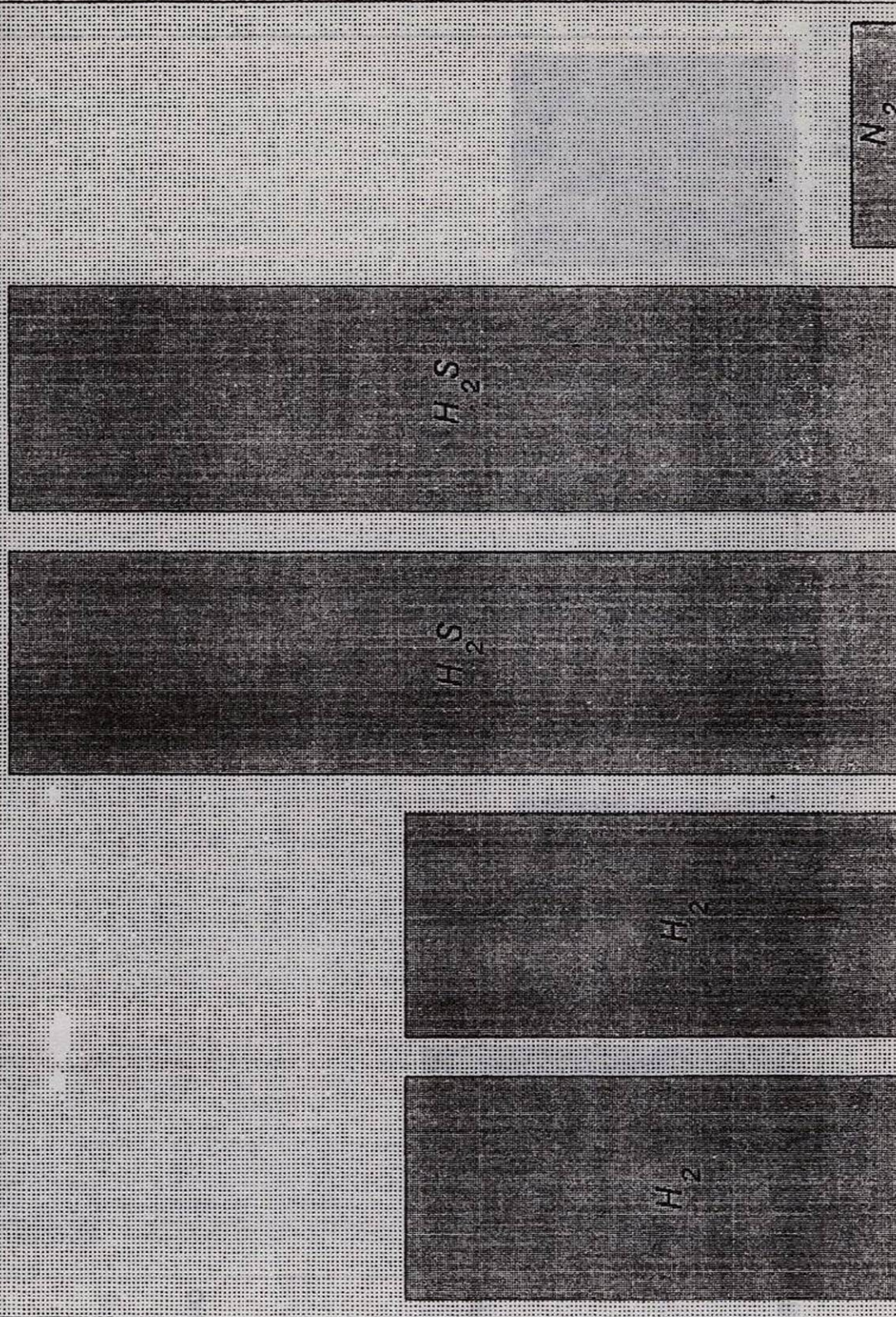
Otra característica que ofrece este tratamiento del ácido débil con chatarra de hierro es además de la apariencia el mantenimiento de su acidez siendo esto muy importante ya que este ácido después de su limpieza es recirculado a la torre y en ella es esreado para limpiar y disminuir la temperatura del gas, dicho gas como ya se menciona para por dos etapas de enfriamiento y precipitación electrostática de forma que recibe un esreado ácido donde el gas se acondiciona para las siguientes etapas del proceso como es la precipitación electrostática.

MAYOR

RIESGO DEL GAS PRODUCIDO POR LA REAMOCION AL EQUIPO O PROCESO

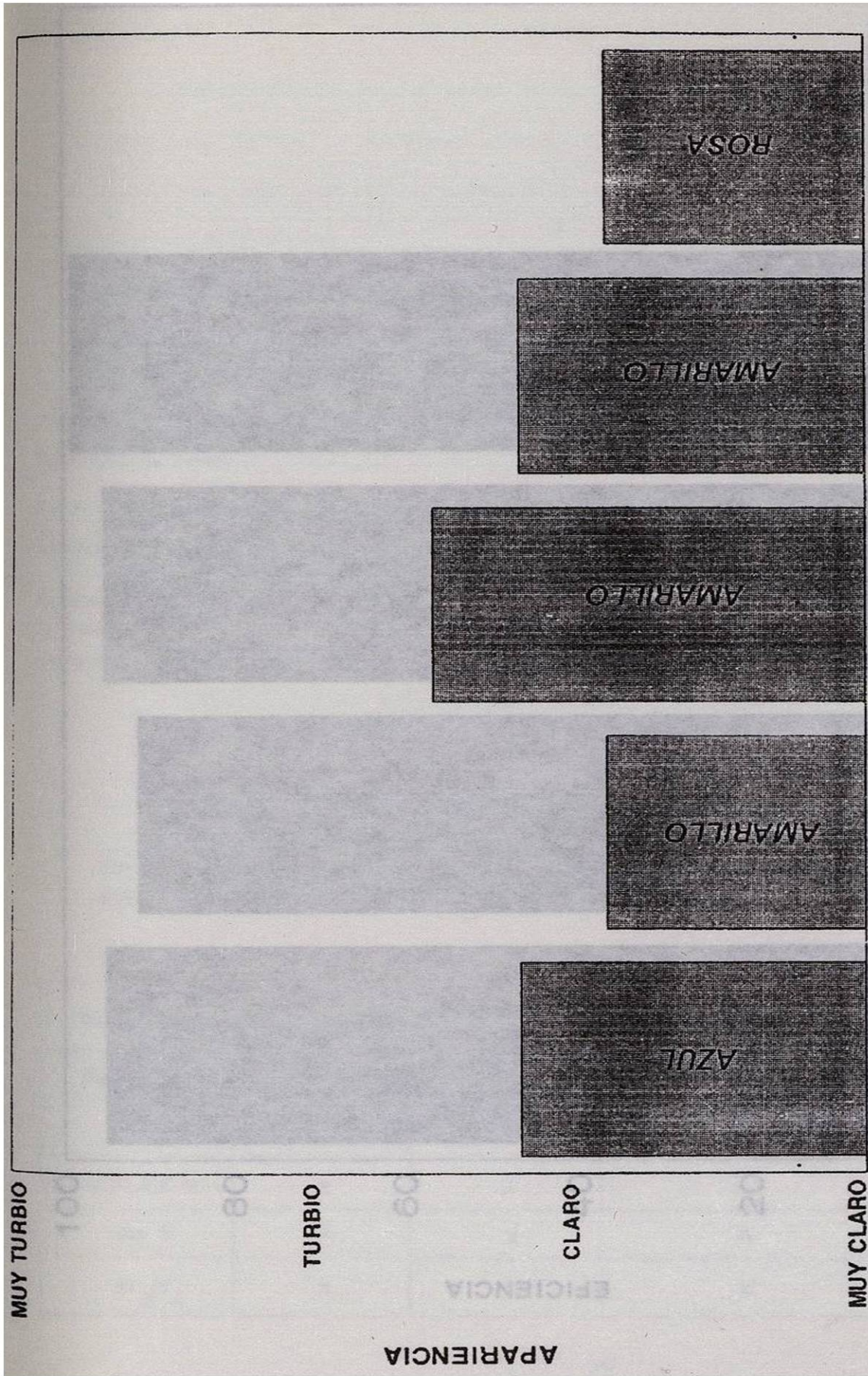
MEDIO

POCO



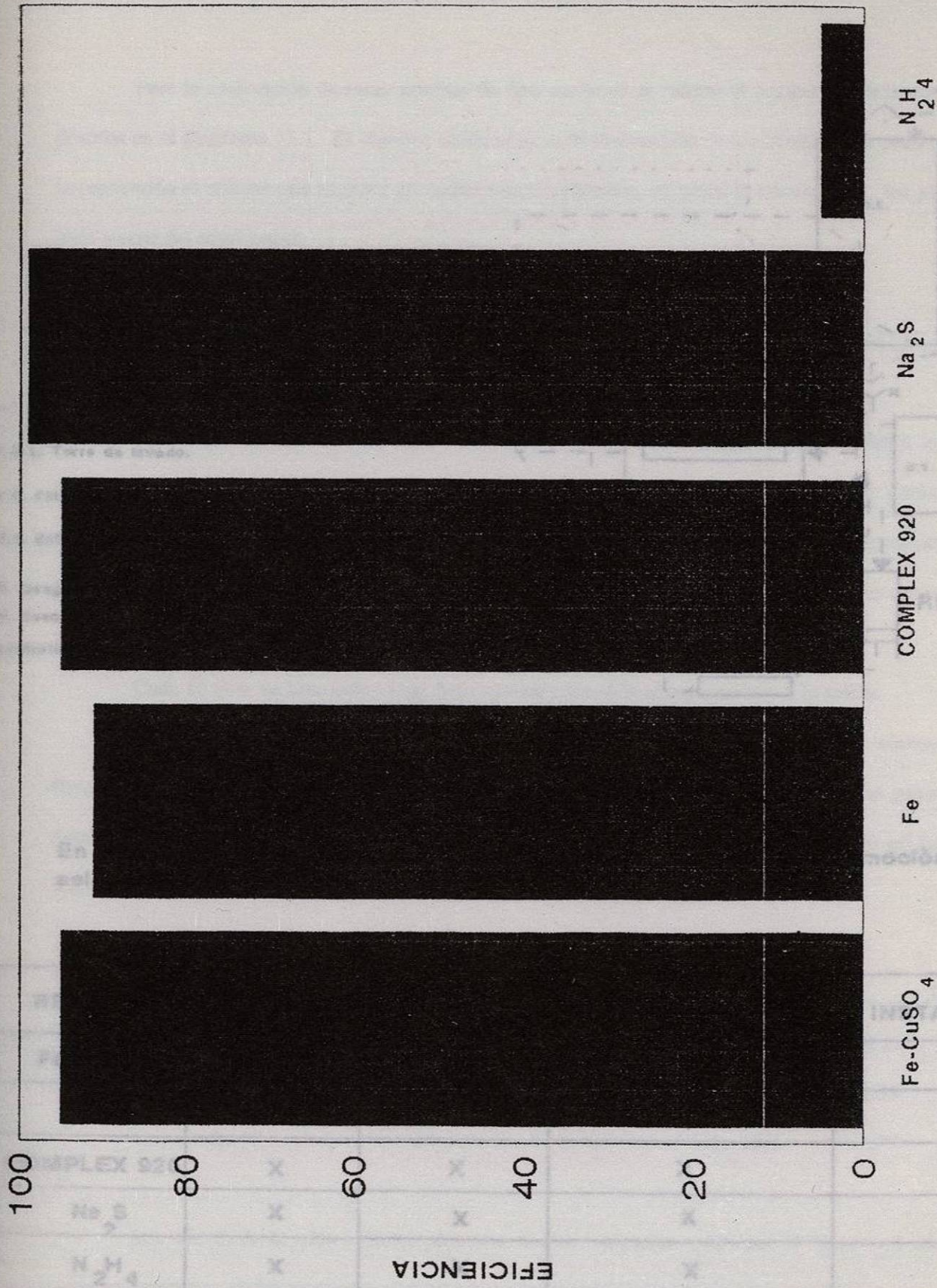
Gráfica comparativa de apariencia de Gráfica 10.1 después del tratamiento

Gráfica comparativa de productos gaseosos con los diferentes reactivos empleados



Gráfica 10.2.

Gráfica comparativa de apariencia del ácido débil después del tratamiento.



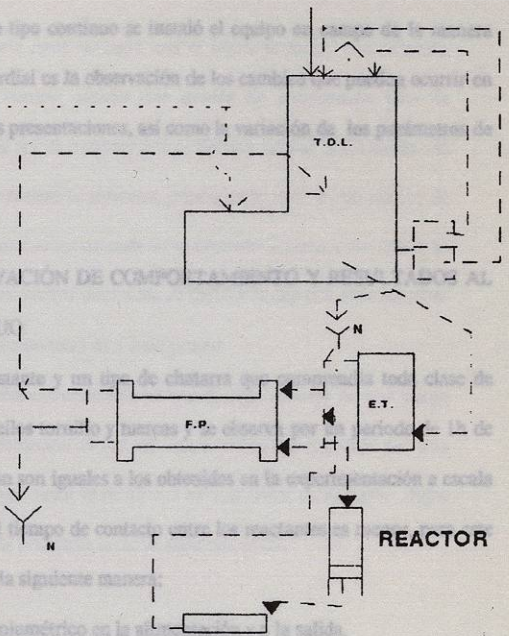
Gráfica 10.3.

Gráfica comparativa de eficiencia de los diferentes reactivos empleados.

Para la realización de estas pruebas de tipo continuo se usará el equipo que se muestra en el diagrama 11.1. El objetivo primordial es la observación de los cambios que ocurren en la composición al utilizar este reactivo en distintas presentaciones, así como la variación de los parámetros de flujo y peso del catalizador.

**ABREVIATURAS**

- ..... Gas
- Acido débil
- T.D.L. Torre de lavado.
- F.P. Filtro prensa
- E.T. Enfriador de tubos.
- D. Desgasificador.
- N. Descarga de residuos a planta neutralizadora



**Diagrama 10.4.**

En la siguiente tabla se indica el equipo que es utilizado en la remoción del selenio según los diferentes reactivos.

REACTIVO	REACTOR	AGITADOR CON MOTOR	DESGASIFICADOR	INSTALACION
Fe-CuSO <sub>4</sub>	X		X	X
Fe	X		X	X
COMPLEX 920	X	X	X	X
Na <sub>2</sub> S	X	X	X	X
N <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	X	X	X	X

## 11.0 REMOCIÓN DE SELENIO ESCALA PILOTO.

Para la realización de estas pruebas de tipo continuo se instaló el equipo en campo de la manera descrita en el diagrama 11.1. El objetivo primordial es la observación de los cambios que pueden ocurrir en la conversión al utilizar este reactivo en distintas presentaciones, así como la variación de los parámetros de flujo y peso del catalizador.

### EXPERIMENTACIÓN 11.1 OBSERVACIÓN DE COMPORTAMIENTO Y RESULTADOS AL UTILIZAR UN REACTOR DE TIPO CONTINUO.

Utilizando un peso de catalizador constante y un tipo de chatarra que comprendía toda clase de pedacería diferentes formas geométricas entre ellos tornillo y tuercas y se observa por un período de 1h de prueba continua, que los cambios en la coloración son iguales a los obtenidos en la experimentación a escala vidrio con este reactivo, solo que en este caso el tiempo de contacto entre los reactantes es menor, para este tipo de prueba inicial se formó un compuesto de la siguiente manera:

Cada 10 min. se hizo lectura del flujo volumétrico en la alimentación y a la salida.

En este mismo tiempo se tomó un volumen de 100 ml de solución ácida en la alimentación para formar un compuesto, igual para el ácido débil a la salida. Los flujos registrados son un promedio de los datos leídos, para 3 días con 1h de prueba, a una temperatura de 50° C y una acidez de 20 g/l los resultados y condiciones son mostrados en la tabla 11.1:

Tabla 11.1

No	v (l/min)	W <sub>CAT</sub> (Kg)	C <sub>Se</sub> <sup>o</sup> (mg/l)	C <sub>Se</sub> (mg/l)	X <sub>Se</sub> (%)
1	0.159	10	91 x 10 <sup>-3</sup>	8 x 10 <sup>-3</sup>	91.21
2	1.47	10	88 x 10 <sup>-3</sup>	1.8 x 10 <sup>-3</sup>	97.95
3	2.547	10	90 x 10 <sup>-3</sup>	3.8 x 10 <sup>-3</sup>	95.77

Los valores de la tabla anterior presentan buena conversión arriba del 90 % para el selenio, por lo tanto se experimentan las siguientes variaciones en las pruebas para observar los resultados.



## EXPERIMENTO 11.2 VARIACIÓN DE VELOCIDADES Y ALTURAS DE LECHO

Cuando el ácido débil que contiene al selenio hace contacto con el fierro se forma una solución amarilla que se oscurece con el transcurso del tiempo, siendo una prueba de observación para la comprobación de que el selenio realmente se elimina por el contacto con el fierro y no por la filtración de la solución que resulta de la reacción con el fierro, se realizó la siguiente prueba en la cual en un tiempo de una hora tomando un compuesto de cada una de las soluciones después de la reacción filtrada y sin filtrar se analiza por selenio. se forman tres compósitos para tres alturas diferentes de lecho y todos con un tiempo de prueba de 1 hr por peso de lecho empleado con un tiempo total de 3 h de prueba

El flujo de alimentación no se mantiene totalmente constante ya que el flujo se toma de una purga de la línea de alimentación al filtro prensa y la alimentación al reactor escala piloto fue regulada por una válvula de bola por lo que el flujo que se maneja en esta línea es de  $45 + 5 \text{ m}^3$  y al tratar de manejar flujos pequeños se tiene variaciones. Como resultado de esta prueba se tiene la siguiente tabla:

Tabla 11.2.

No	Tipo solución	$v$ (l/min)	$W_{\text{CAT}}$ (Kg)	$C_{\text{Se}}^{\circ}$ (mg/l)	$C_{\text{Se}}$ (mg/l)	$X_{\text{Se}}$ (%)
1	s / filtrar	7.254	3.4	102	74	28
2	filtrada	7.254	3.4	102	73	28.4
3	s/filtrar	6.606	7.5	102	72	29.4
4	filtrada	6.606	7.5	102	74	27.45
5	s/filtrar	7.014	10.0	102	59	42.15
6	filtrada	7.014	10.0	102	52	49.01

En esta prueba se trato de tener uniformidad en el flujo de alimentación para poder hacer la comparación entre cada uno de los resultados cuando aumenta la altura del lecho se tiene que el selenio realmente es removido por la reacción con la altura del lecho la poca eficiencia en la reacción se atribuye a flujos altos en la alimentación del ácido débil.

Para el ejemplo anterior cada valor del flujo es un promedio de las lecturas tomadas cada 10 minutos cuando se formo el compuesto de la solución. La acidez es prácticamente constante a 19 g/l y la temperatura de la solución ácida es 50° C en este caso la concentración inicial de la solución en selenio no cambia.

Con las pruebas anteriores se observa que el aumento del lecho favorece la conversión, pero el flujo en la alimentación debe bajar para que se alcance una buena conversión.

Probando para flujos en la alimentación mas bajos y darle una mayor conversión, la precipitación de selenio en las siguientes pruebas se utilizan 2 condiciones de altura de lecho diferentes y se hacen variaciones para observar como afecta el aumento de flujo de alimentación.

Tabla 11.3

No	v (l/min)	W <sub>CAT</sub> (Kg)	C <sub>Se</sub> <sup>o</sup> (mg/l)	C <sub>Se</sub> (mg/l)	X <sub>Se</sub> ((%)
1	0.98	3.4	114	23	79.82
2	1.2	3.4	114	36	68.4
3	4.926	3.4	114	64	43.86
4	0.528	7.5	114	9	92.11
5	4.062	7.5	114	29	74.56
6	8.256	7.5	114	49	57.02

Para esta prueba se observa como utilizando flujos menores a 1 litro se puede obtener una buena remoción del selenio y se favorece conforme la altura del lecho aumenta.

Comparando esto con respecto al peso del catalizador al aumentar el doble de la cantidad utilizada inicialmente y con velocidades bajas los resultados son aceptables.

Utilizando ahora como chatarra bolas de molino de acero al carbón para la experimentación siguiente bajo las mismas variaciones de altura de lecho y velocidad de flujo en la alimentación, el fin de emplear este tipo de chatarra en la formación del lecho es la de experimentar con una superficie expuesta uniforme y medible fácilmente.

A esta chatarra se le da un lavado para su limpieza de la misma forma como se menciona al principio y se toma un compuesto al iniciar la operación durante la primera media hora de prueba.

Tabla No 11.4.

PRUEBA INICIAL

No	v (l/min)	W <sub>CAT</sub> (Kg)	C <sub>Se</sub> <sup>o</sup> (mg/l)	C <sub>Se</sub> (mg/l)	X <sub>Se</sub> (%)
1	5.96	10	101	17.2	82.97
2	4.674	10	101	17.5	82.67
3	5.4174	10	101	17.3	82.87

Se trabajo por un periodo continuo de 8 horas y a la ultima media hora de trabajo se formó el segundo compuesto, se analizó y los resultados son los siguientes:

Tabla No. 11.5.

PRUEBAS FINAL

No	v (l/min)	W <sub>CAT</sub> (kg.)	C <sub>Se</sub> <sup>o</sup> (mg/l)	C <sub>Se</sub> (mg/l)	X <sub>Se</sub> (%)
1	7.56	10	96	29	69.79
2	6.738	10	96	27	71.88
3	6.228	10	96	25	73.96

En la tabla 11.4 se observa como un lavado favorece notablemente los resultados de disminución en la concentración de selenio en el ácido débil. Ya que la remoción del selenio se hace por la adherencia del Se<sup>o</sup> a la superficie de la partícula formando una ceniza.

En las siguientes pruebas en las que se modifica el flujo para una altura de lecho fijo se observa su efecto con respecto a la conversión

Tabla. 11.6

PRUEBA No. 1

No	$v$ (l/min)	h lecho (cm.)	$W_{CAT}$ (Kg)	$C_{Se}^o$ (mg/l)	$C_{Se}$ (mg/l)	$X_{Se}$ (%)
1	3.3876	11	9	122	0.00	100
2	4.0818	11	9	122	1.1	99
3	5.1378	11	9	122	7.8	93.61
4	5.178	11	9	122	7.8	93.61

Tabla 12.7

PRUEBA No. 2

No	$v$ (l/min)	h lecho (cm.)	$W_{CAT}$ (Kg)	$C_{Se}^o$ (mg/l)	$C_{Se}$ (mg/l)	$X_{Se}$ (%)
1	1.6902	12	15	103	17.2	83.31
2	7.3546	12	15	103	40.4	60.77
3	6.6696	12	15	103	42.9	58.35

Se tiene un cambio en la concentración inicial de selenio en las pruebas anteriores pero este parámetro no se mantiene constante por tomar directamente en campo el ácido débil y donde los datos corresponden a dos días diferentes de prueba.

De esta forma se observa como después de que el ácido débil pasa a través del lecho de fierro el selenio que se mantiene en solución y es removido por la reducción de sus valencias +2, +4, +6 a selenio con valencia cero y amorfo que forma una ceniza en la superficie de las partículas empleadas de fierro disminuyendo así la eficiencia en la conversión pues para un tiempo mayor de 11 horas de trabajo continuo con el reactor su eficiencia disminuye.

Para lograr que la conversión se mantenga arriba del 80 % después de trabajar un periodo mayor a las 11 horas deberá disminuir el flujo en la alimentación para tener los resultados que se descan.

EXPERIMENTO 11.3. OBSERVACIÓN DE LA CONVERSIÓN EN LAS VARIACIONES DEL TIEMPO ESPACIAL.

Para la obtención del tiempo espacial se calculo el volumen de huecos del lecho para determinar el volumen real de ácido débil contenido en el reactor, para la determinación del volumen de huecos se realizó midiendo el volumen de agua que se estaba contenida hasta raza la superficie del lecho, este volumen se resta del volumen total de lecho dando como resultado solo el volumen de sólidos y se resta con el volumen total del reactor, esto es:

$$V_{\text{real}} = V_{\text{reactor}} - (V_{\text{lecho}} - V_{\text{agua}})$$

dando así el volumen de líquido contenido dentro del reactor.

Cuando se tiene el volumen real de líquido y la velocidad de flujo de la alimentación se puede utilizar la siguiente formula:

$$\tau = \frac{V_{\text{real}}}{v} = \frac{l}{(l/\text{min})}$$

De las tabla anteriores se tiene:

Tabla 11.8  
Correspondiente a la tabla 11.3

No.	$v$ (l/min)	$X_{se}$ (%)	$W_{at}$ (kg.)	$h_{cat}$ (cm.)	$V_{\text{real}}$ (l)	$\tau$ (min)
1	0.98	79.82	3.4	4.5	4.566	4.659
2	1.2	68.4	3.4	4.5	4.566	3.805
3	4.926	43.86	3.4	4.5	4.566	0.927
4	0.528	92.11	7.5	10.0	4.176	7.909
5	4.062	74.56	7.5	10.0	4.176	1.028
6	8.256	57.02	7.5	10.0	4.176	0.506

Para esta prueba se utilizaron alturas de lecho cortas y se varió la velocidad de alimentación del ácido débil resultando que más de 2 minutos presentan conversiones bajas por tener poca superficie de partículas expuestas para su tratamiento.

Tabla 11.9  
Correspondiente a la tabla 12.4

No.	v (l/min)	X <sub>se</sub> (%)	W cat (Kg)	h cat (cm.)	V real (l)	τ (min)
1	5.96	82.97	10	15	3.696	0.6201
2	4.674	82.67	10	15	3.696	0.79075
3	5.4174	82.87	10	15	3.696	0.6822

Tabla 11.10  
Correspondiente a la tabla 11.5

No.	v (l/min)	X <sub>se</sub> (%)	W cat (Kg)	h cat (cm.)	V real (l)	τ (min)
1	7.56	69.7	10	15	3.696	0.488
2	6.738	71.88	10	15	3.696	0.5485
3	6.228	73.66	10	15	3.696	0.5964

En la tabla anterior se utilizaron las mismas alturas de lecho pero esta prueba fue la que se inició con chatarra de bolas de molino de acero al carbón y su eficiencia en la remoción se ve disminuido debido al total de tiempo que estuvo expuesta esta superficie.

Tabla 11.11  
Correspondiente a la tabla 11.5

No.	v (l/min)	X <sub>se</sub> (%)	W cat (Kg)	h cat (cm.)	V real (l)	τ (min)
1	3.3976	100	9	11	4.041	1.1929
2	4.0818	99	9	11	4.041	0.9900
3	5.1378	93.61	9	11	4.041	1.271
4	5.178	93.61	9	11	4.041	0.784

Para la siguiente tabla se utiliza la chatarra empleada en los 3 casos anteriores aumentando la altura, casi en la totalidad del volumen del reactor recordando que la altura total es de 25 cm.

Tabla 11.12  
Correspondiente a la tabla 11.5

No.	v (l/min)	X <sub>Se</sub> <sup>-</sup> (%)	W cat (Kg)	h cat (cm.)	V real (l)	τ (min)
1	1.6902	83.31	15	20	2.326	1.376
2	7.3546	60.77	15	20	2.326	0.3163
3	6.6696	58.35	15	20	2.326	0.3487

Cuando se tiene empacado casi en su totalidad el reactor como en el caso anterior, dando un tiempo espacial entre 1 y 1.5 minutos para el ácido débil dentro del reactor se tiene resultados dentro de lo esperado arriba del 80 % en la remoción del selenio encontrando con estos datos el valor correspondiente a lo que debe ser la velocidad en la alimentación del ácido débil dentro de el equipo,

#### EXPERIMENTO 11.4 OBSERVACIÓN DE LA DENSIDAD EN EL TRANCURSO DE LA REACCIÓN.

En las pruebas escala vidrio se realizó esta medición pero aquí no se incluyeron estos datos para tener certeza en el uso de la forma:

$$C_{Se} = C_{Se}^{\circ} (1 - X)$$

En continuación se presentan los datos obtenidos:

No	V (l/min)	Wcat (Kg)	C <sub>Se</sub> <sup>°</sup> (mg/l)	C <sub>Se</sub> (mg/l)	ρ ac. d.° (g/l)	ρ ac. d. (g/l)
1	0.98	3.4	114	23	1.1	1.1
2	1.2	3.4	114	36	1.1	1.1
3	4.926	3.4	114	64	1.1	1.1
4	0.528	7.5	114	9	1.1	1.1
5	4.062	7.5	114	29	1.1	1.1
6	8.256	7.5	114	49	1.1	1.1

## 12.0 CÁLCULOS Y DISEÑO.

Para determinar la cinética de la reacción. Como en este caso que solamente hay una fase fluida, puede calcularse la velocidad como se hace en el caso de las reacciones homogéneas.

Se empleó un método de análisis integral para un reactor integral.

Para variaciones de peso del lecho  $W$  y  $F_{A0}$

$$\frac{W}{F_{A0}} = \frac{dX_{Se}}{-r_A}$$

### 12.1 VARIANDO LA VELOCIDAD EN EL FLUJO DE ALIMENTACIÓN Y MANTENIENDO LA ALTURA DEL LECHO CONSTANTE.

Con los datos que se obtuvieron mediante la experimentación anterior se ensayaron varias ecuaciones cinéticas correspondiendo para una ecuación de segundo orden esta selección se hizo en forma experimental ya que el mecanismo de reacción es muy difícil de saber pues el selenio se reduce de diversos estados de valencia y por lo tanto de una miscelánea de compuestos con los metales, halógenos, etc.

Los valores que se evaluaron aparecen abajo de cada gráfica respectiva, de cuatro casos tres presentan buenos resultados como es correlación y una ordenada al origen aproximada entre ellas, las gráficas se presentarán a continuación.

Como en este caso las partículas empleadas no son altamente porosas pero no fueron creadas para este fin no se considera las etapas controlantes de difusión a través de la película ni el poro, cabe mencionar que se forma como ya se indicó anteriormente una ceniza alrededor de la partícula pero que los efectos que esta causa sobre la reacción no se estudiarán en este caso por falta de equipo.



Con la serie de datos mostrados que se obtuvieron experimentalmente se calcula que para

La reacción corresponde a la ecuación cinética de la forma:

$$kC_{Se} = kC_{Se^0}^{\circ}(1 - X_{Se^0})$$

Que se sustituye en :

$$\frac{\rho_p V_r}{F_{A0}} = \frac{W}{F_{A0}} = \frac{dX_{Se}}{-r_A}$$

$$\frac{\rho_p V_r}{F_{A0}} = \frac{W}{F_{A0}} = \frac{dX_{Se}}{kC_{Se^0}^{\circ}(1 - X_{Se^0})}$$

$$\frac{kC_{Se^0}^{\circ}W}{F_{A0}} = \frac{1}{(1 - X_{Se^0})}$$

Donde se requiere obtener un porcentaje de conversión de 80 % como mínimo para un flujo en la alimentación de 45 , 000 l/hr aproximadamente que es lo que se maneja en la línea de alimentación de ácido débil. al filtro prensa y una  $C_{Se^0}$  promedio de 78 ppm se tiene:

DATOS:

$$v = 45.000 \text{ (l/hr)}$$

$$k \text{ prom.} = 2.29 \left( \frac{l^2}{\text{mmol Kg min}} \right)$$

$$X_{Se^0} = 80 \%$$

$$C_{Se^0} = 78 \text{ ppm} = 0.98 \text{ mmol/l.}$$

$$F = 44 \text{ 100 mmol/hr}$$

SUSTITUCIÓN:

$$W = \frac{44 \text{ 100 mmol/hr}}{(1 - 0.8) (0.98 \text{ mmol/l})^2 (2.29 \frac{l^2}{\text{mmol Kg min}}) (60 \text{ min/hr})}$$

$$W = 1670 \text{ Kg de}$$

Para determinar la densidad de la partícula se pesaron y se midieron obteniendo un promedio para masa y volumen siendo los resultados:

$$V_{\text{part}} = 8.1812 \text{ cm.}^3$$

$$m_{\text{part}} = 53.59 \text{ gr.}$$

De aquí que la densidad de la partícula es :

$$\rho_p = 6.55 \text{ gr. /cm.}^3$$

utilizando la formula de

$$: \frac{\rho_p V_r}{F_{AO}} = \frac{W}{F_{AO}}$$

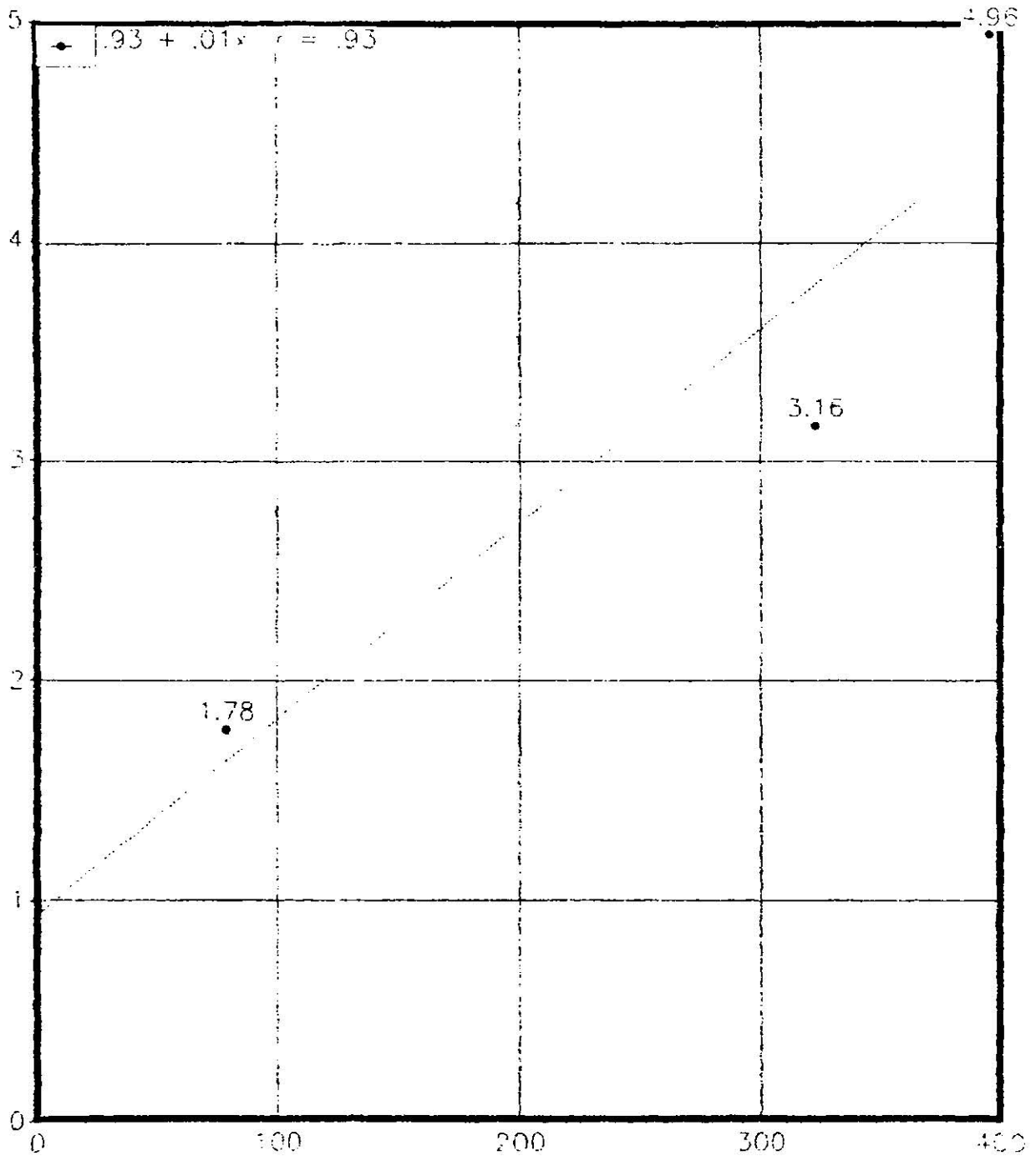
$$V_r = \frac{1670 \text{ kg.}}{6.55 \text{ Kg/l}} = 254 \text{ l}$$

Dando un 10 % para protección por diseño el volumen del reactor es:

$$V_r = 254 \text{ l}$$

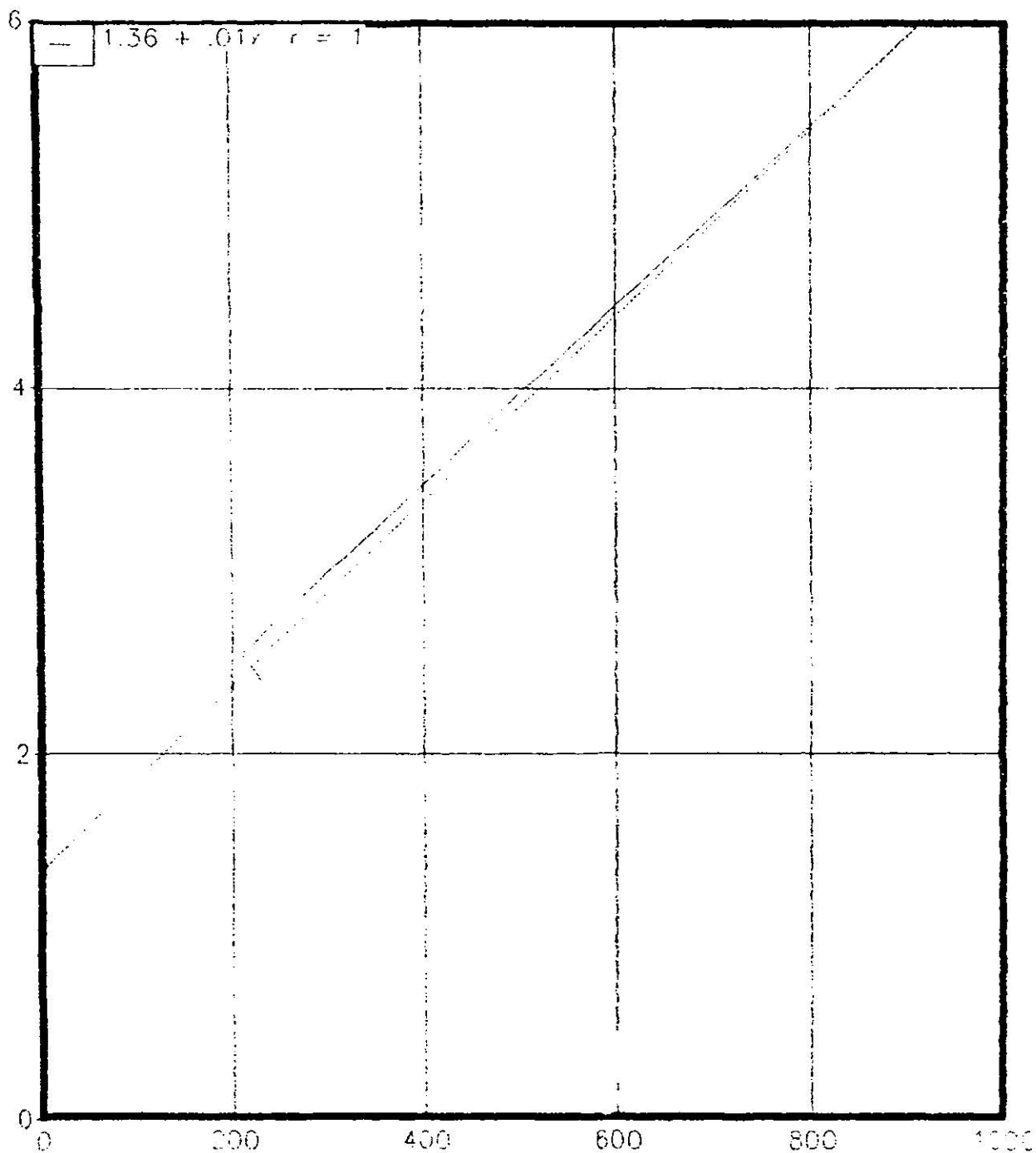
$$V_r (\text{más sobrediseño}) = 279.4 \text{ l}$$

# REACTOR CONTINUO ESCALA PILOTO



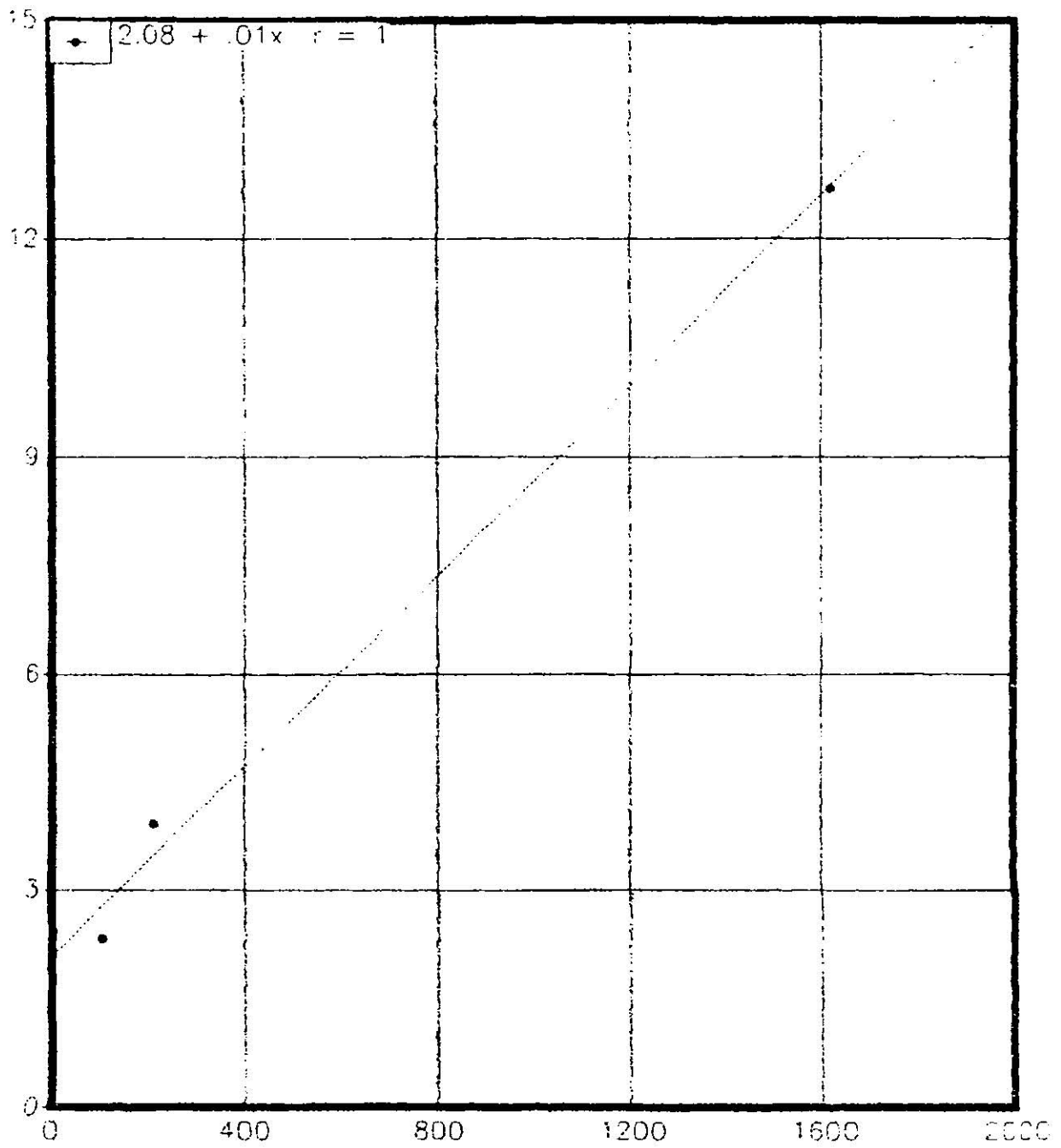
Grafica 12.1 Representación de datos experimentales para segundo orden

# REACTOR CONTINUO ESCALA PILOTO



Grafica 12.2 Representación de datos experimentales para segundo orden

# REACTOR CONTINUO ESCALA PILOTO



Gráfica 12.3 Representación de datos experimentales para segundo orden

### 13.0 DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

Cuando el selenio que va en el gas en diversos compuestos logra pasar a una solución al ácido débil se quiere controlar y darle una especie de recuperación para no purgarlo y enviarlo a la presa. De manera que al estar recirculando el ácido débil a la vez que se limpia de selenio, se maneje una cantidad menor de agua en la operación de limpieza del gas, aunque esta dosificación de agua no depende de la concentración del selenio sino del flúor y cloro, y aprovecharse siempre que cumpla con las concentraciones de estos dos últimos elementos. 0.2139 g continúan en la corriente gaseosa se espera que con la instauración del ácido débil también se favorezca la limpieza del gas de forma que no logre pasar más selenio a los equipos siguientes

En la sección 10.0 se discuten los puntos importantes que se consideraron para la selección del reactivo a utilizar a gran escala. La presentación de datos y resultados se hizo en forma comparativa para identificar las ventajas y desventajas de cada reactivo. Los puntos que se ilustran son riesgos por corrosión que presentan los gases formados, la apariencia final del ácido débil y la eficiencia de los reactivos para un mínimo de reactivo utilizado en 10 minutos de prueba.

Los resultados obtenidos en la primera parte de la experimentación escala piloto indica que utilizando chatarra como tornillos, tuercas y padecería en general, se tiene buena remoción al igual que en el caso de utiliza bolas de molino de acero al carbón en ambos caso la remoción se ve favorecida por el aumento en la altura del lecho y el control de la velocidad en el flujo de alimentación del gas. Así como el mantenimiento necesario para mantener el porcentaje de remoción.

El diseño del reactor se realizó para un flujo de 45, 000 l/hr ya que se pensó en utilizar la misma bomba que se emplea para alimentar el ácido débil al filtro prensa y no trabaja a su capacidad máxima de diseño. y considerando una concentración en selenio baja, por lo que para concentraciones mayores trabajará aun mejor.

## 14.0 CONCLUSIONES

Cuando el ácido débil pierde un 80% del selenio que contiene inicialmente en solución pierde además otros sólidos que está en solución porque después la solución resultante de la remoción de selenio tiene formación de sulfato de hierro por el hierro que se ioniza y va en solución con el ion sulfato del ácido, se filtra y quedarán en el filtro prensa formando una torta que a su vez favorecerá que el selenio del ácido débil que precipita por la presencia del dióxido de azufre disuelto ya que está forma cristalina y el selenio no se logra atrapar muy fácilmente. Y disminuirá la concentración del selenio considerablemente para el ácido débil que es recirculado a la torre así como los demás sólidos que se tienen y se forman después en la solución.

Refiriendo esto desde un punto de vista ecológico es que al darle este tratamiento al ácido débil el selenio que es eliminado de la torre por medio de la purga del ácido débil hacia un tratamiento de neutralización y de ahí posteriormente a una presa podrá ser recuperado en los sólidos que se formarán en los marcos del filtro prensa. Si la chatarra es lavada, esta solución se deberá filtrar pues llevará la ceniza formada por el selenio para recuperarla aquí.

A esta torta resultado de la filtración y a las telas del filtro se le podrá dar otro tratamiento que ya se ha estudiado como continuación pero que no incluye esta tesis para la obtención del selenio metálico con una gran pureza.

## 15.0 REFERENCIAS

- 1.- ASARCO MEXICANA , S.A. Planta de Monterrey. Investigación y Proyectos (1986)
- 2.- Craing Bruce D. Handbook of corrosion data. Assistance Metals Park, 2a. Ed., 592 1970)
- 3.- Cristie J. Geankoplis. Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias. C.E.C.S.A. 350, 351  
(1989)
- 4.- Dean, John A. "Propiedades Termodinámicas de elementos y Compuestos  
Inorgánicos" Lange. Manual de Química". Mc. Graw-Hill. 1a Ed español. Tomos 4, 9 - 56, 57,  
62. (1989).
- 5.- J.M. Smith Ingeniería de la Cinética Química. 2a. ed., Ed. C.E.C.S.A.
- 6.- Kirk Othmer " Selenium and Selenium Compounds" Enciclopedia de Chemical Technology. 3a.  
ed., Ed. Wiley Interscience Publication. Tomo 20,, (1982).
- 7.- Levenspiel Octave. . Ingeniería de las reacciones químicas. Ed. Reverte. Cap. 14, pags. 505 -  
562 (1982).
- 8.- Refinería Electrolítica de Zinc, S.A. de C.V. S.L.P:  
Manual de operación de Tostación.  
Planos: DA - 1001  
DA - 1002
- 9.- Refinería Electrolítica de Zinc, S.A. de C.V. S.L.P. Manual de operación de Planta de Acido  
Sulfúrico.  
Planos: BX 1001  
CX 1001
- 10.- Zingaro. Ralph A., Cooper W. Charles, Selenium. Ed. Van Nostrand Company.  
Regional Offices (1974)



## NOMENCLATURA

ac. d.	=	Ácido débil
$C_{CuSO_4}$	=	Concentración de sulfato de cobre por litro de ácido débil g/l
$C_{Na_2S}$	=	Concentración de sulfuro de sodio por litro de ácido débil
$C_{N_2H_4}$	=	Concentración de hidrato de hidracina por litro de ácido débil
$C_{Se}$	=	Concentración de selenio g/m <sup>3</sup> , g/ml, ppm
$C_{Se}^o$	=	Concentración de selenio g/m <sup>3</sup> , mg/l, ppm
$d_{X_{Se}}$	=	El cambio en la conversión de selenio
$C_{Fe}$	=	Concentración de virutas de hierro
F <sub>ao</sub>	=	Flujo másico de alimentación de ácido débil mmol/l
H <sup>+</sup>	=	Acidez de la solución g/l
$h_{CAT}$	=	Altura del lecho cm
l	=	Litros
pH	=	Concentración de iones hidrógeno, grado de acidez
-r <sub>A</sub>	=	Velocidad de desaparición del compuesto de interés A
t	=	Tiempo
T	=	Temperatura
V. ácido débil	=	Volumen de ácido débil (l)
$V_{COMPLEX}$	=	Volumen de complex 920 l
$V_{N_2H_4}$	=	Volumen de hidrato de hidracina l
V. soIn.	=	Volumen de ácido débil empleado en la reacción por lotes
Vol. ac. débil	=	Volumen de ácido débil m <sup>3</sup>
V real	=	Volumen de ácido débil dentro del reactor (l)
V <sub>r</sub>	=	Volumen del reactor
W	=	Peso del reactivo g
$W_{CAT}$	=	Peso de chatarra empleada en la formación del lecho kg
$X_{se}$	=	Porcentaje de remoción de selenio

## SÍMBOLOS

$\rho_{ac.d.^\circ}$	=	Densidad del ácido débil en la alimentación. g/l
$\rho_{ac.d.}$	=	Densidad del ácido débil a la salida. g/l
$\rho_p$	=	Densidad de la partícula. Kg/l
$\tau$	=	Tiempo espacial de la solución. min
$v$	=	Flujo volumétrico l/min

